

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

UNIVERSITE SAAD DAHLEB BLIDA 1

Faculté de Technologie

DEPARTEMENT DE GENIE DES PROCÉDES



Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

Master en Génie des Procédés

Spécialité : Génie Chimique

Evaluation des incertitudes d'analyse et d'essais à partir de mesure de la viscosité

Présenté par :

Laari Ahlem

Ferhah Akila

Encadreur :

Dr. Y. Abdelbaki

2023-2024

ملخص

تلعب المقاييس دورًا مهمًا في جميع مراحل عملية الجودة. ينطبق هذا العلم الشامل على جميع المجالات التي يتم فيها إجراء قياسات كمية. وتتعلق الممارسة بمتابعة عملية اتخاذ القرار بقبول أو رفض منتج أو اختبار أو مادة خام. ومن هذا المنظور، يتمثل العمل الحالي في تقدير أوجه عدم اليقين في القياس بشأن اللزوجة، التي يتمثل هدفها الرئيسي في التحقق من دقة ودقة جهاز القياس: حمام اللزوجة، استنادًا إلى الانحرافات القياسية والاختبارات الإحصائية. تلبي النتائج التي تم الحصول عليها متطلبات المواصفات الفنية المرجعية وتؤكد قدرة جهاز القياس لدينا على إعطاء نتائج خالية من الأخطاء. بفضل هذه الدراسة، تم اعتماد معدّاتنا.

الكلمات الرئيسية: علم المقاييس ؛ اللزوجة ؛ أوجه عدم التيقن ؛ الاختبارات الإحصائية ؛ الإخلاص ؛ دقة.

Abstract

Metrology plays an important role at all stages of the quality process. This cross-cutting science applies to all areas where quantitative measurements are made. The practice concerns the follow-up of a process to the decision-making to accept or refuse a product, a test, or a raw material.

It is in this perspective that the present work consists of estimating measurement uncertainties on viscosity, whose main objective is to verify the fidelity and accuracy of a measuring device: viscosity bath, based on standard deviations and statistical tests.

The obtained results have revealed the requirements of the referenced technical specification and confirm the ability of our measuring device to give error-free results. From this study, our equipment is accredited.

Keywords: Metrology; Viscosity; Uncertainties; statistical tests; Fidelity; Accuracy.

Résumé

La métrologie joue un rôle important à tous les stades de la démarche qualité. Cette science transversale s'applique à tous les domaines où des mesures quantitatives sont effectuées. La pratique porte sur le suivi de processus à la prise de décision d'accepter ou refuser un produit, un essai ou bien une matière première.

C'est dans cette perspective que s'inscrit le présent travail qui consiste à estimer les incertitudes de mesure sur la viscosité, dont l'objectif principale est de vérifier la fidélité et la justesse d'un appareil de mesure : bain de viscosité, en se basant sur les écarts types et les tests statistiques.

Les résultats obtenus répondent aux exigences de la spécification technique référencée et confirment l'aptitude de notre appareil de mesure à donner des résultats exempts d'erreurs. Grâce à cette étude notre équipement est accrédité.

Mots clés : Métrologie; Viscosité ; Incertitudes ; Tests statistiques ; Fidélité ; Justesse.

Remerciements

On remercie tout d'abord ALLAH le Tout-Puissant de nous avoir donné la santé et la volonté d'entamer et de terminer ce mémoire.

On exprime notre profonde gratitude et toute notre reconnaissance :

À notre promotrice, Dr. Y. Abdelbaki, pour la qualité de son encadrement exceptionnel, pour sa patience, sa rigueur et sa disponibilité durant la préparation de ce mémoire. Ce travail ne serait pas aussi riche et n'aurait pas pu voir le jour sans son aide.

À tous les membres du jury, pour l'honneur qu'ils nous font en acceptant d'examiner ce mémoire et pour leur bienveillance et attention.

Nos remerciements vont également à tous nos professeurs de tous les cycles d'études, pour leur générosité et la grande patience dont ils ont su faire preuve malgré leurs charges académiques et professionnelles.

À nos chères amies, qui nous ont soutenues durablement pendant la réalisation de notre travail, à l'intérieur comme à l'extérieur de l'université (Randa, Mouna, Aya, Lina, Amal et Amira). On souhaite vous dire merci.

On tient à remercier le responsable du laboratoire Naftal, Monsieur Amine, ainsi que l'ingénieur, Monsieur Kamel.

Pour finir, nos derniers mots de remerciement vont tout naturellement à nos familles, en particulier nos parents, nos frères et sœurs, pour leur soutien tout au long de nos études. On ne trouve pas les mots pour exprimer notre reconnaissance envers nos pères et nos mères de nous avoir soutenus et pris soin de nous durant nos études, sans oublier leurs encouragements durant cette période.

Ahlem et Akila

TABLE DES MATIERES

RESUME

REMERCIEMENTS

TABLE DES MATIERES

LISTE DES FIGURES ET TABLEAUX

LISTE DES ABREVIATIONS

INTRODUCTION GENERALE.....	9
Chapitre 1 : Etude bibliographique	
1.1. Introduction.....	11
1.2. Généralités sur la métrologie.....	12
1.2.1. Caractéristiques de la métrologie.....	12
1.2.2. Types de la métrologie.....	13
1.2.3. Activités de la métrologie.....	14
1.2.4. L'accréditation des laboratoires d'étalonnage.....	15
1.2.5. La fidélité.....	16
1.3. Evaluation des incertitudes de mesure.....	17
1.3.1. Concept d'incertitude.....	19
1.3.2. Méthode de calcul des incertitudes.....	19
1.3.3. Démarche pour l'estimation, l'expression et l'utilisation de l'incertitude des mesures et des résultats d'essais.....	19
1.3.4. Sources d'incertitude potentielles dans un processus de mesure.....	20
1.3.5. Evaluation des incertitudes.....	20
1.3.6. La carte de contrôle.....	22
1.4. Généralités concernant l'étalonnage des moyens de mesure.....	23
1.4.1. Modalité d'un étalonnage.....	23
1.4.2. Procédure d'étalonnage.....	24
1.5. Généralités sur les carburants.....	24

1.5.1. Origine des carburants.....	25
1.5.2. Le gasoil.....	26
Chapitre 2 : Partie expérimentale	
2.1. Présentation de l'entreprise Naftal.....	28
2.2. La viscosité.....	29
2.3. Le Matériel utilisé.....	30
2.4. Caractéristiques des appareillages utilisés.....	31
2.5. Étalonnage et vérification.....	32
2.6. Produit utilisé.....	32
2.7. Le protocole opératoire.....	32
2.8. Identification des facteurs d'influences.....	33
2.9. Calculs effectués.....	33
2.9.1. La moyenne arithmétique.....	33
2.9.2. Estimation de l'écart type de répétabilité intra-laboratoire (fidélité).....	33
2.10. Etude de la normalité.....	34
2.10.1. Les tests statistiques.....	34
2.10.2. Présentation des résultats (histogrammes).....	38
2.11. Fondements des cartes de contrôle.....	39
Chapitre 3 : Résultats et discussion	
3.1. Variation de la viscosité en fonction de la pression.....	41
3.2. Représentation des courbes de Gauss.....	42
3.3. Les tests statiques.....	45
3.4. Carte de contrôle aux mesures.....	47
3.5. Discussion.....	49
CONCLUSION GENERALE.....	51
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	53
ANNEXES	

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1. Concept de la fidélité.....	16
Figure 2.1. matériels utilisés pour l'étude expérimentale.	31
Figure 2.2. Diagramme d'analyse des causes d'erreurs dans un processus de mesure.	33
Figure 2.3. Carte de contrôle moyenne.....	40
Figure 3.1. Variation de la viscosité en fonction de la pression.....	41
Figure 3.2. Variation de la moyenne arithmétique en fonction des jours.....	43
Figure 3.3. Courbe de distribution de Gauss.....	44
Figure 3.4. Carte de contrôle aux mesures.....	48

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1. Comparaison entre la répétabilité et la reproductibilité.....	17
Tableau 1.2. Les carburants les plus utilisés ainsi que leur utilisation et consommation annuelle en Algérie.....	25
Tableau 1.3. Caractéristiques spécifiques du Gasoil.....	26
Tableau 3.1. Résultats de calcul des moyennes arithmétiques de la viscosité à 40°c...	42
Tableau 3.2. Résultats de calcul de l'écart type.....	43
Tableau 3.3. Résultats de calcul du test de Shapiro-Wilk.....	45
Tableau 3.4. Résultats de calcul du test de Grubbs Simple.....	47
Tableau 3.5. Résultats de calcul du test de Grubbs Double.....	46
Tableau 3.6. Résultats de calcul des limites.....	48

LISTE DES ABREVIATIONS

BIPM : Bureau International des Poids et Mesures

cSt : Centistokes

EMT : Erreur Maximale Tolérée

ISO : L'organisation internationale de normalisation

Mt : Millions de Tonnes

NF : Norme française

U : Incertitude élargie de l'estimation de sortie y

y : Estimateur de mesurande Y ; résultat d'un mesurage ; estimation de sortie

S : Ecart type expérimentale estimé sur un ensemble de données

S² : Estimation de la variance

n : Nombre des essais

σ : Écart type d'une loi de probabilité

Σ : La somme

INTRODUCTION GENERALE

Le présent mémoire de master s'inscrit dans la cadre de la qualité métrologique des appareils de mesure. En effet, de nombreux domaines (chimie, environnement, santé publique, industries, laboratoires, etc.) sont concernés par la problématique de la prise de décision basée sur un résultat de mesure affecté par son incertitude.

Dans ces diverses applications industrielles et commerciales, il est nécessaire de fournir, autour du résultat d'un mesurage, une indication quantitative sur la qualité du résultat. En absence d'une telle indication, les résultats de mesure ne peuvent pas être comparés, soit entre eux, soit par rapport à des valeurs de référence données dans une spécification ou une norme. De même, une approche applicable et claire pour caractériser la qualité du résultat d'un mesurage est nécessaire afin d'évaluer et exprimer son incertitude.

Quand on parle d'incertitude de mesure, on parle de la qualité de l'instrument qui effectue la mesure. Cette dernière fait référence aux qualités dites métrologiques à savoir : la fidélité et la justesse. Celles-ci sont le fruit d'un long processus de mesure et d'analyse qui s'appuie sur des tests statistiques découlant de différentes théories de mesure.

Dans le présent travail, une étude sur l'évaluation des incertitudes de mesure de viscosité a été menée. Pour ce faire, la normalité des résultats à partir des tests statistiques a été étudiée.

L'objectif principal de notre travail est d'estimer les incertitudes de mesure en vue d'expérimenter et de vérifier la fidélité et la justesse d'un appareil de mesure : bain de viscosité.

Ce mémoire est divisé en trois chapitres. Le premier chapitre est un rappel bibliographique sur la métrologie, les incertitudes de mesures et l'étalonnage des moyens de mesure. Il expose également quelques règles fondamentales sur l'évaluation des limites d'erreurs, la valorisation des mesures et des résultats numériques ainsi que des notions sur les carburants.

Le deuxième chapitre présente les différents tests statistiques pouvant être réalisés, le mode opératoire et les caractéristiques des appareillages utilisés. Il commence par une présentation générale de la société NAFTAL.

Le chapitre trois est dédié aux résultats et leurs interprétations.

Enfin, une conclusion générale sur la qualité des appareils de mesure résumant les principaux résultats auxquels nous avons abouti est présentée, elle comporte des suggestions par rapport à des travaux qui pourraient être menés pour approfondir et éclaircir davantage certains aspects de la présente étude.

Chapitre 1

Etude bibliographique

1.1. Introduction

Le génie des procédés concerne la mise en œuvre des moyens permettant l'obtention de produits dans un domaine donné, en partant de la conception, la production, le contrôle de produits jusqu'au bon fonctionnement des équipements.

Toute décision prise en génie des procédés ou plus général dans un domaine industriel est liée à une mesure, qu'elle soit technique, financière, ou humaine. La fonction métrologie est donc stratégique dans le pilotage industriel.

Depuis quelques années, les entreprises prennent conscience qu'une bonne maîtrise de la métrologie, en l'occurrence des processus de mesure et du pilotage du système de management de la mesure, peut améliorer leur efficacité en permettant notamment de réduire les coûts. A l'inverse, négliger la qualité des mesures, mal estimer ses incertitudes, ne pas étalonner ses instruments et ne pas maîtriser ses intervalles d'étalonnage présente un risque qui peut faire perdre beaucoup d'argent.

Ceci concerne aussi bien les laboratoires prestataires de mesure que les laboratoires internes d'entreprises, dans tous les secteurs d'activités : santé, pharmaceutique, environnement, chimie, pétrochimie.

A titre d'exemple, dans les domaines pétroliers, la viscosité est d'une grande importance pour l'estimation des conditions de stockage, de manipulation et d'utilisation. Ainsi, la détermination précise de la viscosité est essentielle pour un bon nombre de spécifications de produits.

Il est donc reconnu aujourd'hui que la fonction métrologie permet aux fabricants de tous types de produits de maîtriser tous les processus mis en œuvre, de prendre des décisions pertinentes et d'améliorer la qualité des mesures effectuées sur leurs produits au sein de leurs propres laboratoires internes de contrôle et d'essais.

1.2. Généralités sur la métrologie

La métrologie est la science des mesures et ses applications. Elle est aujourd'hui peu connue dans notre pays et doit renforcer, par son appui la visibilité [1].

Pour mieux connaître cette discipline, il est important de se rappeler des termes qui nous sont plus familiers : étalon et étalonnage. Le vocabulaire international de la métrologie regroupe ces deux termes de plus de : vérification, justesse, précision, traçabilité, incertitude,....etc.

Par définition, un étalon est une référence, avec une valeur et une incertitude, à laquelle on se compare pour établir la justesse et la traçabilité de ses résultats. Plus l'incertitude de l'étalon est faible, meilleure est sa qualité.

Par ailleurs, un étalonnage est la comparaison des valeurs d'un instrument de mesure à celles d'un étalon, en associant les incertitudes. Cette comparaison permet d'estimer la justesse de l'instrument. Les valeurs obtenues par un étalonnage sont consignées dans un « certificat d'étalonnage ». Un étalonnage peut être réalisé à plusieurs points de l'étendue de mesure de l'équipement à étalonner. On obtient ainsi une courbe d'étalonnage.

La métrologie s'inscrit donc, dans un processus d'assurance qualité et de fiabilité. Les processus de mesure doivent être dimensionnés au plus juste, et la fonction Métrologie pilotée avec la plus grande attention.

1.2.1. Caractéristiques de la métrologie

Il existe deux importants caractères spécifiques à la métrologie [2] :

a. **La rigueur et le doute**

Cette spécification comprend :

- Une Enquête minutieuse pour déterminer tous les paramètres qui peuvent influencer la mesure.
- L'ordre de la méthode : toute opération de métrologie doit être écrite dans une procédure d'étalonnage ou de vérification. Pour comparer des étalonnages successifs, il est indispensable de répéter les opérations de manière rigoureusement identique.
- L'aptitude à douter : ce trait de caractère conduit à répéter les mesures dans des conditions différentes (conditions de reproductibilité).

- Le sens de l'observation : la connaissance des mesures permet au métrologue de repérer très vite un paramètre qui pourrait perturber la mesure. Par exemple : un montage mal réalisé, une température ambiante insensé, la présence de poussière ...etc.
- L'honnêteté : le métrologue à souvent la responsabilité de signer une série de résultats de mesure sous forme de certificat d'étalonnage ou de constat de vérification. Son honnêteté lui imposera de ne transcrire que les valeurs qu'il aura relevées sans modification ou adaptation qui pourrait satisfaire à une demande client pour rendre le produit conforme à une spécification

b. L'universalité de la mesure

Pour assurer la validité des mesures, tous les laboratoires nationaux procèdent à des comparaisons de leurs références avec leurs homologues étrangers, afin de garantir la cohérence et l'universalité de mesures à grande échelle [3].

1.2.2. Types de la métrologie

Dans un souci d'amélioration de la qualité des mesures effectuées sur leurs produits et de réduction des coûts, les entreprises prennent conscience de l'intérêt crucial des processus de vérification des mesures.

La métrologie intervient dans de nombreux domaines pour la fabrication de tous types de produits pour permettre aux entreprises de proposer une meilleure maîtrise des processus et systèmes mis en œuvre, de pouvoir prendre des décisions pertinentes et d'améliorer sans cesse la qualité des produits au sein de leurs propres laboratoires de contrôles et d'essais.

Nous rencontrons trois types de métrologies [4] :

a. La métrologie scientifique

La métrologie scientifique vise à créer, développer et entretenir des étalons de haut niveau métrologique conformément aux définitions du système international des unités (SI). Ce domaine comporte une part importante de la recherche fondamentale appliquée vers la réalisation et l'amélioration de techniques de mesure ou d'étalons.

À noter que, les industriels ne sont pas directement concernés par la métrologie scientifique.

b. La métrologie légale

La métrologie légale concerne la métrologie liée aux mesures répondant à des exigences réglementaires connues. Toute entreprise industrielle utilise un système de contrôle métrologique au sein de ses processus de contrôle de mesures. Les règles et les lois sont fixées par l'état dont le but est de garantir que ces derniers sont appliquées et respectées. La métrologie légale s'applique aussi aux individus et aux administrations.

c. La métrologie industrielle

Elle a pour mission d'assurer la fiabilité des résultats de mesure utilisés pour élaborer, analyser et maintenir un processus de production. La métrologie industrielle adopte une approche axée sur la production, où les Erreurs Maximales Tolérées (EMT), les périodes de contrôle, les procédures et les étiquetages sont à la charge de l'entreprise. Il est essentiel de maîtriser les processus de mesure (métrologie) dans une démarche qualité de type ISO 9001 (norme de management de la qualité) ou similaire.

Pour notre cas d'étude, la métrologie scientifique et la métrologie industrielle sont les deux axes de la métrologie décrits dans le travail qui suit [4].

1.2.3. Activités de la métrologie

Bien mesurer pour bien décider.

Les mesures et les essais sont des valeurs qui garantissent la qualité des opérations industrielles. Cela englobe les exigences en matière de suivi et inclut les besoins en termes de traçabilité, qui deviennent aussi importants que la mesure elle-même. La reconnaissance des compétences en métrologie, à chaque niveau de la chaîne de traçabilité, peut être établie par des accords ou arrangements de reconnaissance mutuelle et à travers l'accréditation et la revue par pairs [5].

1.2.4. L'accréditation des laboratoires d'étalonnage

L'accréditation en laboratoire est une démarche incontournable pour les établissements qui aspirent à l'excellence, à la qualité, et à la confiance. Elle représente un gage de compétence technique, de conformité aux normes et de sérieux dans la réalisation d'analyses et d'essais. L'accréditation vise à garantir la cohérence du système dans son ensemble (depuis les étalonnages jusqu'à la certification des produits) et à établir la confiance du marché dans les services fournis sous cette forme d'accréditation [6].

Le label qualité est décerné aux laboratoires de métrologie par les organismes d'accréditation des différents pays (Algérie Accréditation : ALGERAC en Algérie et Comité Français d'Accréditation : COFRAC en France).

Tous les laboratoires d'essais et/ou d'étalonnage et les organismes d'inspections techniques, publics, semi-publics ou privés sans distinction de statut, qu'ils offrent des prestations à des tiers ou qu'ils n'œuvrent que pour les besoins de leur propre entreprise, peuvent demander à être accrédités [7].

- **En matière d'essai** : l'accréditation peut concerner des laboratoires procédant à l'analyse d'agents chimiques, à la détermination de profils nutritionnels et la recherche de contaminants dans les denrées alimentaires, à des mesures de champs électromagnétiques in situ et à des essais mécaniques sur des matériaux métalliques.
- **En matière d'étalonnage** : l'accréditation reconnaît l'aptitude d'un laboratoire à effectuer des étalonnages ou des vérifications métrologiques dans un domaine défini et avec des incertitudes spécifiées [8].

1.2.4.1. Accréditation et certification

L'accréditation concerne uniquement les entreprises qui réalisent des prestations de contrôle, dès lors qu'elles souhaitent faire reconnaître leurs compétences techniques en la matière. Elle s'adresse donc aux laboratoires d'essais et d'étalonnages, aux organismes de vérification, aux organisateurs de comparaisons inter laboratoires, aux producteurs de matériaux de référence, aux laboratoires de biologie médicale et aux organismes d'inspection, de certification ou de qualification. L'accréditation ne s'applique pas aux produits, personnes, ou installations.

Par ailleurs, la certification permet d'établir, au regard d'exigences spécifiées, la conformité de produits et de services (agriculture biologique, label rouge, marque NF, PEFC, etc.), de systèmes de management (ISO 9001, ISO 14001, ISO/IEC 27001, etc.), ou de personne (auditeurs, diagnostiqueurs immobiliers, etc.). Toutes les entreprises sont donc susceptibles de faire appel à une certification [8].

1.2.5. La fidélité

La fidélité est la capacité d'un instrument à donner des mesures répétables, c'est-à-dire que les erreurs sont faibles. On utilise souvent l'écart-type comme étant l'erreur de fidélité. La

fidélité recouvre la répétabilité et la reproductibilité en passant par des fidélités intermédiaires. En effet de nombreux facteurs différents peuvent contribuer à augmenter la variabilité des résultats d'essais tels que l'intervalle de temps entre les mesures, l'opérateur, l'appareil utilisé et l'environnement. Ces intervalles de mesure conduisent à l'estimation d'une valeur intermédiaire de fidélité (voir la norme NF ISO 5725-3) [9].

Dans le cadre de la norme ISO 5725, la qualité d'une méthode d'essai s'apprécie au moyen de son exactitude : la justesse et la fidélité [10].

La figure 1.1 illustre le concept de la fidélité

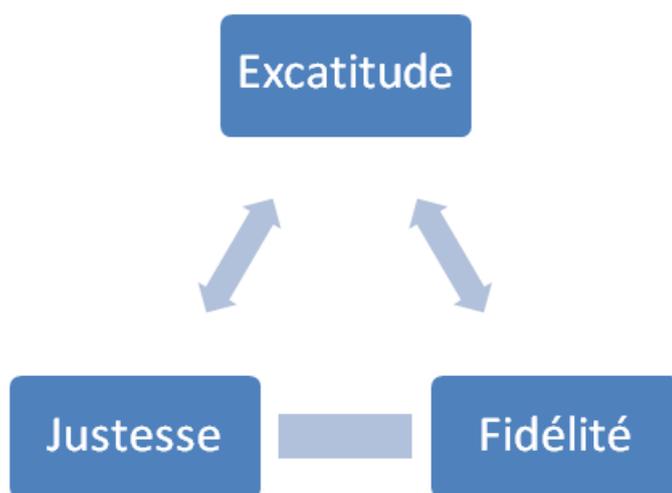


Figure 1.1. Concept de la fidélité.

1.2.5.1. Les deux extrêmes de la fidélité

Les deux extrêmes de la fidélité sont la répétabilité et la reproductibilité. Par définition [11].

- a) **La répétabilité (des résultats de mesurage) :** La répétabilité d'une mesure est l'étroitesse de l'accord entre les résultats des mesurages successifs (dans un court espace de temps) effectués avec l'application des mêmes conditions de mesure. Ces conditions sont appelées conditions de répétabilité.
- b) **La reproductibilité (des résultats de mesurage) :** La reproductibilité d'une mesure est l'étroitesse de l'accord entre les résultats des mesurages effectués en faisant varier les conditions de mesure et espacée dans le temps, donc dans des conditions qui peuvent être expérimentalement légèrement différentes.

Le tableau 1.1 présente une comparaison entre la répétabilité et la reproductibilité [12].

Tableau 1.1. Comparaison entre la répétabilité et la reproductibilité.

Répétabilité	Reproductibilité
Essai (intra laboratoire)	Essais (inter laboratoires)
<ul style="list-style-type: none"> - Même laboratoire - Même opérateurs - Même matériel - Même méthode - Pièce ou échantillons identiques - Court intervalle de temps 	<ul style="list-style-type: none"> - Laboratoires différents - Opérateurs différents - Matériels différents - Même méthode - Pièces ou échantillons identiques - Délais variables

1.2.5.2. Utilisation de la fidélité des essais inter laboratoires [10].

a) **Le laboratoire a participé à un essai (inter)**

En cas de participation du laboratoire à la campagne d'essai inter laboratoires et de résultats non confirmés, le laboratoire peut affirmer que les valeurs de fidélité déterminées dans le cadre de l'essai inter laboratoire ne diffèrent pas significativement de celles annoncées par les autres participants, ce qui permet d'évaluer son incertitude.

b) **Le laboratoire n'a pas participé à un essai (intra)**

L'incertitude de son résultat peut être évaluée par le laboratoire qui n'a pas participé à la campagne d'essai inter laboratoire en se basant sur la fidélité d'une méthode d'essai. Cependant, il est nécessaire qu'il démontre qu'il utilise la même méthode d'essai et qu'il maîtrise son processus de mesure ou d'essai par rapport à la normalisation.

1.3. Evaluation des incertitudes de mesure.

Mesurer une grandeur n'est pas simplement rechercher la valeur de cette grandeur mais aussi lui associer une incertitude afin de pouvoir qualifier la qualité de la mesure [13].

Cette incertitude est associée aux erreurs de mesures qui peuvent être dues à l'instrument de mesure, à l'opérateur ou à la variabilité de la grandeur mesurée. L'incertitude de mesure est la valeur qui caractérise la dispersion des valeurs qui peuvent être attribuées à la grandeur mesurée. On la note u .

On distingue deux types d'erreurs de mesures :

1) L'erreur de mesure aléatoire

Lorsqu'un même opérateur répète plusieurs fois, dans les mêmes conditions, le mesurage d'une même grandeur, les valeurs mesurées peuvent être différentes. On parle alors d'erreur de mesure aléatoire. L'incertitude associée est une incertitude de répétabilité dite de type A. L'erreur aléatoire propose trois catégories :

- Les erreurs d'influence: des conditions ambiantes non-contrôlées peuvent influencer la mesure; par exemple, la température affecte la mesure de nombreuses grandeurs: longueur, volume, résistance, ...
- Les erreurs de manipulation: erreurs causées inconsciemment par le manipulateur (ajustement du ménisque d'une pipette, utilisation d'une sonde, etc.)
- Les erreurs instrumentales : erreurs causées par l'imprécision de l'instrument due aux limitations dans la résolution, la répétabilité ou encore dans la linéarité de la mesure.

2) L'erreur systématique

Lors d'une mesure unique, la précision de l'appareil de mesure, la façon dont il est utilisé et la qualité du mesurage sont à prendre en compte : l'erreur correspondante est l'erreur systématique et l'incertitude associée est dite de type B.

Les erreurs systématiques peuvent être classées au sein de deux catégories :

- Les erreurs méthodologiques: causées par la méthode de mesure utilisée.
- Les erreurs d'étalonnage et de calibrage: les appareils de mesure ont été mal étalonnés ou calibrés avant la prise de mesure.

L'incertitude du résultat d'un mesurage reflète l'impossibilité de connaître exactement la valeur du mesurande. Le résultat d'un mesurage après correction des effets systématiques reconnus, reste encore seulement une estimation de la valeur du mesurande en raison de l'incertitude provenant des effets aléatoires et de la correction imparfaite du résultat pour les effets systématiques.

1.3.1. Concept d'incertitude

L'incertitude est un concept relativement récent dans l'histoire de la mesure (Bureau International des Poids et Mesures (BIPM)/Recommandation INC-1980), même si on a longtemps utilisé le calcul d'erreur dans les laboratoires (en utilisant une combinaison linéaire d'erreurs maximales relatives).

Dans cette optique, il est important de distinguer clairement les notions d'erreur et d'incertitude. Il est maintenant admis que lorsque l'on a évalué l'ensemble des éléments de l'erreur. Il reste encore une incertitude $\pm U$ sur la validité du résultat annoncé y du mesurant Y , c'est-à-dire un doute sur la façon dont le résultat de mesure représente correctement la valeur de la grandeur mesurée. Cette incertitude est connue ou soupçonnée et a été appliquée. Effectivement, il est impossible de connaître précisément les erreurs. Les ajustements sont effectués de manière optimale, mais ne sont pas parfaits.

Un intervalle $[y - U, y + U]$ est défini par cette incertitude $\pm U$, qui correspond aux valeurs qui peuvent raisonnablement être attribuées au mesurant Y [14].

1.3.2. Méthode de calcul des incertitudes

Il existe plusieurs méthodes pour évaluer l'incertitude liée à un résultat de métrologie, de calibration, de test ou d'analyse. On distingue généralement ces méthodologies par l'origine des données qu'elles exploitent [15].

- **Méthodologie intra-organisme** : lorsque les données sont accessibles au sein de l'organisme lui-même (carte de contrôle, plan d'expérience)
- **Méthodologie inter-organisme** : lorsque les données sont externes à l'organisme (comparaison entre les laboratoires).

1.3.3. Démarche pour l'estimation, l'expression et l'utilisation de l'incertitude des mesures et des résultats d'essais

La démarche proposée comporte cinq phases essentielles [16] :

- Expression du besoin de mesure ou d'essai ;
- Choix des ressources ;
- Processus de mesure ou d'essai ;
- Analyse et exploitation des résultats ;
- Décision.

1.3.4. Les sources d'incertitude potentielles dans un processus de mesure

Il existe dans la pratique de nombreuses causes possibles à l'origine de l'erreur de mesure, (tiré du Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure édité par l'Organisation Internationale de Normalisation) comprenant :

- Définition incomplète du mesurande ;
- Réalisation imparfaite de la définition du mesurande ;
- Echantillonnage non représentatif (l'échantillon mesuré peut ne pas représenter le mesurande défini) ;
- Connaissance insuffisante des effets des conditions d'environnement sur le mesurage ou mesurage imparfait des conditions d'environnement ;
- Biais dû à l'observateur pour la lecture des instruments analogiques;
- Résolution finie de l'instrument ou seuil de mobilité ;
- Valeurs inexactes des étalons et matériaux de référence ;
- Valeurs inexactes des constants et autres paramètres obtenus de sources extérieures et utilisés dans l'algorithme de traitement des données ;
- Approximations et hypothèses introduites dans la méthode et dans la procédure de mesure ;
- Variations entre les observations répétées du mesurande dans des conditions apparemment identiques.

Ces erreurs affectent directement l'exactitude du mesurage et, dans la plupart des cas, peuvent être corrigées si on est capable d'en quantifier l'effet. Cependant, ces corrections sont rarement parfaites [10].

1.3.5. Evaluation des incertitudes

Un laboratoire d'étalonnages ou un laboratoire d'essais procédant à ses propres étalonnages doit :

- Disposer d'une procédure, qu'il doit appliquer pour estimer l'incertitude de mesure de tous les étalonnages et de tous les types d'étalonnage ;
- Posséder et appliquer des procédures pour estimer.

Dans certains cas, la nature de la méthode d'essai exclut un calcul rigoureux, métrologiquement et statistiquement valable, de l'incertitude de mesure. Dans de tels cas, le

laboratoire doit au moins tenter d'identifier toutes les composantes de l'incertitude et faire une estimation raisonnable, tout en assurant que la manière d'en rendre compte ne donne pas une impression erronée de l'incertitude. Une estimation raisonnable doit se baser sur une connaissance de la performance de la méthode et sur le domaine de la mesure et faire appel, par exemple, à l'expérience acquise et aux données de validation antérieures [17].

L'évaluation de l'incertitude n'est jamais une tâche de routine ni une opération purement mathématique. Elle dépend de la connaissance détaillée du mesurande et du mesurage. La qualité et l'utilité de l'incertitude fournie pour le résultat d'un mesurage dépendent, en fin de compte, de la compréhension, de l'analyse critique et de l'intégrité de ceux qui contribuent à son évaluation [18].

Selon la norme [NF X07-020 96] Il existe deux manières de déterminer l'incertitude du résultat d'un mesurage; on parle d'**évaluation de type A** ou d'**évaluation de type B** [19].

Par extrapolation, on parle souvent d'incertitude de type A et d'incertitude de type B, mais ceci ne doit pas laisser penser qu'il s'agit de deux incertitudes différentes. Il s'agit en fait de deux façons d'estimer l'incertitude du résultat d'un mesurage [20].

Dans notre travail, la méthode retenue est celle de type A.

a. Evaluation de Type A (d'incertitude) :

L'évaluation de type A correspond à une méthode d'évaluation de l'incertitude par l'analyse statistique de séries d'observations. La méthode de Type A est utilisée pour :

- Quantifier les incertitudes de répétabilité des résultats des mesurages.
- Donner une estimation pour une grandeur d'entrée ainsi que son incertitude à partir d'une série de n mesurages.

b. Evaluation de Type B (d'incertitude)

L'évaluation de type B correspond à une méthode d'évaluation de l'incertitude par des moyens autres que l'analyse statistique de séries d'observations. Les incertitudes déterminées à l'aide de la méthode de Type B sont parfois difficiles à quantifier, Elles sont intimement

liées à la maîtrise du processus de mesure et à l'expérience de l'opérateur. Ces incertitudes peuvent notamment être déterminées à partir :

- Des documentations constructrices,
- Des résultats de mesures antérieurs,
- De l'expérience ou la connaissance générale du comportement et des propriétés des matériaux et instruments utilisés,
- Du résultat d'étalonnage ou de vérification,
- Des facteurs d'influence (température, pression, hygrométrie...),
- De l'incertitude assignée à des valeurs de référence provenant d'ouvrages et manuels.

A noter qu'une évaluation de Type B de l'incertitude peut être aussi fiable qu'une évaluation de Type A, notamment dans une situation de mesure où une évaluation de Type A est fondée sur un nombre relativement faible d'observations statistiquement indépendantes.

L'objectif de la classification en Type A et en Type B est d'indiquer les deux différentes manières d'évaluer les composantes de l'incertitude. Elle n'a pour but que de clarifier la présentation; cette classification ne signifie pas qu'il existe une différence quelconque de nature entre les composantes résultant des deux types d'évaluation.

Les deux types d'évaluation sont fondés sur des lois de probabilités et les composantes de l'incertitude résultant de l'un comme de l'autre type sont quantifiées par des variances ou des écarts-types [20].

1.3.6. La carte de contrôle

C'est une représentation graphique, qui permet de suivre l'évolution des résultats pour une méthode d'analyse donnée.

La carte de contrôle est un outil de contrôle de qualité afin de maîtriser statistiquement les procédés de fabrication à titre d'exemple. Elle permet d'améliorer la qualité et la productivité en augmentant la rapidité de correction d'un dérèglement et en réduisant la quantité de produits non conformes fabriqués, ce qui permet d'éviter des ajustements de processus inutiles et souvent coûteux en raison des phénomènes d'oscillation qu'ils engendrent.

Les cartes de contrôle les plus utilisées sont les cartes de contrôle par mesure de la moyenne et de l'étendue. Ces cartes sont établies ensemble et interprétées ensemble. En effet, la distribution des dimensions fabriquées modélisées par une loi normale est caractérisée par

la moyenne et la dispersion (écart type) [21]. On adopte la moyenne comme caractéristique de tendance centrale (Carte \bar{m}). Pour la dispersion, on choisit les cartes de l'étendue (Cartes R).

L'utilisation la plus évidente des cartes de contrôle, celle qui découle du sens du mot anglais «control», est la maîtrise du processus, c'est-à-dire la décision d'actions correctives lorsqu'une déviation est détectée sur la carte en dehors des limites.

Une autre utilisation, concerne la connaissance et l'amélioration du processus (identification des facteurs influents, diminution progressive de la dispersion du processus). L'analyse a posteriori des cartes permet de traiter statistiquement des ensembles d'informations et de ce fait d'engager des actions d'amélioration. Cette outil est aussi très intéressant pour le suivi métrologique des instruments (ou chaînes) de mesure comme dans le cas de notre étude [22].

1.4. Généralités concernant l'étalonnage des moyens de mesure

1.4.1. Modalité d'un étalonnage

Pour effectuer un étalonnage, les conditions suivantes doivent être satisfaites [23] :

- Personnel possédant la formation générale, les connaissances techniques et l'expérience nécessaires pour les fonctions qui lui sont assignées ;
- Conditions d'environnement devant être autant que possible adaptées à l'incertitude de mesure recherchée.
- Une surveillance continue des grandeurs, pouvant avoir une influence sur le résultat des mesures, doit être effectuée et les facteurs de correction correspondant à ces grandeurs doivent être appliqués à ces résultats de mesure ou inclus dans l'estimation de l'incertitude de mesure ;
- Utilisation de moyens d'étalonnage dont le raccordement aux étalons nationaux ou internationaux, lorsque ceux-ci existent, peut être prouvé ;
- Adéquation, du domaine de mesure, des incertitudes de mesure, des méthodes et des moyens mis en œuvre par le laboratoire d'étalonnage, au moyen de mesures soumis à l'étalonnage ;
- Absence de défauts apparents du moyen de mesure étalonné tels que, par exemple, une instabilité excessive pouvant avoir une influence, non négligeable, sur le résultat des mesures.

1.4.2. Procédure d'étalonnage

Une procédure d'étalonnage relative au type du moyen de mesure concerné, ou à la grandeur mesurée doit figurer. Cette procédure identifiée, mise à la disposition des opérateurs, comprend les informations préconisées par le fascicule de documentation FD X 07-016. Elle est consultable par le client ou le demandeur de l'étalonnage [23].

1.5. Généralités sur les carburants

On appelle « carburants » les substances dont la combustion permet le fonctionnement des moteurs thermiques. L'énergie chimique contenue dans le carburant est donc destinée à être convertie en énergie mécanique.

Il existe trois types de carburants [24] :

- Carburants Terre : Le Gasoil, les essences.
- Carburants Aviation : Le kérosène (Jet A1), l'essence AVGAS 100LL.
- Carburants Marine: Les Fuel-oils, Le Gasoil Marin.

Le tableau ci-dessous présente les carburants les plus utilisés ainsi que leur utilisation et consommation annuelle en Algérie.

Tableau 1.2. Les carburants les plus utilisés ainsi que leur utilisation et consommation en Algérie (2016) [25].

Carburant	Moteur	Consommation en Algérie (Mt)
Essence	Moteur à pistons : voitures particulières	4,26 Mt
Gazole	Moteur à pistons (diesel) : voitures particulières, véhicules de transport routier	10,32 Mt
Carburéacteur (« kérosène »)	Moteur à réaction : avions	----
Carburants lourds (fiouls lourds)	Moteur à pistons (diesel) : navires de moyen ou fort tonnage	----

1.5.1. Origine des carburants

Les carburants classiques proviennent du [24]:

- Pétrole , Celui-ci subit des opérations de raffinage très poussées pour obtenir plusieurs types de produits destinés à usage domestique ou à alimenter les véhicules, depuis les voitures particulières jusqu'aux avions et navires :essences, gazole, kérosène, carburants lourds.
- Biomasse, Elle permet d'obtenir des "biocarburants" comme le bioéthanol et le biodiesel. S'ils sont pour l'instant peu compétitifs par rapport aux carburants issus de la filière pétrole, ils présentent l'avantage d'exploiter des ressources renouvelables, contrairement aux combustibles fossiles (pétrole, gaz naturel et charbon).

1.5.2. Le gasoil

Le tableau 1.3 résume les caractéristiques spécifiques du Gasoil.

Tableau 1.3. Caractéristiques spécifiques du Gasoil [26].

Caractéristique		Unité	Norme Na	Norme astm	Limites	
					min	max
Couleur ASTM		-	NA 1145	D 1500	-	2.5
Densité à 15°C		-	NA 417	D 1298	0.810	0.860
Viscosité cinématique à 40°C		Cst	2-9			
Point d'éclair Pensky Martens		°C	NA 2658	D 93-A	55	-
Point d'écoulement	Hiver 01/11 au 31/03	°C	NA 2660	D 97	-	-12
	Eté 01/04 au 31/10				-	-7
Viscosité cinématique à 20 c		CST	NA 1443	D 445	-	9.0
Teneur en Cendres		% masse	NA 1660	D 482	TND	
Teneur en eau		% volume	NA 421	D 95	TND	
Teneur en Soufre Total		% masse	NA 11046	D 4294	-	0.25
Distillation	65% VOL	0C	NA 1445	D 86	250.0	-
	90% VOL				-	350.0
	Point final				-	390.0
Indice de cétane		-	NA 8117	D 976	48	-

La coupe gasoil est un mélange d'hydrocarbures, utilisée comme carburant dans les moteurs Diesel des voitures particulières et des véhicules utilitaires, de la camionnette légère au poids lourd de 38 tonnes, et distillant habituellement entre 190 °C et 300 °C. Son point d'éclair est toujours supérieur à 50 et sa densité supérieure à 0,82

La recherche de critères de qualité pertinents peut être difficile en raison de la variété des usages. Cependant, dans chaque situation, ce sera généralement le type d'application le plus exigeant, en particulier la voiture particulière, qui déterminera les spécifications du carburant [27].

Les publicitaires utilisent souvent par extension le mot "diesel" d'usage incorrect. Ce terme désignant en fait le nom du moteur inventé par Rudolf Diesel pour lequel les normes actuelles et le fisc français imposent comme carburant routier.

Chapitre 2

Partie expérimentale

L'accréditation des laboratoires est l'une des obligations de la norme iso 17025. En matière d'étalonnage, le calcul des incertitudes est une démarche qui permet de reconnaître l'accréditation et l'aptitude d'un laboratoire à effectuer des étalonnages ou des vérifications métrologiques dans un domaine bien défini.

En Algérie, et dans le domaine des hydrocarbures l'accréditation des laboratoires commence à être plus répandue. Dans ce domaine, il est difficile d'accréditer tous les laboratoires vu que cette démarche est couteuse et prend beaucoup de temps. L'alternative mise en place est de cibler les portées d'accréditation (les paramètres). Le paramètre choisi pour notre étude est la viscosité.

Pour ce faire, nous avons effectué des tests de viscosité sur un carburant qui est le gasoil sur un intervalle de temps de 30 jours avec le même opérateur, viscosimètre et bain de viscosité. Onze jours ont été sélectionnés pour notre étude (voir annexe A Tableau A1). Par la suite nous nous sommes focalisés sur le calcul de tests statistiques à savoir : le test de **SHAPIRO-WILK**, le test de **COCHRAN** et le test de **GRUBBS**. Enfin une carte de contrôle a été élaborée.

Au cours de ce chapitre nous commençons par une courte présentation de l'entreprise NAFTAL, par la suite nous présentons les caractéristiques des appareillages utilisés, le protocole de travail et le principe essentiel des différents tests statistiques effectués.

1.1.Présentation de l'entreprise Naftal

NAFTAL est une société nationale (filiale de SONATRACH). Sa mission réside dans la distribution et la commercialisation des produits pétroliers sur le marché national en plus du contrôle de qualité des carburants provenant de la raffinerie d'Alger.

Ces produits pétroliers sont divisés en quatre groupes [28] :

- Les carburants

Les essences, normale, super et essence sans plomb, le gasoil, fuel, kérosène, carburacteur jet Al, essence aviation, fuel oil BTS, white spirit.

- Les Gaz

Butane, propane, gaz de pétrole liquéfié (GPL)

- Les Huiles et les Graisses
 - Huiles pour moteurs essence ou diesel.
 - Huiles de transport, huiles spécial auto.
 - Huiles industrielles
 - Différents graisses à usages multiples
- Les Goudrons et produits aromatiques: goudron oxydé, produits aromatiques.
- Les produits caoutchoucs
- Pneus etc.

NAFTAL possède des centres de stockage dans plusieurs endroits du pays, l'un d'eux est situé dans la wilaya de Blida à Cheffa lieu de notre stage.

2.1. La viscosité

La viscosité est une propriété physique très utilisée en chimie. Selon ASTM D-445, IP 71 (l'American Society for Testing and Materials) la viscosité est définie comme une mesure de la résistance à l'écoulement. Elle est généralement mesurée en enregistrant le temps nécessaire pour qu'un volume donné à une température constante, s'écoule à travers un petit orifice de dimensions standard [29].

Le principe de cette méthode repose sur la détermination de la viscosité cinématique en mesurant le temps d'écoulement d'un volume spécifique de gasoil dans un tube capillaire calibré dans des conditions normalisées [30].

Cette caractéristique peut être obtenue par différents moyens de mesure. Nous citerons ici :

- Les rhéomètres de type COUETTE , sont des systèmes tournants où le produit est placé entre les deux parties concentriques ou superposées du moyen de mesure, l'une étant fixe et l'autre mobile.
- Les rhéomètres capillaires utilisés pour déterminer la viscosité des polymères à l'état fondu nécessitent la connaissance de la géométrie des capillaires (diamètres de 1mm à 2 mm sur 3 cm à 5cm de longueur) mais aussi de la rugosité de l'état de surface (quelques nanomètres).

Pour les deux moyens de mesure cités, l'utilisation d'huile de référence ne permet pas une réponse complète au problème posé car la mouillabilité et le comportement rhéologique du produit à mesurer ne sont pas les mêmes que ceux de l'huile utilisée [31].

Dans le cas de produits pétroliers le bon fonctionnement des appareils dépend de l'utilisation d'un liquide d'une viscosité appropriée. De plus, la viscosité de beaucoup de produits pétroliers est importante pour l'estimation des conditions optimales de stockage, de manipulation et d'utilisation. Ainsi, la détermination précise de la viscosité est essentielle pour un bon nombre de spécifications de produit.

La viscosité cinématique moyenne, V , en mm^2/s est calculée à partir de l'équation suivante :

$$V = C \times t$$

Avec :

V : la viscosité cinématique, en millimètres carrés par seconde (mm^2/s).

C : la constante d'étalonnage du viscosimètre, en millimètres carrés par seconde carrés (mm^2/s^2).

t : le temps d'écoulement, en secondes (s).

2.2. Le Matériel utilisé

Pour la réalisation de notre travail, nous avons utilisé (figure 2.1.) : le matériel suivant :

- Un viscosimètre à capillaire ;
- Un support de viscosimètre ;
- Un bain thermostat à 40°C ;
- Un thermomètre de précision ;
- Une pompe à vide et un chronomètre.

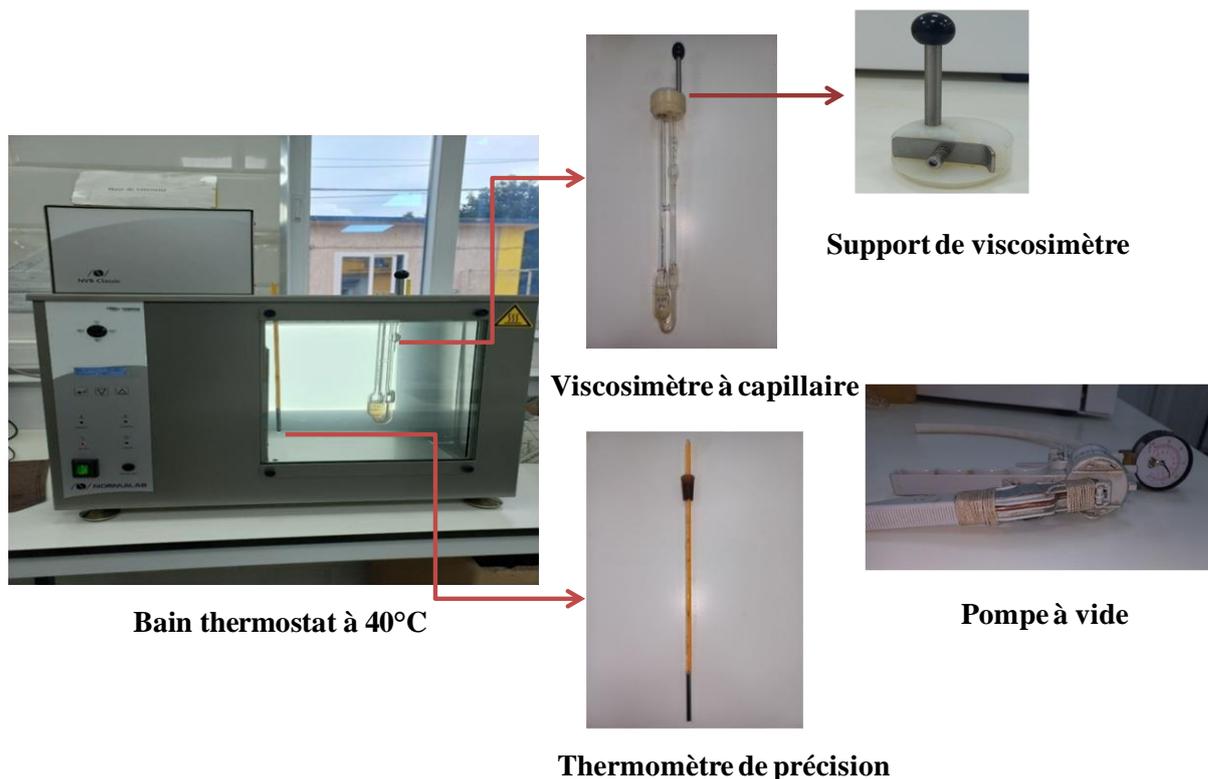


Figure 2.1. Matériels utilisés pour l'étude expérimentale.

2.4. Les caractéristiques des appareillages utilisés

- Viscosimètre, à capillaire, en verre, étalonné et permettant de mesurer la viscosité cinématique à la température 40°C.
- Support de viscosimètre, permettant de maintenir en position verticale dans tous les sens tous les viscosimètres dont le ménisque supérieur se situe rigoureusement au-dessus du ménisque inférieur. Les viscosimètres dont le ménisque supérieur présente un décalage par rapport au ménisque inférieur doivent être suspendus verticalement avec une précision de 0,3° dans tous les sens (selon la norme ISO 3105).
- Bain thermostat, contenant un liquide transparent d'une profondeur suffisante pour que, lors de la mesure, aucune partie de l'échantillon ne se trouve à moins de 20 mm au-dessous de la surface du liquide du bain ou à moins de 20 mm au-dessus du fond du bain.
- Dispositif de mesure de la température, dans l'intervalle 0 °C à 100 °C, soit des thermomètres étalonnés en verre et à liquide d'une précision minimale après correction

de $\pm 0,02$ °C, soit tout autre dispositif thermométrique de précision équivalente ou supérieure.

→ Dispositif de mesure du temps (chronomètre), ayant une sensibilité minimale de 0,1 s, et une précision de $\pm 0,07\%$ relatifs lorsqu'il est contrôlé sur des intervalles de 200 s et de 900 s.

2.5. Étalonnage et vérification

L'étalonnage des viscosimètres conformément au mode opératoire du laboratoire se fait en utilisant une huile d'étalonnage certifiée. Si la viscosité cinématique mesurée ne correspond pas, à $\pm 0,35\%$ relatifs, à la valeur de référence, chaque étape du mode opératoire doit être vérifiée, y compris l'étalonnage du thermomètre afin de localiser la source de cette anomalie.

2.6. Produit utilisé

- Gasoil : date de prélèvement 15/02/24.
- Numéro 130.

2.7. Le protocole opératoire

1. Ajuster et maintenir le bain du viscosimètre à la température 40°C. Le thermomètre doit être maintenu en position verticale dans les mêmes conditions d'immersion que celles mises en œuvre lors de leur étalonnage.
2. Choisir un viscosimètre propre, sec, étalonné, ayant une échelle qui encadre la viscosité cinématique supposée (c'est-à-dire un capillaire assez large pour un liquide très visqueux et un capillaire plus fin pour un liquide plus fluide). Le temps d'écoulement ne doit pas être inférieur à 200s ou au temps plus long, indiqué dans l'ISO 3105.
3. Lorsque la température de l'essai est inférieure au point de rosée, adapter les tubes dessiccateurs partiellement remplis aux extrémités ouvertes du viscosimètre. Les tubes dessiccateurs doivent correspondre au type de viscosimètre et ne pas entraver l'écoulement de l'échantillon soumis à l'essai par des pressions créées dans l'appareil.
4. Avec précaution, évacuer l'air humide ambiant du viscosimètre avec une aspiration adéquate au niveau de l'un des tubes dessiccateurs. Enfin, placer le viscosimètre dans le bain.

À noter que, les viscosimètres doivent être soumis fréquemment à des contrôles d'étalonnage.

2.8. Identification des facteurs d'influences

L'analyse du processus de mesure peut être réalisé à l'aide d'un diagramme d'Ishikawa selon la méthode des 5M (matériel, milieu, matériau, main d'œuvre et méthode). La méthode des 5M qui influent sur la fidélité et la justesse présentés dans la figure 2.2.

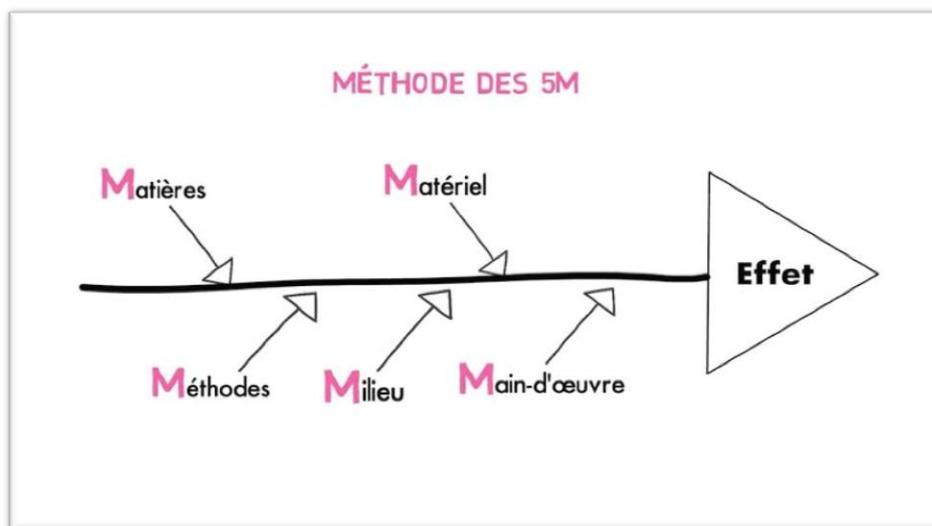


Figure 2.2. Diagramme d'analyse des causes d'erreurs dans un processus de mesure.

2.9. Calculs effectués

2.9.1. La moyenne arithmétique

La moyenne arithmétique correspond au total des valeurs observées divisé par le nombre de valeurs. Elle se calcule par une formule qui est donnée par l'expression [FD X 07-021, p18]

$$\bar{y}_i = \frac{1}{n_i} \sum_{j=1}^{n_i} y_{ij}$$

2.9.2. Estimation de l'écart type de répétabilité intra-laboratoire (fidélité)

Cette estimation peut être obtenue en réalisant un nombre d'essai suffisant pour avoir un degré de liberté $V_w \geq 15$ sous des conditions de répétabilité : donc (n) essais sont effectués pendant p jours sous des conditions de répétabilité.

Avec : $V_w = p(n - 1)$

2.10. Etude de la normalité

L'étude de la normalité permet de tester la distribution des résultats afin d'utiliser valablement les moyennes et les variances calculées.

Deux étapes doivent être effectuées à savoir :

2.10.1. Les tests statistiques

De nombreuses méthodes existent pour estimer des incertitudes de mesure. Mais dans certains métiers présentant des résultats pouvant avoir une dispersion importante, il est préférable de corroborer ses résultats et d'estimer une incertitude plus proche de la réalité.

Un test statistique est une démarche visant à rejeter ou à accepter une hypothèse (qualifiée d'hypothèse nulle) à partir de données collectées auprès d'un échantillon [32].

Les tests considérés pour notre étude sont :

➤ Le test de Shapiro-wilk

Le test de Shapiro-Wilk implique l'hypothèse nulle que la variable ayant généré l'échantillon suit une distribution normale. Pour ce faire, les étapes à suivre sont résumées comme suit :

1. Classer les valeurs des résultats par valeurs croissantes;
2. Calculer Z^2 :

$$Z^2 = \sum (x_i - \bar{x})^2$$

3. Calculer les différences d_i :

$$d_i = x_{n-i+1} - x_i$$

Avec:

$$i = \frac{n}{2} \quad \text{Si } n \text{ est pair,}$$

$$i = \frac{(n-1)}{2} \quad \text{Si } n \text{ est impair}$$

4. Calculer \mathbf{b} :

$$\mathbf{b} = \sum_{i=1}^k \mathbf{a}_i d_i$$

Les valeurs des coefficients \mathbf{a}_i sont en fonction de \mathbf{n} et de \mathbf{i} . (Voir Annexe 1).

5. Calculer W (la statistique de SHAPIRO-WILK) avec 3 décimales par la formule suivante :

$$\mathbf{w} = \frac{\mathbf{b}^2}{\mathbf{z}^2}$$

6. Tester W : L'hypothèse de normalité est acceptée si et seulement si $W \geq W_{0.05}$. La valeur de $W_{0.05}$ est en fonction de n . (Voir Annexe 2).

7. Tests de cohérence: Les tests de cohérence sont basés sur l'hypothèse selon laquelle la même répétabilité est valable pour tous les résultats de sorte qu'il sera possible d'établir un écart type de répétabilité moyen.

➤ Le test de COCHRAN

Le test de COCHRAN est applicable aux variances pour vérifier qu'aucune différence significative n'existe entre elles. Il teste la plus forte valeur d'un ensemble d'écart-types. Il convient de l'appliquer en premier. Le calcul de ce test suit le cheminement ci-dessous :

1. Calculer la statistique du test de COCHRAN C :

$$C = \frac{S_{max}^2}{\sum_{i=1}^p S_i^2}$$

Avec :

S_{max} : écart-type le plus élevé de l'ensemble;

S_i : écart-type du Jour i .

2. Tester la statistique C :

- Si $C \leq 1$ à sa valeur critique au risque de 5%, l'écart type testé est correct;
- Si la valeur critique à 5% $< C \leq$ la valeur critiques à 1% , l'écart type testé est isolé et des investigations doivent être lancées;

- Si $C >$ à sa valeur critique au risque de 1%: l'écart type testé est aberrant. Dans ce cas, les résultats obtenus dans la journée doivent être supprimés et le test est reconduit sur les valeurs restantes.

Les valeurs critiques du test de COCHRAN sont données en annexe 3.

➤ **Le test de GRUBBS**

Il est applicable aux moyennes obtenues des différents jours et aux valeurs individuelles de la même journée. Il existe deux types de ce test :

a. Le test de GRUBBS Simple

il est applicable aux moyennes. Si le test montre que la moyenne extrême d'une cellule est une valeur aberrante. On doit l'exclure et effectuer le test simple de GRUBBS sur la moyenne extrême immédiatement limitrophe à celle exclue sans pour autant appliquer le test double. À cette fin, il faut :

1. Déterminer la moyenne max et min;

Pour déterminer si les moyennes Min et Max présentent des valeurs aberrantes, calculer G_p pour la moyenne max et G_1 pour la moyenne min, à partir des équations suivantes

$$G_p = \frac{(\max \bar{x}_i - \bar{\bar{x}})}{S}$$

$$G_1 = \frac{(\bar{\bar{x}} - \min \bar{x}_i)}{S}$$

Avec :

$$S = \sqrt{\frac{1}{p-1} \sum_{i=1}^p (\bar{x}_i - \bar{\bar{x}})^2}$$

2. Tester G_p et G_1 :

- Si $G \leq$ à la valeur critique à 5% : les moyennes Max et Min sont acceptées;
- Si la valeur critique à 5% $< G \leq$ la valeur critique à 1%: les moyennes testées sont isolées;

- Si $G >$ à sa valeur critique à 1% : les moyennes sont jugées aberrantes.

Les valeurs critiques du test de GRUBBS simple sont données en annexe 4.

b. Test de GRUBBS Double

Ce test est applicable si le test de GRUBBS simple ne fait ressortir aucune valeur aberrante. On note que si le test de GRUBBS double montre que les moyennes des deux cellules présentent des valeurs aberrantes, ces dernières doivent être exclues et le test de GRUBBS double doit être refait pour les moyennes des cellules extrêmes immédiatement limitrophes. Pour faire cela, on doit :

1. Déterminer les deux plus grandes moyennes;
2. Calculer G_{max} par la formule suivante:

$$G_{max} = \frac{S_{p-1,p}^2}{S_0^2}$$

Avec :

$$S_{p-1,p}^2 = \sum_{i=1}^{p-2} (x_i - \bar{x}_{p-1,p})^2$$

$$\bar{x}_{p-1,p} = \frac{1}{p-2} \sum_{i=1}^{p-2} x_i$$

Et

$$S_0^2 = \sum_{i=1}^p (x_i - \bar{x})^2$$

3. Déterminer les deux plus petites moyennes;
4. Calculer G_{min} par la formule suivante :

$$G_{min} = \frac{S_{1,2}^2}{S_0^2}$$

Avec :

$$S_{1,2}^2 = \sum_{i=3}^p (x_i - \bar{x}_{1,2})^2$$

$$\bar{x}_{1,2} = \frac{1}{p-2} \sum_{i=3}^p x_i$$

Et

$$S_0^2 = \sum_{i=1}^p (x_i - \bar{x})^2$$

5. Tester G_{max} et G_{min} :

- Si $G \geq$ à sa valeur critique à 5%: les moyennes testées sont acceptables;
- Si la valeur critique à 1% $\leq G <$ la valeur critique à 5%: les moyennes testées sont appelées valeurs isolées;
- Si $G <$ à sa valeur critique à 1%: les moyennes testées sont jugées aberrantes.

Les valeurs critiques du test de GRUBBS double sont données en annexe 4.

Note importante :

NB1: Après la suppression des valeurs aberrantes dans les tests de cohérence, il faut tester à nouveau la normalité.

NB2: Il est préférable d'effectuer un nombre d'essais suffisamment élevé par rapport au degré de liberté exigé par la méthode, afin d'éviter le risque de l'effet boule de neige.

2.10.2. Présentation des résultats (histogrammes)

C'est une représentation graphique d'une distribution de fréquence composée de rectangles limitrophes, ayant chacun une base égale à l'effectif de la classe et une surface proportionnelle à l'effectif de la classe.

La présentation des résultats se fait selon les étapes suivantes :

1. Classer les résultats en ordre croissant: X_1, X_2, \dots, X_n ;

2. Déterminer le nombre de classes (prendre la valeur entière) à partir de l'équation ci-dessous :

$$\text{Nombre de classes} = 1 + 3,3 \log_{10} n$$

3. Déterminer les limites de chaque classe (la même base pour toutes les classes), selon l'équation suivante :

$$\text{Etendu de classe} = \frac{X_n - X_1}{\text{nombre de classes}}$$

Une estimation de l'écart-type σ , de la distribution de la grandeur d'où est tiré l'échantillon est donné par l'écart-type expérimental calculé à partir de la relation :

$$S_i = \sqrt{\frac{1}{n_i - 1} \sum_{j=1}^{n_i} (x_{ij} - \bar{x}_i)^2}$$

Avec :

\bar{x}_i : La moyenne des valeurs de l'échantillon.

x_{ij} : La valeur de l'échantillon de chaque jour

n_i : Nombre des essais

2.11 .Fondements des cartes de contrôle

En premier lieu, il est nécessaire de sélectionner une ou plusieurs caractéristiques représentatives. Celles-ci seront déterminées tant par la nature des besoins réels des utilisateurs que par la possibilité ou la facilité de leur obtention. Il s'agit des caractéristiques dimensionnelles, d'aspect (rugosité, couleur), physiques (viscosité, densité), mécaniques (rupture, allongement), chimiques (titre, pH), etc (figure 2.2.).

L'élaboration de la carte de contrôle de la moyenne se fait suivant les étapes présentées dans ce qui suit :

→ Détermination de la moyenne.

$$\bar{m} = \frac{x_1 + x_2 + x_3}{3}$$

Avec :

x_1 : Valeur lu de la 1 ère mesure ;

x_2 : Valeur lu de la 2 éme mesure ;

x_3 : Valeur lu de la 3 éme mesure.

→ Détermination des limites (L_{CS} , L_{CI} , L_{SS} , L_{SI} , L_{TS} , L_{TI})

On note :

LCS: limite de contrôle supérieur.

LCI: limite de contrôle inférieur.

LSS: limite de surveillance supérieure.

LSI: limite de surveillance inférieure.

LTS: limite de Tolérance supérieure

LTI: limite de Tolérance inférieure

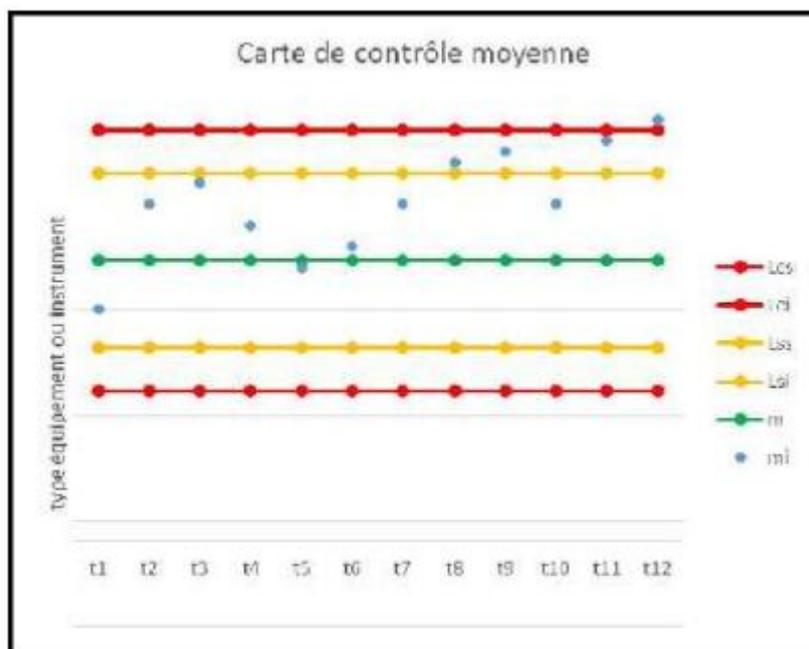


Figure 2.3. Carte de contrôle moyenne.

Chapitre 3

Résultats et discussion

Dans le présent chapitre, nous présentons les résultats des tests statistiques effectués calculés à l'aide du logiciel Excel. Dans un premier temps, la moyenne et l'écart type ont été calculés pour la représentation des courbes de Gauss après l'étude de la variation de la viscosité en fonction de la pression. Par la suite, la lumière a été portée sur les différents tests statistiques à savoir le test de Shapiro-wilk, le test de Cochran et le test de Grubbs. Pour finir, une carte de contrôle aux mesures a été élaborée dans le but de repérer les causes assignables le plus rapidement possible afin de les éliminer. L'analyse des résultats et leur conformité à l'objectif fixé nous permettra de tirer des conclusions concernant la fidélité et la justesse de nos résultats ainsi que la fiabilité de notre appareil : bain de viscosité.

3.1. Variation de la viscosité en fonction de la pression atmosphérique :

Nous avons abordé la mesure de la variation de viscosité en fonction de la pression atmosphérique pour les différentes journées d'étude. Quatre jours sont été sélectionnés pour notre étude (Voir annexe A tableau A2, A3, A4 et A5).

La figure 3.1 représente la variation de la viscosité en fonction de la pression atmosphérique.

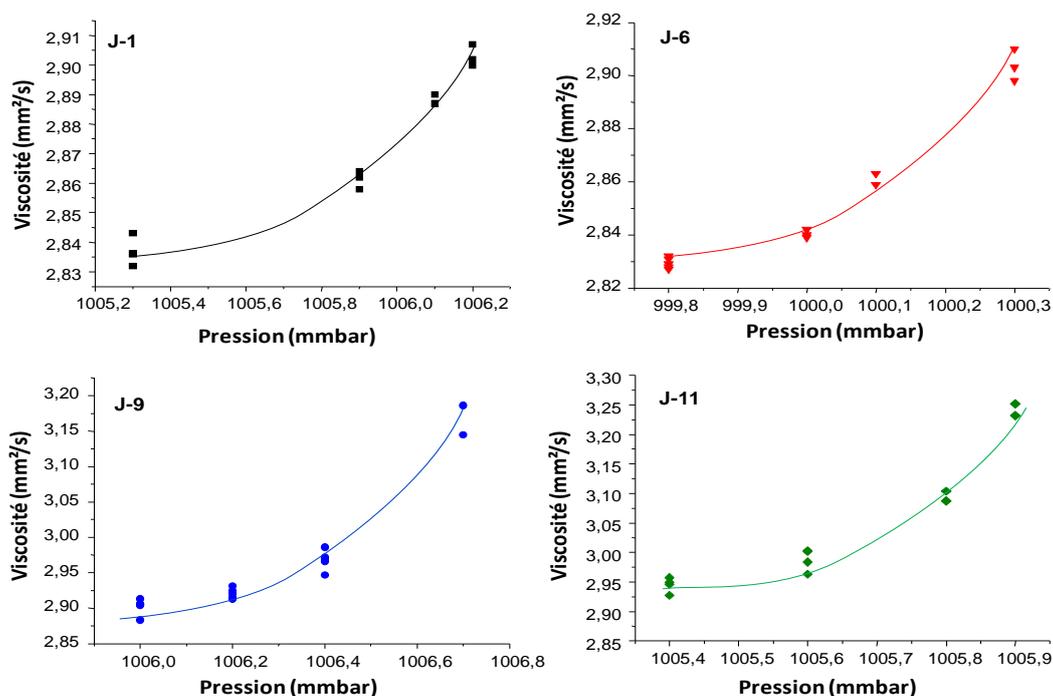


Figure 3.1. Variation de la viscosité en fonction de la pression.

D'après la figure 3.1 qui illustre les résultats obtenus pour le gasoil. On observe une légère augmentation de la viscosité avec la pression. En effet, lorsque la pression augmente, les molécules sont rapprochées. Cette compression moléculaire réduit la liberté de mouvement des molécules, ce qui augmente la résistance au flux. En d'autres termes, il devient plus difficile pour les molécules de glisser les unes sur les autres, ce qui accroît la viscosité. De plus, sous une pression plus élevée, les forces d'attraction entre les molécules, comme les forces de Van der Waals, peuvent devenir plus significatives. Ces forces d'attraction supplémentaires rendent le mouvement des molécules plus contraint et augmentent la résistance au mouvement, donc augmente la viscosité.

3.2. Représentation des courbes de Gauss

La courbe de Gauss ou courbe Gaussienne est très utilisée dans les mathématiques principalement en probabilité et statistique. Elle est fortement présente dans les industries et bien d'autres secteurs. La courbe de Gauss permet de représenter graphiquement la distribution d'une série et en particulier la densité de mesures d'une série.

Pour la représentation de la courbe Gaussienne, deux éléments sont essentiels. Nous avons en premier calculé la moyenne arithmétique pour chaque journée d'étude. Les résultats sont résumés dans le tableau 3.1.

Tableau 3.1. Résultats de calcul des moyennes arithmétiques de la viscosité à 40°C.

Jour	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Moyenne arithmétique	2.947	2.854	2.894	2.939	2.861	2.894	2.923	2.953	3.001	2.969	2.977

Les résultats du tableau 3.1 suggèrent une moyenne arithmétique plus au moins identique pour les onze journées d'étude, indiquant que dans ce cas la variation de la mesure est faible.

La figure 3.2 montre la variation de la moyenne arithmétique en fonction du jour.

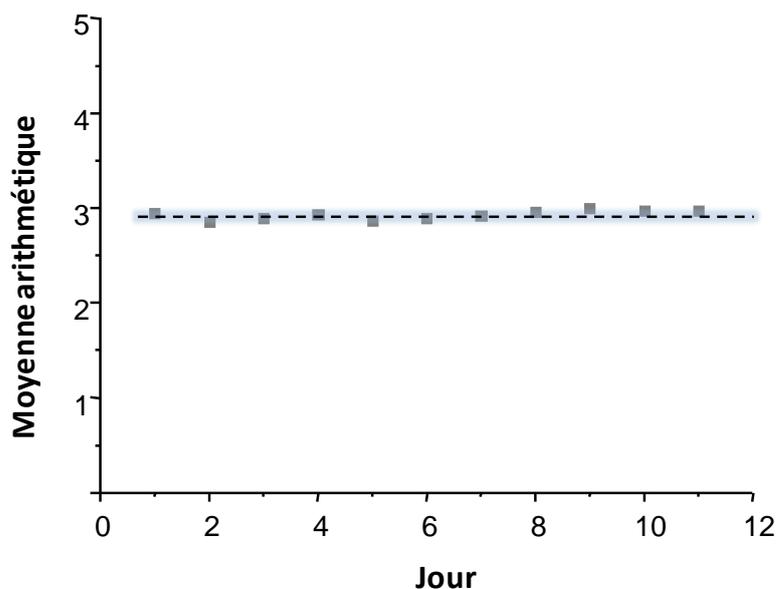


Figure 3.2. Variation de la moyenne arithmétique en fonction des jours.

Comme on peut clairement le voir à partir de la figure 3.2 la moyenne arithmétique des différentes prises de mesure de viscosité reste constante casement. Cette stabilisation indique une précision des prises de mesure durant nos journées d'étude.

Le calcul de la moyenne à lui seul n'est pas un indicatif suffisant pour décrire la distribution des valeurs de mesure. L'écart type est le deuxième élément nécessaire et intervient dans la représentation Gaussienne.

Les résultats des calculs de l'écart type sont présentés dans le tableau 3.2.

Tableau 3.2. Résultats de calcul de l'écart type.

Jour	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
L'écart type	0.070	0.028	0.054	0.062	0.026	0.053	0.040	0.063	0.088	0.062	0.072

Des valeurs calculées illustrées dans le tableau 3.2, on note un écart-type proche de zéro qui indique que les mesures de viscosité effectuées sont dispersées autour de la moyenne. Cela signifie qu'il ya peu de variance dans les données évaluées.

La figure 3.3 regroupe les différentes courbes de Gauss obtenus à partir de la loi normale sur le logiciel Excel.

Dans l'annexe A la figure A1 et A2 illustrent la courbe de distribution de Gauss pour chaque journée d'étude. On note, à partir de ces figures, que pour un échantillon important, la courbe de Gauss se présente sous forme de cloche. Cette allure traduit une forte concentration des valeurs autour de la moyenne et des valeurs de moins en moins nombreuses aux extrémités de la série. Les valeurs de la limite de tolérance sont délimitées par l'écart type ($-\sigma$, $+\sigma$) (voir annexe A, figure A1 et A2).

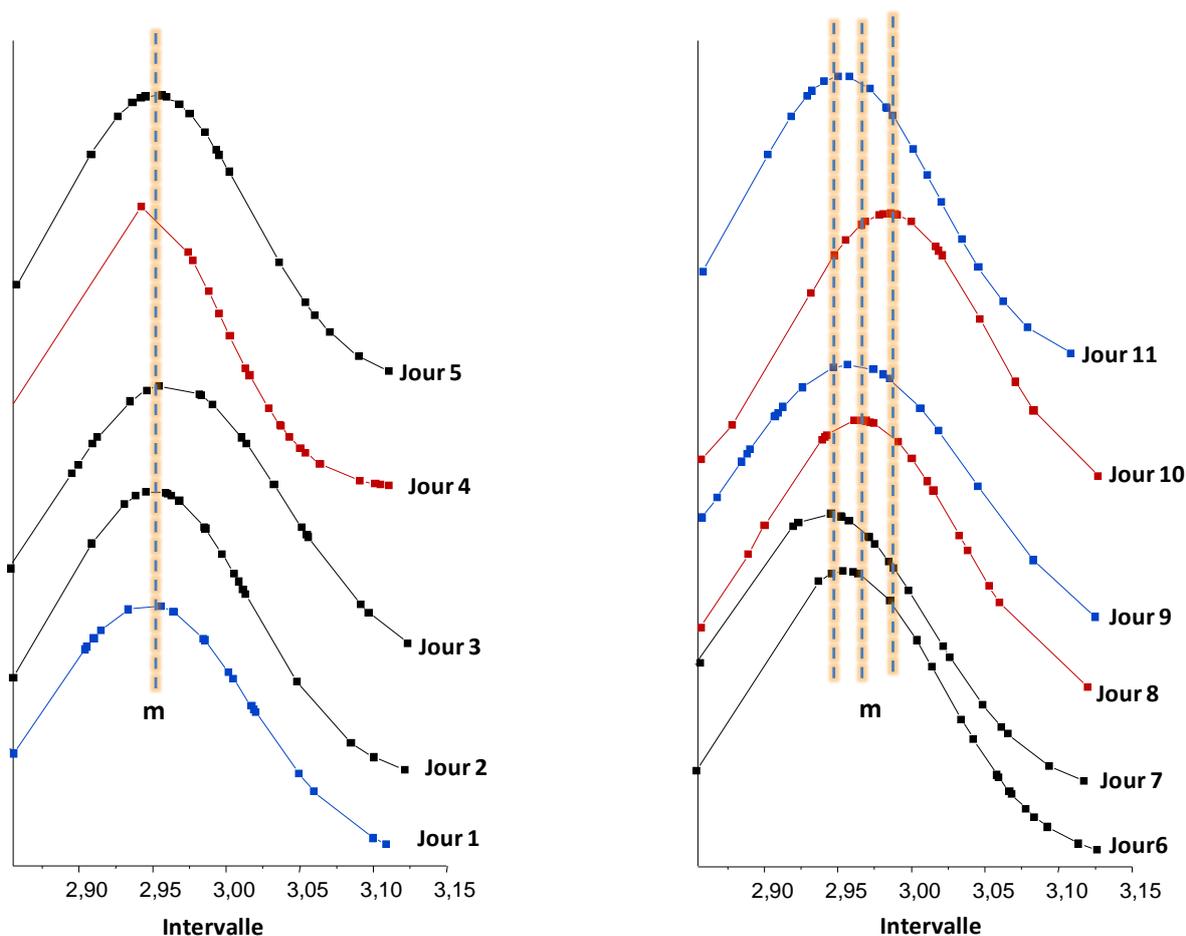


Figure 3.3. Courbe de distribution de Gauss : type 1(noir), type 2(rouge) et type 3(bleu).

La figure 3.3 montre la superposition des trois aires des courbes de Gauss. Les courbes de type 1 avec un écart type dans l'intervalle [0.026-0.054] sont des courbes aiguës, d'allure haute et étroite. Par ailleurs, les courbes type 2 et type 3 avec des écarts type dans l'intervalle [0.062-0.088] sont larges au sommet avec un écartement dissemblable.

En termes de distribution, les courbes de type 1 montrent une distribution gaussienne stable. De leurs côtés, les courbes de type 2 présentent une distribution gaussienne à aspect

épais et les courbes type 3 décrivent une distribution possédant une large traîne. Ces résultats peuvent être traduits sur la base de l'écart type. Un écart type (σ) proche de zéro montre une distribution autour de la moyenne (μ). Par ailleurs, plus l'écart type est grand plus les valeurs de mesure s'éloignent de la moyenne.

D'autre part, dans les courbes de type 1 les valeurs de mesure sont centrées et semblent s'ajuster à la courbe de la loi normale. Quant aux courbes de type 2 et type 3, les valeurs de la viscosité sont dispersées et s'éloignent de la loi normale. Ces résultats laissent conclure que l'écart-type définit la largeur de la courbe ainsi que la distance entre la moyenne et les points de données. Si la valeur de l'écart-type est faible, la courbe est pointue. S'il est élevé, la courbe s'aplatit et plus les valeurs de mesure s'éloignent de la moyenne.

3.3 Les tests statistiques

Dans ce qui suit, pour tous les tests statistiques on note un risque d'erreur inférieur à 5%.

a. Test de Shapiro-wilk (W)

Les résultats des calculs de test de Shapiro-wilk sont illustrés dans le tableau 3.3

Tableau 3.3. Résultats de calcul du test de Shapiro-Wilk .

Jour	Test calculé (W à 5%)	Référence
1	0.949	0.905
2	0.956	0.905
3	0.960	0.905
4	0.925	0.905
5	0.941	0.905
6	0.915	0.905
7	0.962	0.905
8	0.957	0.905
9	0.926	0.905
10	0.955	0.905
11	0.962	0.905

On remarque, à partir des résultats du tableau 3.3, que toutes les valeurs du test de Shapiro-Wilk sont supérieures à la valeur 0.905. Les valeurs divergent dans un intervalle de 0.915 et 0.962, ce qui implique que la viscosité mesurée suit une distribution normale et que l'hypothèse nulle de la normalité des données (l'hypothèse d'une distribution normale) est vérifiée. Ces résultats indiquant un faible risque de se tromper en effectuant la mesure.

b. Test de Cochran (C)

D'après nos calculs, on trouve $C = 0.195$. La valeur trouvée est donc inférieure à la valeur critique qui est égale à 0.570. Ce résultat montre que l'hypothèse de Cochran est prouvée pour un S_{\max} égale à 0.088. Nos valeurs de mesure sont donc cohérentes et acceptables.

D'autre part, si la valeur de S_{\max} est aberrante (une grande dispersion), le test de Cochran aura une valeur supérieure à 0.570. Dans ce cas, on doit supprimer la valeur aberrante de S_{\max} et le test reconduit sur les valeurs restantes.

c. Test de Grubbs

→ Test de GRUBBS Simple

Dans cette partie d'étude, nous avons calculé la statistique G du test.

Tableau 3.4. Résultats de calcul du test de Grubbs Simple.

teste calculé	Référence
$G_{P \max} = 1,549$	2.355
$G_{1 \min} = 1,551$	

Les valeurs G_p et G_1 trouvées sont inférieures à la valeur limite du test qui est de 2.355. Les moyennes testées sont considérées comme correctes au seuil de l'erreur de mesure de 5%, ce qui montre qu'aucune des deux moyennes n'est aberrante ou extrême. Il faut alors appliquer le test double de Grubbs qui permet de détecter si les deux plus grandes ou les deux plus petites moyennes sont aberrantes.

→ Test de GRUBBS Double

D'après nos calculs, on trouve :

Tableau 3.5. Résultats de calcul du test de Grubbs Double.

teste calculé	Référence
$G_{max} = 0,9982$ $G_{min} = 1,2531$	0.2213

Les valeurs de G_{max} et G_{min} trouvées sont supérieures à la valeur limite de Grubbs qui est de 0.2213.

Les résultats de ce test prouvent que les mesures effectuées suivent une loi normale, vérifiant ainsi la condition de la normalité.

3.4. Carte de contrôle aux mesures

Pour l'élaboration de la carte de contrôle, nous avons calculé les limites inférieures et supérieures de contrôle, surveillance et tolérance à partir des équations décrites ci-dessous.

✚ La limite de contrôle supérieure (LCS) :

$$\text{LCS} = \text{moyenne des moyennes} + 3\sigma_{\text{reproductibilité}}$$

✚ La limite de contrôle inférieure (LCI) :

$$\text{LCI} = \text{moyenne des moyennes} - 3\sigma_{\text{reproductibilité}}$$

✚ La limite de surveillance supérieure (LSS)

$$\text{LSS} = \text{moyenne des moyennes} + 2\sigma_{\text{reproductibilité}}$$

✚ La limite de surveillance inférieure (LSI)

$$\text{LSI} = \text{moyenne des moyennes} - 2\sigma_{\text{reproductibilité}}$$

✚ La limite de Tolérance supérieure (LTS) :

$$\mathbf{LTS = moyenne\ des\ moyennes + \sigma_{reproductibilit\acute{e}}}$$

✚ La limite de Tolérance inférieure (LTI) :

$$\mathbf{LTI = moyenne\ des\ moyennes - \sigma_{reproductibilit\acute{e}}}$$

Pour une moyenne égale à 2.947 et l'écart type de 0.070, les résultats des calculs de limites sont résumés dans le tableau 3.4.

Tableau 3.6. Résultats des calculs des limites.

LCS (mm^2/s)	LCI (mm^2/s)	LSS (mm^2/s)	LSI (mm^2/s)	LTS (mm^2/s)	LTI (mm^2/s)
3.157	2.737	3.087	2.80	3.017	2.877

La figure 3.4 présente la carte de contrôle.

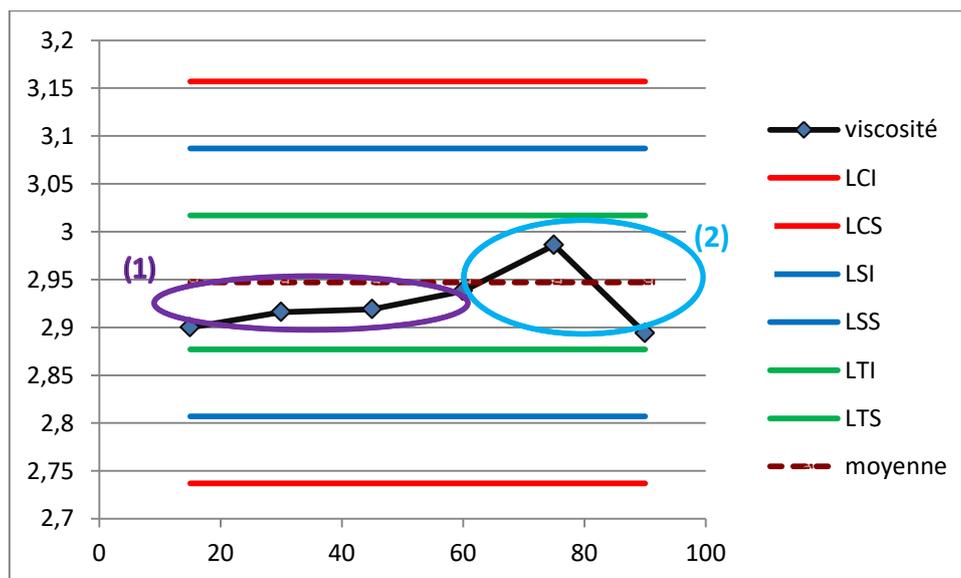


Figure 3.4. Carte de contrôle aux mesures.

« L'axe des x présente les jours de travail (chaque 15jrs), l'axe des y présente les valeurs de viscosité »

La figure 3.4 montre l'existence de deux parties. La première partie notée 1, présente plusieurs points consécutifs qui sont inférieurs à la moyenne situés entre les limites de tolérance inférieure et supérieure.

La deuxième partie notée 2, présente des points aléatoire supérieurs et inférieurs à la moyenne situés de même entre les limites de tolérance inférieure et supérieure.

L'interprétation de ces résultats peut se faire à l'aide des courbes de Gauss (voir annexe A figure A1 et figure A2). Les limites de contrôle de tolérance inférieure et supérieure se situent dans l'intervalle $[m-3\sigma, m+3\sigma]$. Dans cet intervalle les mesures varient avec un niveau de confiance de 99,8%. On note que lorsqu'un point est en dehors de ces limites, il est considéré comme « anormal ». Il faut donc mettre en œuvre une action corrective.

Par ailleurs, les limites inférieures et supérieures de surveillance se repèrent dans l'intervalle $[m-2\sigma, m+2\sigma]$. Entre ces deux limites, la variation des mesures est normale avec un niveau de confiance de 95%.

En dernier, les limites de tolérance inférieures et supérieures dans l'intervalle $[m-\sigma, m+\sigma]$ montrent un niveau de confiance de 65% avec une variation normale des mesures.

3.5. Discussion

Pour estimer les erreurs affectant une mesure effectuée par des expérimentateurs ou pour définir les critères permettant de valider une méthode d'analyses, il est nécessaire d'effectuer plusieurs analyses afin d'évaluer notamment les effets aléatoires ou imprévisibles et de vérifier la précision de la mesure qui est une grandeur caractéristique de la dispersion des résultats autour de la moyenne. Cette dernière est souvent caractérisée par l'écart type.

L'écart type a été établi à partir de plusieurs mesures individuelles y_i supposées être indépendantes, de distribution normale (une distribution normale est une distribution parfaitement symétrique autour d'une valeur unique).

Les résultats des calculs de l'écart type (tableau 3.2) ont révélé un écart type proche de zéro pour les différentes journées d'étude. L'étalement des valeurs autour de la moyenne n'est donc pas important. On remarque des valeurs de mesure très peu dispersées.

De plus, l'écart type détermine la répartition des points de mesure par rapport à la moyenne ainsi que la largeur de la courbe et la distance entre la moyenne et les points de données. Si la valeur de l'écart-type est faible, la courbe est pointue, par ailleurs, s'il est élevé, la courbe s'aplatit (figure 3.2.).

À partir des résultats du (tableau 3.3), on observe que toutes les valeurs du test de Shapiro-Wilk sont supérieures à la valeur de référence ($W= 0.905$), révèle ainsi, une distribution normale des valeurs de mesure. Ce qui amène à conclure que l'hypothèse nulle de

la normalité des données est vérifiée. L'hypothèse d'une distribution normale des résultats indique un faible risque de se tromper en effectuant la mesure.

Grâce au test de Cochran et Grubbs, on peut éliminer des valeurs aberrantes en termes de moyenne et d'écart type. Selon nos résultats aucune valeur de mesure n'est aberrante ou extrême.

D'autre part, en observant les données sur la carte de contrôle (figure 3.3), on voit clairement qu'aucun des points n'est situé en dehors des limites, prouvant une variation normale. De plus, les points de la courbe se situent autour de la ligne centrale représentant la moyenne et sont délimités par des limites supérieure et inférieure définissant une plage de variation acceptable.

Les résultats de notre travail correspondent aux objectifs fixés. Il a été démontré que grâce à l'emploi de la méthode statistique, il est possible d'exprimer de manière plus précise les limites de fiabilité d'un résultat. De même, les différents tests présentés dans ce manuscrit nous ont offert la possibilité de déterminer l'incertitude de mesures en utilisant des données de justesse et de fidélité.

CONCLUSION GENERALE

« Il est important, pour un expérimentateur, de savoir si le résultat d'une mesure peut être accepté avec confiance ou s'il faut au contraire le rejeter parce qu'il est faux ».

La métrologie est promise à un bel avenir dans le domaine d'application de la mesure. À cet effet, différentes théories de calcul et approches ont été développés afin de garantir et maintenir la confiance envers les mesures résultant des processus de mesure.

Dans toute expérimentation, il y a une part d'incertitude dans la prise de mesure. L'étude bibliographique a révélé qu'il est possible de déduire l'incertitude correspondant à la marge d'erreur liée aux valeurs mesurées ou déterminées pendant une expérience.

Le présent mémoire a eu pour objectif principal de traiter la problématique de la prise de décision basée sur un résultat de mesure effectué, de son incertitude afin de vérifier la fiabilité du bain de viscosité.

À la lumière des résultats obtenus nous avons pu démontrer que notre instrument présente de faibles incertitudes de mesure qui sont acceptables, ne dépassant pas la norme spécifiée. Cela assure le respect des conditions de mesure appropriées et la fidélité et justesse de notre bain de viscosité.

Dans un premier temps, les calculs effectués pour déterminer l'écart type ont révélé un écart-type proche de zéro indiquant que les mesures de viscosité effectuées sont dispersées autour de la moyenne, ce qui signifie qu'il y a peu de variance dans les données évaluées et démontre la fidélité et la justesse de la mesure.

L'étude a été étendue à une deuxième série de calculs. Les tests statistiques ont démontré que l'hypothèse nulle de la normalité des données est vérifiée et qu'aucune valeur de la moyenne ou de l'écart type n'est aberrante ce qui prouve la fidélité et la justesse de notre appareil.

En troisième lieu une carte de contrôle a été élaborée permettant de surveiller les paramètres du processus pour prévenir des dérives et s'assurer de la qualité de la mesure. Cette dernière a montré une distribution entre les limites de tolérance inférieure et supérieure, ce qui démontre que la plage de variation est acceptable et dans les normes.

L'ensemble des résultats obtenus nous a permis d'évaluer les incertitudes de mesure de viscosité et de vérifier la fidélité et la justesse de notre appareillage.

Toutefois qu'en est-il de l'accréditation de tous les laboratoires de mesure. À ce sujet l'état de l'art rapporte que l'accréditation des laboratoires est une démarche incontournable pour les établissements qui aspirent à l'excellence, à la qualité, et à la confiance.

Notre recherche nous permet d'entrevoir de nouvelles perspectives qui peuvent s'énoncer comme suit :

- i) Elaboration de procédures exigées par la norme ISO 17025,
- ii) Suivre une méthodologie de traitement des résultats de mesure,
- iii) Entrevoir une validation des méthodes d'analyse.

Références bibliographiques

- [1] Joffin. C., Lafont . F., Mathieu. E, « Je pratique la métrologie : Vocabulaire et concepts : grandeurs, unités, mesurages ». فرنسا: Lexitis edition (2018) p. 4.
- [2] Gheghissi. N., « Evaluation des incertitudes dans le cadre des essais de métrologie rapports des essais -Annexes- accebilité CSTB ». Mémoire de magister. Faculté des sciences de l'ingénieur. Universté badji mokhtar -annaba. 2010.
- [3] Alain Burlaud, Comptabilité et métrologie. page 25-44 , (2022).
- [4] Authouart. F., « La métrologie, mais c'est très simple! ». France: Crisalis édition (2014) p. 29.
- [5] Djebar. A., « Evaluation des incertitudes et apport de la maintenance DMQE- arcelormittal-annaba ». Mémoire de master. Faculté des sciences de l'ingénieur. Universté badji mokhtar -annaba. 2015.
- [6] Bibliothèque Virtuelle de l'organisme de l'association française de normalisation : (www.bivi.afnor.org).
- [7] Abidi, (2010).
- [8] Le Comité française d'accréditation : (www.cofrac.fr).
- [9] NF ISO 5725-3, « Application de la statistique- exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthode mesure ». (FD X07021).
- [10] Maton D. avec la collaboration de Amalric L., Ghestem J.-Ph., Guigues N., Roy S. (2000) « Guide pour l'évaluation des incertitudes de mesures analytiques. BRGM/RP-S0303 ». FR, 94 p., 9 ann.
- [11] NF ENV 13005 « Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure ». (Aout 1999).
- [12] NF ISO 5725, « Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure ».
- [13] Vocabulaire internationale des termes fondamentaux et généraux de métrologie, deuxième édition (1993). organisation internationale de normalisation (Genève suisse).
- [14] XP X 07-020 appelé GUM: Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure.
- [15] Guide COFRAC pour une accréditation 2004.

- [16] NF FD X 07-021 « métrologie et application de la statistique, aide à la démarche pour l'estimation et l'utilisation de l'incertitude des mesures et des résultats d'essais ». (Octobre 1999)
- [17] NORME INTERNATIONALE ISO/CEI 17025 « Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais ». Deuxième édition (2005-05-15).
- [18] Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM).
- [19] Barki. M., « propagation des incertitudes, en mesure 3d sans contact ». Mémoire de magister en génie mécanique. École nationale polytechnique. (13 avril 2008).
- [20] ISO/CEI Guide 98-3:2009: Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure.
- [21] IT CBR MT 14 V2. « Instruction de travail, la mise en place des cartes de contrôle, branche Carburant ». (novembre 2023).
- [22] NF X06-031-0 « application de la statistique, carte de contrôle ». (décembre 1995).
- [23] NF FD X 07-012 « Métrologie — Métrologie dans l'entreprise — Certificat d'étalonnage des moyens de mesure ». (Novembre 1995).
- [24] Bourrek. M., Lazela. K., « Essai de formulation de l'Intermédiaire Fuel-oil (IFO) 30 cSt selon la norme ISO 8217 ». Mémoire de Master. Faculté de technologie. Université de Blida 1. (2019).
- [25] Sebbagh. S., Salem. A., “Consommation des carburants et évolution du parc automobile en Algérie” . Revue Algerienne d'Economie de gestion Vol. 11, (2), p. 46-62, (2017).
- [26] Bulletin d'analyse du gasoil. Laboratoire Naftal. (juillet 2021).
- [27] James. G., SPEIGHT. « Handbook of Petroleum Product Analysis ». New York. (2002).
- [28] Documents interne de l'entreprise.
- [29] Philip de Vaal. Diesel and Its Properties, Dept of Chemical Engineering. University of Pretoria. Conmesa Seminar. (June 2003).
- [30] J.-C. GUIBET. « Caractéristiques des produits pétroliers ». K325 Techniques de l'ingénieur. pp. 2-7. (1997).
- [31] La norme française Nf X 07-010 «Métrologie - La métrologie dans l'entreprise». publiée par l'AFNOR. (Dec1993).

[32] Bosia. E., « Les tests du Khi deux : ajustement et association Publibook». France. (2010).

ANNEXE A

Tableau A1 : Les différentes valeurs de viscosité mesuré

1jr	2jr	3jr	4jr	5jr	6jr	7jr	8jr	9jr	10jr	11jr
2,856	2,792	2,818	2,850	2,824	2,828	2,862	2,852	2,898	2,849	2,871
2,854	2,798	2,821	2,871	2,831	2,831	2,868	2,863	2,915	2,899	2,888
2,860	2,795	2,828	2,878	2,835	2,847	2,872	2,899	2,919	2,914	2,900
2,865	2,810	2,830	2,884	2,837	2,852	2,876	2,901	2,921	2,921	2,904
2,883	2,823	2,846	2,897	2,839	2,853	2,878	2,902	2,939	2,931	2,913
2,906	2,833	2,853	2,898	2,843	2,856	2,892	2,920	2,939	2,934	2,924
2,914	2,848	2,859	2,900	2,844	2,867	2,902	2,924	2,941	2,943	2,933
2,914	2,849	2,879	2,905	2,848	2,867	2,909	2,927	2,944	2,946	2,949
2,935	2,847	2,879	2,921	2,851	2,870	2,921	2,930	2,958	2,950	2,961
2,936	2,862	2,885	2,922	2,855	2,877	2,926	2,932	2,980	2,953	2,962
2,952	2,870	2,898	2,932	2,858	2,879	2,935	2,948	2,990	2,954	2,966
2,955	2,853	2,900	2,940	2,859	2,887	2,936	2,956	3,008	2,963	2,982
2,967	2,856	2,914	2,943	2,861	2,904	2,940	2,966	3,015	2,979	2,993
2,969	2,861	2,927	2,946	2,875	2,908	2,941	2,970	3,019	2,981	3,004
2,970	2,866	2,929	2,947	2,882	2,924	2,947	2,986	3,041	2,983	3,019
2,999	2,904	2,930	2,980	2,884	2,934	2,951	2,992	3,054	3,008	3,032
3,010	2,903	2,954	3,014	2,888	2,937	2,956	3,005	3,082	3,031	3,051
3,050	2,881	2,958	3,028	2,896	2,958	2,969	3,012	3,121	3,042	3,070
3,059	2,884	2,977	3,048	2,904	2,976	2,977	3,068	3,164	3,084	3,103
3,094	2,886	3,000	3,079	2,910	3,034	3,003	3,102	3,202	3,108	3,123

Tableau A2. Variation de la viscosité en fonction de la pression jour 1.

Viscosité (mm²/s)	Pression (mm bar)
2,832	1005.3
2,836	
2,843	
2,844	
2,846	
2,852	1005.9
2,852	
2,858	
2,862	
2,864	
2,866	1006.1
2,866	
2,867	
2,887	
2,890	
2,890	1006.2
2,891	
2,900	
2,902	
2,907	

Tableau A3. Variation de la viscosité en fonction de la pression jour 6.

Viscosité (mm ² /s)	Pression (mm bar)
2,827	999.8
2,828	
2,829	
2,831	
2,832	
2,839	1000.0
2,840	
2,840	
2,842	
2,855	
2,859	1000.1
2,863	
2,870	
2,872	
2,890	
2,898	1000.3
2,898	
2,903	
2,903	
2,910	

Tableau A4. Variation de la viscosité en fonction de la pression jour 9.

Viscosité (mm ² /s)	Pression (mm bar)
2,883	1006.
2,904	
2,905	
2,906	
2,913	
2,913	1006.2
2,915	
2,921	
2,925	
2,931	
2,947	
2,966	1006.4
2,970	
2,972	
2,986	
2,998	
3,041	1006.7
3,088	
3,145	
3,186	

Tableau A5. Variation de la viscosité en fonction de la pression jour 11.

Viscosité (mm²/s)	Pression (mm bar)
2,893	1005.4
2,927	
2,946	
2,949	
2,957	
2,975	1005.6
2,990	
3,010	
3,028	
3,029	
3,036	1005.8
3,060	
3,070	
3,087	
3,104	
3,122	1005.9
3,152	
3,178	
3,232	
3,252	

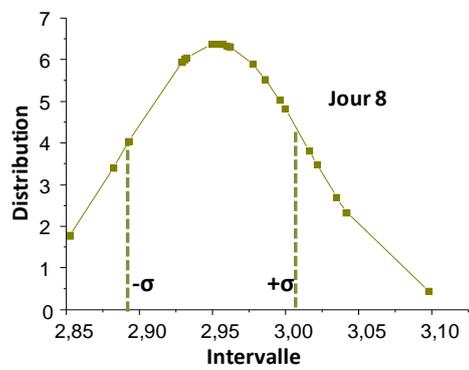
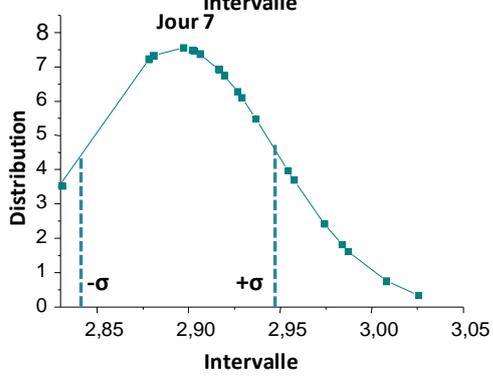
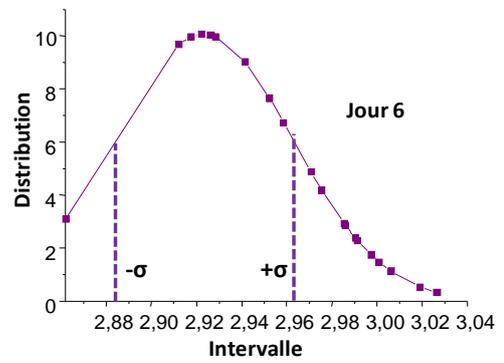
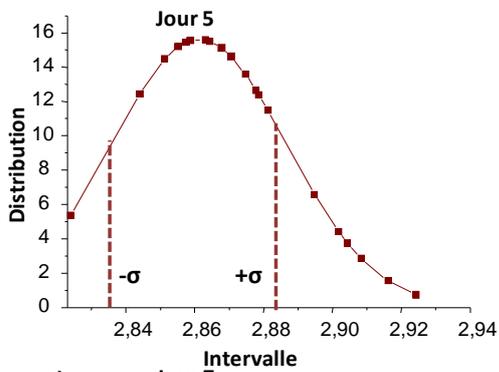
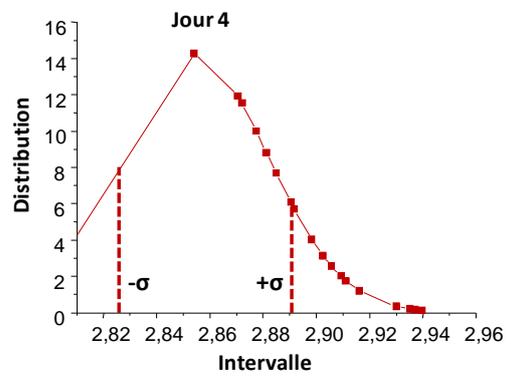
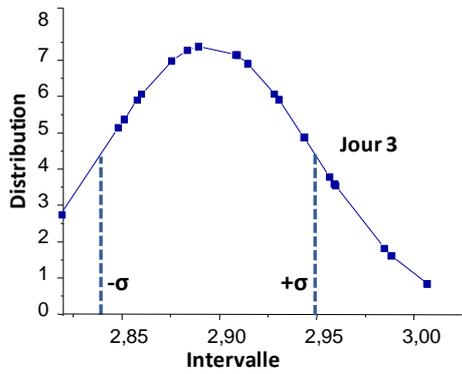
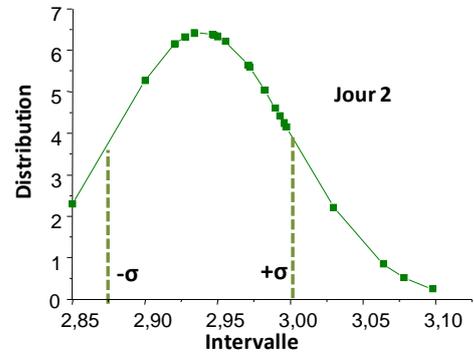
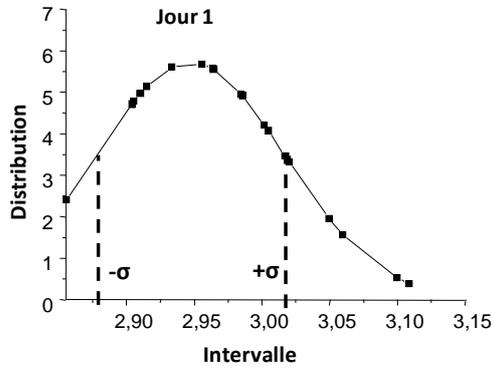


Figure A1. Courbe de distribution de Gauss.

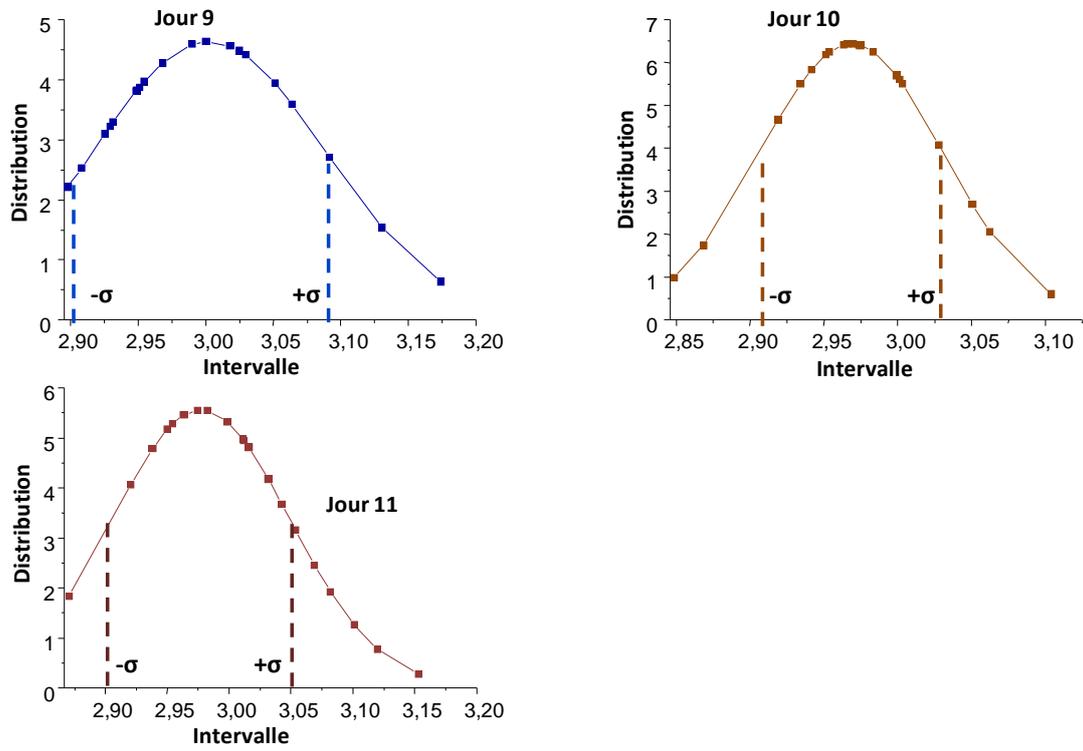


Figure A2. Courbe de distribution de Gauss.

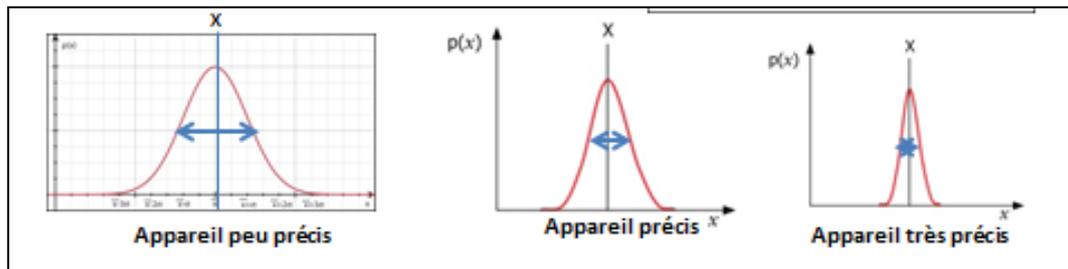


Figure A3. Les différentes allures des courbes de Gauss.