



**Licence Sciences et Techniques (LST)**

*Techniques d'analyse chimique et contrôle de qualité*

*TACCQ*

**PROJET DE FIN D'ETUDES**

**Etablissement des cartes de contrôle et calcul des incertitudes de mesure selon l'approche de GUM**

**Présenté par :**

◆ **ABOUZID Lamiae**

**Encadré par :**

- ◆ **Mr . FOUAIDE Abdelouahed (OCP)**
- ◆ **Pr . HAZM Jamal (FST.FES)**

**Soutenu Le 11 Juin 2013 devant le jury composé de:**

- Pr HAZM Jamal**
- Pr KHALIL Fouad**
- Pr LHASSANI Abdelhadi**

**Stage effectué au laboratoire des lubrifiants, groupe OCP khouribga**

**Année Universitaire 2012 / 2013**

---

## REMERCIEMENT

Je tiens tout particulièrement à remercier mon encadrant Mr jamal HAZM et Mr youssef KANDRI Rodi le responsable de la filière LST TACQ (Licence Sciences et Techniques filière Techniques d'Analyse et Contrôle Qualité) pour leur aide si précieux.

Je remercie aussi mon encadrant du stage Mr FOUAIDE Abdelouahed pour son accueil chaleureux, ainsi que Mr BOUZIDI Abderrahim le chef de service laboratoire IDK/G/GL(219) de m'avoir acceptée en tant que stagiaire au sein du group OCP.

Je remercie d'une façon particulière les techniciens du laboratoire des lubrifiants, Mr BETTACH Jawad et Mr ELGHAROUBI Abdellatif, et d'une façon générale tous les employés du laboratoire de contrôle de qualité pour leur accueil et pour leurs conseils.

Je n'oublie pas de remercier aussi tous mes collègues pour leur collaboration.

## SOMMAIRE

<b>INTRODUCTION .....</b>	<b>1</b>
<b>I. PRESENTATION GENERALE DU GROUPE OCP ET DU SERVICE LABORATOIRE : .....</b>	<b>5</b>
1- LABORATOIRE DE CONTROLE QUALITE : .....	6
2- ORGANIGRAMME DU GROUPE OCP : .....	6
3- L'ACCREDITATION DU LABORATOIRE DE CONTROLE QUALITE : .....	7
<b>II. GENERALITE SUR LA LUBRIFICATION ET LES LUBRIFIANTS : .....</b>	<b>8</b>
1- LUBRIFICATION ET HUILES LUBRIFIANTES : .....	8
2- ROLES DES HUILES LUBRIFIANTES .....	8
<b>III. CONTROLE STATISTIQUE DES PROCEDES : .....</b>	<b>9</b>
1- LES CARTES DE CONTROLE POUR UNE CARACTERISTIQUE MESURABLE : .....	9
2- INTERPRETATION DES CARTES DE CONTROLE : .....	10
<b>IV. ESTIMATION DES INCERTITUDES SELON L'APPROCHE DE GUM : .....</b>	<b>11</b>
1- GENERALITE : .....	11
2- ÉVALUATION DES INCERTITUDES DE MESURES PAR LE PROCESSUS DE L'APPROCHE DE GUM : .....	12
3- DEFINITION DUNE INCERTITUDE DE MESURE .....	12
<b>I. ADEQUATION DU MATERIEL : .....</b>	<b>15</b>
1- VISCOSITE CINEMATIQUE A 40°C & A 100°C : NF EN ISO 3104 : .....	15
2- LA MASSE VOLUMIQUE, METHODE A L'AREOMETRE : NF EN ISO 3675 : .....	16
3- DETERMINATION DU POINT D'ÉCLAIR A VASE OUVERT NF EN ISO 2592 : .....	17
4- CONCLUSION .....	18
<b>II. CONTROLE DES EQUIPEMENTS ET DES INSTRUMENTS DE MESURE EN SERVICE : ....</b>	<b>18</b>
1- VISCOSITE CINEMATIQUE A 100 °C ET A 40°C (NORME NF EN ISO 3104) : .....	18
2- ESSAI DE LA MASSE VOLUMIQUE (NF EN ISO 3675) : .....	23
3- ESSAI DU POINT D'ÉCLAIR (NF ISO 2592) : .....	25
4- CONCLUSION : .....	28
<b>III. ESTIMATION ET CALCUL DES INCERTITUDES DES MESURES : .....</b>	<b>28</b>
1- LA VISCOSITE CINEMATIQUE A 40°C ET A 100°C : .....	28
2- LA MASSE VOLUMIQUE : .....	32
3- POINT D'ÉCLAIR EN VASE OUVERTE : .....	34
<b>CONCLUSION: .....</b>	<b>37</b>

---

# INTRODUCTION

Pour relever les défis de la mondialisation des marchés, la qualité est devenue un impératif vital de compétitivité, de pérennité et de développement de l'entreprise. Ceci mène à établir et appliquer des procédures de qualité et des méthodes de travail pour les activités de l'entreprise, ainsi l'enregistrement des informations au moment de l'exécution du travail, apporte la preuve de l'application effective des procédures de qualité. Ces derniers ont une place importante dans l'obtention de la qualité par les entreprises.

Le groupe O.C.P figure parmi les entreprises les plus positionnées sur un marché très concurrentiel, donc il était obligé de miser sur la créativité et la mise en œuvre de systèmes qualité afin de relever les différents défis.

Le meilleur exemple c'est le laboratoire de contrôle qualité des lubrifiants à la réception vu la grande consommation des produits pétroliers. Ce système qualité a permis au laboratoire de faire face aux exigences croissantes de la réglementation des normes et de faire reconnaître la valeur de ses prestations.

Toujours dans le but de relever ces défis, le groupe O.C.P est contraint de bien maîtriser les instruments de mesure qu'il utilise, toute erreur de mesurage dans la conception ou dans la fabrication d'un produit peut avoir des conséquences désastreuses pour l'entreprise. Dans ce sens le laboratoire de contrôle qualité des lubrifiants entame une mise en place d'un système qualité répondant à la norme d'accréditation ISO 17025.

La norme ISO 17025 adoptée par le laboratoire décrit les prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnage et d'essai. Cette gestion du système qualité octroi au laboratoire le pouvoir technique de produire des résultats justes. Parmi les exigences de cette norme le contrôle en service des équipements, instruments de mesure et des méthodes, l'établissement des cartes de contrôle pour suivre le processus de réalisation des essais physico-chimique, ainsi l'estimation des incertitudes des mesures.

Alors dans le cadre du contrôle en service et suite à l'épuisement de l'échantillon utilisé pour l'établissement des cartes de contrôle, et afin d'établir les nouveaux squelettes de ces cartes, le responsable du laboratoire m'a demandé de les renouveler par la réalisation des essais en utilisant l'échantillon nouvellement acquis. Pour cela ils m'ont proposé le projet suivant : « **Établissement des cartes de contrôle avec l'échantillon nouvellement acquis et calcul des incertitudes relatives aux essais selon l'approche de GUM** ». Mon rapport est divisé en deux grandes parties :

---

La première partie brièvement le groupe OCP et son service Laboratoire et Contrôle qualité des lubrifiants au sein duquel j'ai effectué mon projet. Elle donne aussi des généralités sur la lubrification et lubrifiants, et un rappel statistique sur les cartes de contrôle, sur la Maîtrise Statistique de la Qualité et sur les incertitudes.

La seconde partie est une méthode de travail qu'on m'a proposé d'adopter afin de mener à bien mon projet de fin d'études, qui s'inscrit dans la démarche de contrôle qualité des équipements et des instruments de mesure. Pour cela, l'établissement des cartes de contrôle ainsi que l'estimation des incertitudes des mesures sont nécessaires, au sein du laboratoire de contrôle qualité des lubrifiants du groupe O.C.P qui est accrédité ISO 17025 – 2005 et certifié ISO version 2008. En ce sens, il adopte un certain nombre de démarches qualité, qui lui permettent de conserver le certificat d'accréditation d'une part, et d'autre part, de gagner la satisfaction des clients.

Dans cette expérimentation j'ai réalisé trois essais accrédités : La viscosité cinématique à 40°C et à 100°C, la masse volumique et enfin le point d'éclair, J'ai tracé le squelette des cartes de contrôle X, Em sur lesquels j'ai apporté les différentes valeurs obtenue relatives à chaque essai. En effet, l'échantillon de contrôle utilisé est une huile nouvellement acquise par le laboratoire.

Suivant cette démarche, avant d'établir le squelette des carte de contrôle de la moyenne et de l'étendu mobile, il était indispensable de s'assurer dans un premier temps de l'adéquation de matériel disponible dans le laboratoire avec celui exigé par la norme adoptée.

Les essais sont réalisés avec une fréquence de 5 essais par semaine, j'ai obtenue donc 18 valeurs pour une durée de 4 semaines concernant la viscosité et le point d'éclair, et 15 valeurs concernant la masse volumique, Ces dernières fluctuent autour de la limite de contrôle d'une façon normale, aucun point ne dépasse les limites de surveillance, ce qui signifie que tous les procédés (les essais prescrits) sont sous contrôle et bien maîtrisés.

Le calcul des incertitudes était aussi indispensable pour évaluer les erreurs qui se produisaient lors des mesures. L'application de la loi de propagation des dérivées partielles de l'approche du GUM (guide pour l'expression des incertitudes de mesure) sur les différents essais montre que chaque mesure obtenue doit être accompagnée d'une valeur d'incertitude ou d'une marge d'erreur.

---

# *Partie*

# *bibliographique*

## **Présentation générale du groupe OCP et du service laboratoire :**

Groupe Office Chérifien des Phosphates, Première entreprise nationale, le groupe OCP détient des positions fortes et reconnues mondialement dans le domaine de l'industrie du phosphate et de ses produits dérivés. Riche d'une expérience de plus de 90 ans, le groupe se positionne aujourd'hui en acteur majeur dans son domaine d'activité puisqu'il est le premier exportateur mondial de phosphate sous toutes formes et le deuxième exportateur mondial d'acide phosphorique.

---

Présent dans cinq zones géographiques du pays, trois sites d'exploitation minière et deux sites de transformation chimique, le groupe OCP offre une gamme variée de produits : phosphate brut, acide phosphorique de base, acide phosphorique purifié et engrais solides.

Pour mieux répondre aux besoins de ses clients ainsi qu'à leurs attentes, le groupe OCP s'appuie sur quatre forces essentielles :

- 1- Le capital humain
- 2- Le savoir-faire
- 3- L'écoute de ses clients
- 4- La qualité des produits

### ***Laboratoire de contrôle qualité :***

Le laboratoire de contrôle qualité a été mis en service le 1<sup>er</sup> février 1970. La principale mission de ce laboratoire est le contrôle à la réception des matières les plus consommées et les plus coûteuses au niveau OCP. En parallèle le laboratoire reçoit des échantillons des produits usés ou en cours d'utilisation, Il se divise en deux laboratoires :

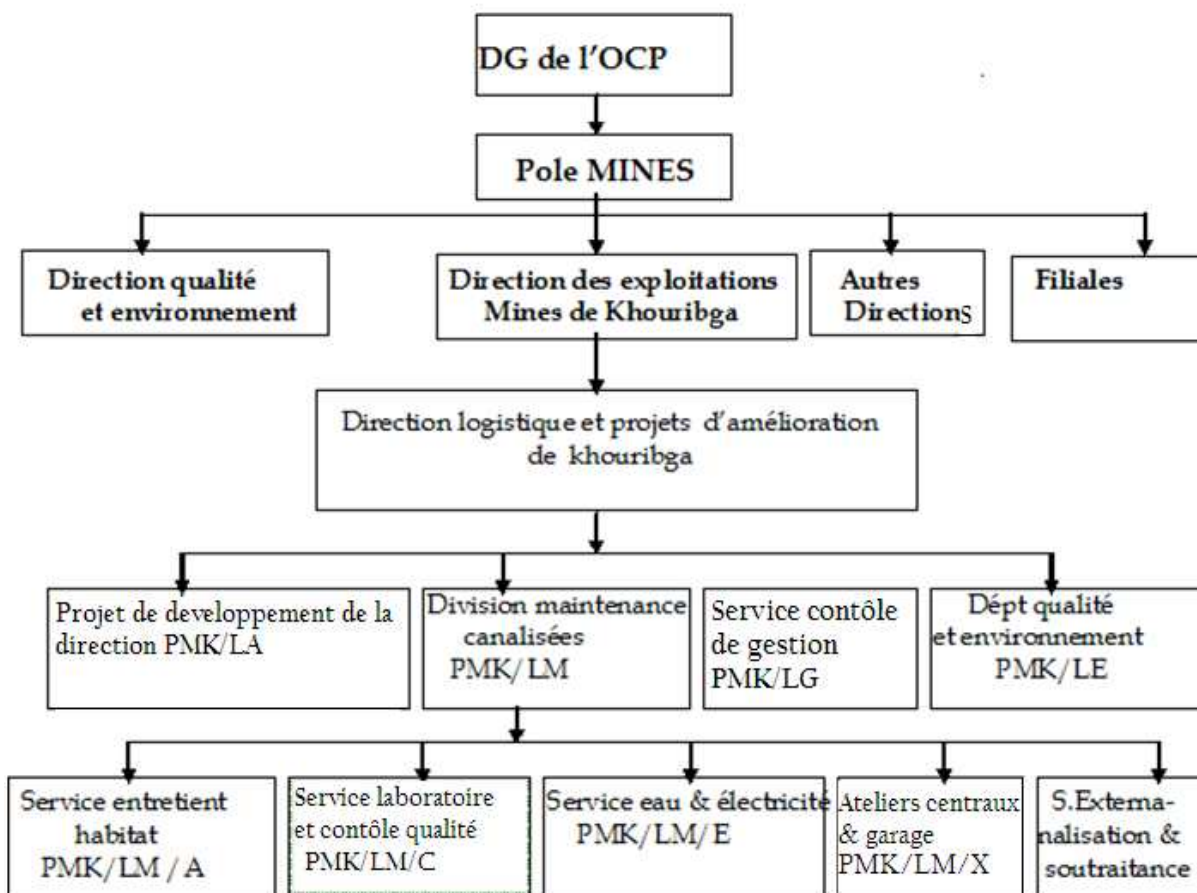
#### ***✓ Le laboratoire des bandes :***

La mission du laboratoire des bandes (k11800) est le contrôle qualité à la réception de la bande transporteuse du phosphate qui est très coûteuse afin de savoir sa résistance contre les forces mécaniques et la température, sa durée de vie, les matières dont elle est constituées...

#### ***✓ Le laboratoire des lubrifiants :***

La mission du laboratoire des lubrifiants (k11801) est le contrôle qualité à la réception des huiles et graisses lubrifiantes, des carburants, combustibles et des produits noirs bitumineux. Vu de leur grande consommation par les véhicules et les machines.

### ***organigramme du groupe OCP :***



**Figure I : localisation hiérarchique du service laboratoire et contrôle de qualité**

### ***L'accréditation du laboratoire de contrôle qualité :***

#### ***2-1-L'accréditation du laboratoire de contrôle qualité des lubrifiants :***

L'accréditation d'un laboratoire a pour objectif d'attester que celui-ci a mis en place un système qualité répondant aux exigences formulés dans la norme ISO/CEI 17025.

La norme ISO/CEI 17025 contient toutes les exigences que doivent satisfaire les laboratoires d'essai d'étalonnage, s'ils s'étendent d'apporter la preuve qu'ils gèrent un système qualité.

Le laboratoire des lubrifiants est accrédité NM ISO/CEI 17025 depuis le 31/12/2005, le champ d'accréditation englobe les essais physico-chimiques des huiles lubrifiantes respectant les normes internationales en vigueur.

#### ***2-2-Les essais accrédités pour les huiles lubrifiantes au sein du laboratoire contrôle qualité :***



Désignation de l'essai	Norme de référence
Masse Volumique à 15°C	<i>NF EN ISO 3675/98</i>
Viscosité Cinématique à 40°C	<i>NF EN ISO 3104/96</i>
Viscosité Cinématique à 100°C	<i>NF EN ISO 3104/96</i>
Point éclair en vase ouvert	<i>NF EN ISO 2592/01</i>
Point éclair en vase Clos	<i>NF EN 22719/94</i>
Point d'écoulement	<i>NF T 60-105/96</i>
Cendres sulfatées	<i>NF ISO 3987/99</i>
Teneur en eau	<i>NF T 60-113/86</i>
L'indice d'acide TAN	<i>NF ISO 6618/97</i>
L'indice de base TBN	<i>NF ISO 6618/97</i>
Point d'aniline	<i>NF M 07-021/96</i>
Essai de corrosion du cuivre	<i>NF EN ISO 2160/98</i>

**Tableau N°1 : les essais accrédités au sein du laboratoire control qualité**

## **Généralité sur la lubrification et les lubrifiants :**

### **Lubrification et huiles lubrifiantes :**

La lubrification est un phénomène qui s'intéresse à réduire le plus possible l'usure d'un mécanisme, en interposant entre deux surfaces, une mince couche de corps gras qui s'oppose à la détérioration des surfaces.

Les huiles peuvent être de 4 origines différentes: animale, végétale, minérale ou synthétique.

Dans l'univers de l'automobile seules les bases minérales et synthétiques sont utilisées (ou un mélange des 2 dans le cas des bases semi-synthétiques).

Les huiles de base minérales sont extraites du pétrole brut au cours du raffinage et leurs caractéristiques physico-chimiques dépendent des bruts dont elles sont tirées.

Les bases dites de synthèse proviennent de l'industrie chimique et sont constituées de glycols ou d'esters ou poly-alpha oléfines et offrent des performances supérieures à celles des huiles de base minérales : meilleure tenue thermique, plus grande résistance à l'oxydation, indice de viscosité plus élevé...

A ses bases sont ajoutés de nombreux additifs dont la nature varie avec la destination du produit afin de modifier ou d'améliorer leurs propriétés naturelles.

### **Rôles des huiles lubrifiantes**

- 
- L'huile permet une réduction des frottements, ce qui améliore le rendement du moteur et diminue la consommation du carburant
  - L'huile permet une protection des organes mécaniques contre l'usure et la corrosion afin de garantir la longévité et l'efficacité du moteur.
  - L'huile permet l'évacuation des impuretés grâce au filtre à huile et à la vidange pour maintenir la propreté des pièces moteur.
  - L'huile permet un renfort de l'étanchéité qui assure un taux de compression optimal pour plus de puissance moteur.
  - L'huile permet l'évacuation de la chaleur pour prévenir d'une déformation des pièces.
  - A ces cinq qualités s'ajoute de nouvelles exigences : contribuer aux économies de carburants et prendre en compte l'environnement.

### **Contrôle statistique des procédés :**

Qu'elles soient appelées CIQ (Contrôle Interne de la Qualité), cartes de Shewhart, cartes EWMA ou CUSUM, cartes métrologiques ou statistiques, les cartes de contrôle sont de plus en plus utilisées dans les entreprises et les laboratoires.

C'est un outil statistique qui permet de suivre les fluctuations d'une caractéristique mesurable ou dénombrable et d'en diagnostiquer les situations non maîtrisées et c'est aussi une technique graphique de référence normative dans les normes ISO.

### **Les cartes de contrôle pour une caractéristique mesurable :**

#### **1-1-Généralité :**

Pour les cartes de shewhart on distingue Carte de contrôle pour des grandeurs mesurables (contrôle de qualité par mesure) et des Carte de contrôle pour des grandeurs non mesurables ou caractéristiques qualifiables (contrôle de la qualité par attributs ou comptages).

Elles ne font pas intervenir les mêmes lois statistiques, dans le premier cas, en général la loi normale (continue), dans le second, la loi binomiale ou la loi de Poisson (discontinues)

La carte de contrôle pour une caractéristique mesurable (variable quantitative) Consiste à suivre dans le temps deux éléments important de cette caractéristique :

- ✓ La tendance centrale (moyenne)
- ✓ La dispersion (étendue, écart type, coefficient de variation)

#### **1-2- Etablissement des cartes de contrôle aux mesures :**

Pour établir les cartes de contrôle il faut :

- 1- Choisir une variable de réponse Y
- 2- Etablir un Plan de collection des données
- 3- Choisir le type de carte de contrôle et Calculer les limites de contrôle :

Taille d'échantillon	Type de carte	LC	LCI	LCS
<b>n=1</b>	<b>Moyenne (<math>\bar{X}</math> &amp; Em)</b> <b>Étendue mobile (Em)</b>	$\bar{X}$ $\overline{Em}$	$X - (2.66) * Em$ $0 * \overline{Em}$	$X + (2.66) * Em$ $3.27 * \overline{Em}$
<b>2 &lt; n &lt; 10</b>	<b>moyennes (<math>\bar{X}</math> &amp; R)</b> <b>étendues (R)</b>	$\bar{X}$ $\bar{R}$	$\bar{X} - A2 * \bar{R}$ $D3 * \bar{R}$	$\bar{X} + A2 * \bar{R}$ $D4 * \bar{R}$
<b>n ≥ 10</b>	<b>Moyennes (<math>\bar{X}</math> &amp; S)</b> <b>écarts types (S)</b>	$\bar{X}$ $\bar{S}$	$\bar{X} - A3 * \bar{S}$ $B3 * \bar{S}$	$\bar{X} + A3 * \bar{S}$ $B4 * \bar{S}$

- **Données :**

- $\bar{X}_i$  moyenne du groupe i de n observations  $\bar{X}_i = \sum x_i / n$
- $R_i$  étendue du groupe i :  $R_i = \max(x_i) - \min(x_i)$
- $S_i$  écart type du group i :  $S_i = [ \sum (x_i - \bar{X}_i)^2 / (n-1) ]^{0.5}$
- $Em_i$  étendue mobile n=1 observations ordonnées dans le temps  $Em = | X_i - X_{i-1} |$
- $\bar{X}$  moyenne des k moyennes  $\bar{X}_i$  :  $\bar{X} = \sum \bar{X}_i / k$
- $\bar{R}$  moyenne des k étendues  $R_i$  :  $\bar{R} = \sum R_i / k$
- $\bar{S}$  moyenne des k écarts types  $R_i$  :  $\bar{S} = \sum S_i / k$
- $\overline{Em}$  moyenne des étendues mobiles  $Em$  :  $\overline{Em} = \sum Em_i / (k - 1)$

- **NB :** La probabilité d'être à l'intérieur de l'intervalle correspond à moyenne  $\pm 3 \sigma$  de la moyenne soit 99,74% et de même pour l'étendue

- **NB :** Les constantes de multiplication de  $A3=2.66$  et  $D4=3.27$  sont des facteurs requis pour convertir la moyenne des étendues mobiles dans les valeurs nécessaires pour obtenir les limites appropriées de la carte de contrôle (voir table des constantes I dans les annexe)

- 4- Maintenir un journal de bord pour noter des évènements qui pourraient être reliés à des causes assignables

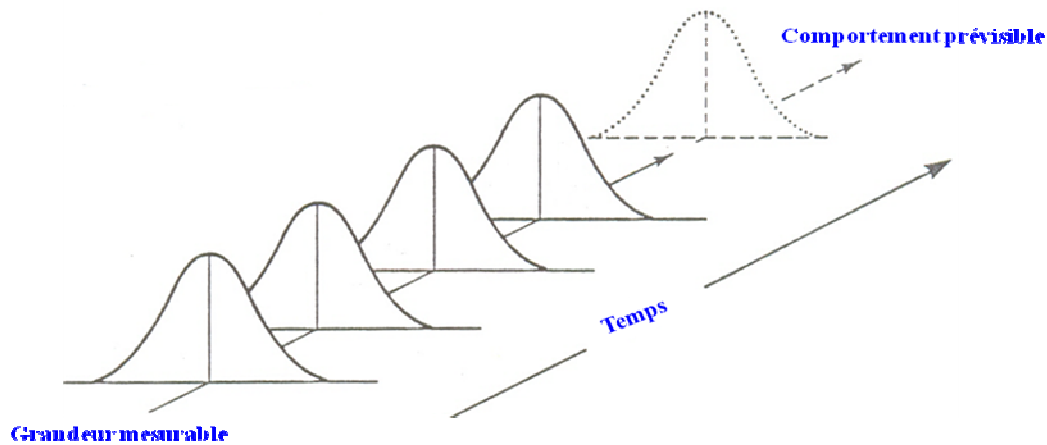
## Interprétation des cartes de contrôle :

### 2-1-Un procédé est stable :

Un procédé ou une caractéristique particulière est stable si la statistique qui permet d'en évaluer le comportement dans le temps n'est affectée que par des fluctuations aléatoires.

⇒ On dit que la variabilité est attribuable à des causes communes.

Procédé stable ou sous contrôle

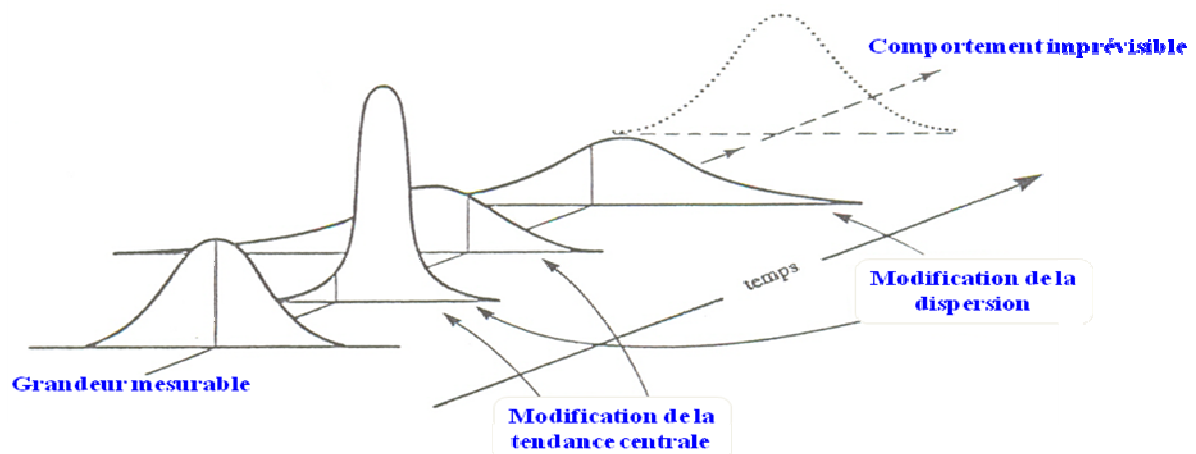


### 2-1-Un procédé instable :

On considère qu'une caractéristique de qualité est non maîtrisée non seulement si les points associés aux différents échantillonnages dans le temps ne sont pas à l'intérieur des limites mais également que les points soient disposés selon une suite anormale.

⇒ Et on dit que la variabilité est attribuable à des causes assignables

Procédé instable ou hors contrôle



**Estimation des incertitudes selon l'approche de GUM :**

### **Généralité :**

En sciences expérimentales, il n'existe pas de mesures exactes. Celle-ci ne peuvent être qu'entachées d'erreurs plus ou moins importantes selon le protocole choisi, la qualité des instruments de mesure ou le rôle de l'opérateur.

Le calcul d'incertitude permet d'évaluer correctement les erreurs qui se produisent lors de mesures liées à la vérification d'une relation entre différentes grandeurs physiques.

---

## **Évaluation des incertitudes de mesures par le processus de l'approche de GUM :**

Les instances de normalisation (ISO, BIPM, AFNOR,...) ont publiés en août 1999 un « guide pour l'expression de l'incertitude de mesure ». Le concept d'incertitude est relativement nouveau dans l'histoire de la mesure bien que l'erreur et l'analyse des erreurs soient des concepts depuis toujours pratiqués en métrologie. Avant ce guide, plusieurs approches existaient pour chiffrer les incertitudes de mesurage avec les inconvénients que cela entraînait sur l'analyse et sur la comparaison des résultats.

Selon Norme Française X 07-020 AFNOR (Août 1999) la démarche GUM commence par la description du processus d'essai ou d'analyse :

- La définition du mesurande (grandeur particulière soumise à mesurage) et la description de la méthode d'essai ou d'analyse quantitative
- L'identification et le recensement des différentes composantes de l'incertitude associée au résultat d'essai ou d'analyse à partir d'un diagramme de " causes-effet" traduit par la méthode des 5M (1-Main d'œuvre, 2- Matière, 3-Matériel, 4- Méthode et 5- Milieu).

### **Définition d'une incertitude de mesure**

Incertitude de mesure : Paramètre qui caractérise la dispersion des valeurs qui pourrait raisonnablement être attribuées à la grandeur mesurée. La norme retient deux types d'incertitudes les incertitudes de type A et les incertitudes de type B

- Évaluations de type A :

C'est le cas où l'opérateur fait toute une série de mesures. Le traitement des erreurs est statistique : *moyenne, écart-type*, ... Cette analyse statistique se fait lorsqu'on a peu d'indications sur les sources d'erreurs.

- Évaluations de type B :

Il est impossible, voire difficile de faire un calcul statistique (cas de la mesure unique). L'opérateur doit chercher et évaluer les sources d'erreurs. Le constructeur de l'instrument de mesure fournit des données telles que *la casse de l'appareil, le calibre, la résolution*. Il est nécessaire d'avoir une connaissance générale sur l'expérience.

### **3-1- Méthode de calcul des incertitudes type A**

Si on effectue n mesures et que l'on prend la moyenne ( $\bar{X} = \sum X_i/n$ ) comme estimation de X et on prendra :

---

$$u_A = S$$

Avec : S est l'écart type expérimentale

### 3-2 - Méthode de calcul des incertitudes type B :

L'évaluation de type B permet de déterminer les incertitudes de type B à partir de nos connaissances des erreurs ou phénomènes en jeu. Les incertitudes répondent à plusieurs lois de distribution amenant à des formules de calcul différentes. Les principales sont les suivantes :

- Si le constructeur fournit l'incertitude sous la forme :  $\Delta c = \pm \dots$ , alors,

L'incertitude est

$$u = \frac{\Delta c}{\sqrt{3}}$$

- Dans le cas des appareils de type analogiques, (exemple : multimètre à cadran, comparateur à cadran...)

L'incertitude est  $u = \frac{\Delta c}{\sqrt{12}}$  où  $\Delta c$  correspond à une division

- Lorsque l'incertitude suit une loi normale :

$$\text{L'incertitude est } u = \frac{\Delta c}{3}$$

### 3-3- incertitude composée :

L'incertitude totale d'une mesure s'appelle incertitude composée. Il s'agit d'une incertitude type approximative égale à la racine carrée de la variance totale obtenue en faisant la somme de variances peu importe la méthode d'évaluation (type A ou type B). Les calculs s'effectuent selon les techniques adéquates.

$$u_c = \sqrt{u_A^2 + u_B^2}$$

- Lorsque l'incertitude est issue de plusieurs sources d'incertitudes indépendantes, on évaluera pour chacune de ces sources, l'incertitude  $u_1, u_2, \dots, u_n$  due à chaque source. L'incertitude sur la grandeur d'entrée est alors évaluée par une incertitude composée obtenue par :

$$u = \sqrt{\sum \mu_i^2}$$

- Lorsque l'incertitude est issue de plusieurs paramètres liés par une relation Mathématique, on applique la loi de propagation des incertitudes :

---

$$\mu(y) = \sqrt{\sum \left(\frac{\delta f}{\delta x_i}\right)^2 \times \mu^2(x_i)}$$

### 3-4- Incertitude élargie :

#### a- Définition

L'incertitude élargie est obtenue en élargissant la valeur de l'incertitude composée. Le but de cet élargissement est d'offrir un intervalle de mesures à l'intérieur duquel les valeurs raisonnablement attribuables à la mesure offrent un degré de confiance élevé.

Cette extension s'obtient en multipliant l'incertitude composée par un facteur K de couverture appelé d'élargissement.

L'expression de l'incertitude élargie est la suivante :

$$u_g = u_c * k$$

#### b- Facteur d'élargissement K

C'est un facteur numérique utilisé comme multiplicateur de l'incertitude composée pour obtenir l'incertitude élargie

Pour avoir la valeur du facteur d'élargissement K qui donne un intervalle de confiance spécifié, il est nécessaire d'avoir une connaissance détaillée de la loi de probabilité caractérisée par le résultat de mesure et de son incertitude type.

k = 2 pour une confiance à 95 %.

k = 3 pour une confiance à 99 %.

---

# Partie

# expérimentale

## I. Adéquation du matériel :

Le laboratoire doit être équipé de tous matériels nécessaires pour une exécution correcte des essais, ce matériel doit être conforme aux spécifications pertinentes, en effet l'adéquation du matériel consiste à comparer le matériel existant au sein du laboratoire à celui spécifié par la norme pour chaque essai.

Pour ce la on essaiera de faire sortir le matériel prescrit dans chaque norme que ce soit équipement ou instrument et le comparer à ce luit disponible dans le laboratoire.

### 1- Viscosité cinématique à 40°C et à 100°C : NF EN ISO 3104 :

#### 1-1 Définition :

**Viscosité cinématique** : Résistance à l'écoulement d'un liquide soumis à la pesanteur. Pour un viscosimètre donné, le temps de l'écoulement d'un volume déterminé du liquide est directement proportionnel à sa viscosité cinématique

$$V = C * t$$

V : la viscosité cinématique



C : la constante du tube viscosimètre

t : le temps d'écoulement d'un volume précis du produit

### 1-2-adéquation du matériel :

Le tableau N°2 compare le matériel spécifié dans la norme NF EN ISO 3104 à celui disponible dans le laboratoire.

Matériel spécifié à l'essai par la norme	Matériel disponible	Décision
<b>Viscosimètre :</b> -Ubelohde étalonné  -à capillaire en verre -plage de viscosité de 0,5 à 100.000 mm <sup>2</sup> /s (Cst)	-Tube Ubelohde avec certificat d'étalonnage : -à capillaire en verre -plage de viscosité de 0,5 à 100.000 mm <sup>2</sup> /s (Cst)	<b>Conforme</b>
<b>Bain thermostat</b> contenant un liquide transparent d'une profondeur suffisante	Bain étalonné contenant un liquide transparent d'une profondeur suffisante	<b>Conforme</b>
<b>Dispositif de mesure de la T :</b> - en verre transparent ; - intervalle de T° : 0°C à 100°C - intervalle de T° : 0°C à 40°C	-En verre transparent -thermomètre 121C (0 à 100°C) - thermomètre 120C (0 à 40°C)	<b>Conforme</b>

**Tableau 2 : Adéquation du matériel de la Viscosité cinématique**

2-

### la masse volumique, méthode à

### l'aréomètre : NF EN ISO 3675 :

#### 2-1 Définition :

Masse par unité de volume, exprimée soit en kilogrammes par mètre cube, soit en grammes par millilitre à 15 °C et 101,325 kPa.

$$\rho = \rho_{em} + 0,65 (T_{em} - 15^{\circ}\text{C})$$

$\rho_{em}$  : la masse volumique a température ambiante en kg/m<sup>3</sup>

$T_{em}$  : la température d'essai en °C

#### 2-2-Adéquation du matériel :

Le tableau N°3 présente le matériel spécifié dans la norme NF EN ISO 3675 relative à l'essai de la masse volumique et celui présent dans le laboratoire

Matériel spécifié à l'essai par la norme	Matériel disponible	Décision
--	---------------------	----------

<b>Aréomètres :</b> -en verre, gradués en unités de masse volumique, - conformes à l'ISO 649-1	- en verre, gradués en unités de masse volumique, -corrigé suite à la norme ISO 649-1	<b>Conforme</b>
<b>Éprouvette :</b> - en verre transparent, en matière plastique ou en métal - hauteur telle que l'aréomètre puisse flotter librement. - un diamètre intérieur au moins supérieure de 25 mm au diamètre extérieur de l'aréomètre	-en verre transparent,  -hauteur telle que l'aréomètre puisse flotter librement. - le diamètre intérieur est supérieur de 25 mm au diamètre extérieur de l'aréomètre	<b>Conforme</b>
<b>Thermomètre :</b> -Thermomètre : 39C et IP 64C/ASTM 12C conviennent	-thermomètre de la série ASTM12C	<b>Conforme</b>

**Tableau 3 : Adéquation du matériel de la masse volumique**

3- Détermination du point d'éclair à vase ouvert NF en ISO 2592 :

3-1 Définition :

C'est la température la plus basse de la prise d'essais corrigée à une pression atmosphérique de 101.3kPa à la quelle l'application d'une flamme d'essai provoque l'inflammation des vapeurs émises puis la propagation de la flamme d'un coté à l'autre de la surface liquide dans des conditions d'essais spécifiées.

$$T_e = T_0 + 0,25 (101,3 - P)$$

**T<sub>0</sub>** : point d'éclair à la pression atmosphérique ambiante.

**P** : pression atmosphérique ambiante en kPa.

3-2-Adéquation du matériel :

Le tableau N°4 présente le matériel spécifié dans la norme NF ISO 2592 relative à l'essai du point d'éclair et celui présent dans le laboratoire

<b>Matériel spécifié à l'essai par la norme</b>	<b>Matériel disponible</b>	<b>Décision</b>
-Vase d'essai en laiton ou autre métal inoxydable de conductivité thermique équivalente -Plaque chauffante -Dispositif de balayage de la flamme d'essai	Appareil Cleveland à vase ouvert	<b>Conforme</b>

<b>-Support de thermomètre</b>		
<b>Baromètre</b> -précis a 0,1 kPa	-baromètre précis à 0,1 kPa	<b>Conforme</b>
<b>Thermomètre :</b> -Thermomètre : IP 28C/ASTM 11C conviennent - Thermomètre a immersion partiel	-thermomètre de la série ASTM11C a immersion partiel	<b>Conforme</b>

**Tableau N°4 : Adéquation du matériel du point d'éclair**

4-

### Conclusion

D'après Les tableaux précédents, tout le matériel disponible au sein du laboratoire **techniques d'analyses et contrôle qualité** satisfait les exigences des normes internationales à chaque essai. Nous pouvons conclure que tous le matériel est conforme. Donc je peux passer au contrôle en service des équipements.

## II. Contrôle des équipements et des instruments de mesure en service :

Après avoir vérifié le matériel, et être sur de la fiabilité de nos équipements. Et dans le but du contrôle en service des essais de caractérisation des huiles lubrifiantes, on peut procéder à l'établissement des cartes de contrôle pour mesures individuelles type **moyenne, étendue mobile**, pour bien contrôler l'application du mode opératoire et de surveiller la dispersion des résultats suite au dérive d'un appareil (et/ou accessoires) ou d'un produit (réactifs, produits de référence...etc.) au sein du laboratoire.

Dans ce travail, on a utilisé pour établir les cartes de contrôle une nouvelle huile acquise par le laboratoire c'est **Une huile moteur ayant comme code à l'OCP 10001.00328** (voir annexes): Utilisée dans la détermination de : la masse volumique, la viscosité cinématique et le point d'éclair.

Alors on a effectuée 18 essai pour la viscosité cinématique et le point d'éclair mais pour la masse volumique je me suis contenté de 15 essai pour une question de cout.

**NB :** Le contrôle consiste à mesurer une caractéristique quantitative d'une distribution gaussienne sur une unité avec une taille d'échantillon égal à 1 (une seul observation) c'est pour cela que j'ai choisi les cartes des mesure individuelles type moyenne, étendue mobile.

1-

### Viscosité cinématique à 100 °c et

### à 40°c (Norme NF EN ISO 3104):

#### 1-1-Réactifs et matériel:

- **Solution de nettoyage et séchage** : l'essence pétrolière et l'acétone.
- **étalons de travail secondaire** : Huile moteur codé 10001.00328
- **Viscosimètres** : nous avons travaillé avec des viscosimètres étalonnés.
- **Bain thermostatique** : 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** : nous avons utilisé des thermomètres en verre et à liquide vérifiés dans la partie précédente.
- **Dispositif de mesure du temps** : Nous avons utilisé le chronomètre vérifié codé 53 575, ayant une sensibilité de 0,01s.

### 1-2-Mode opératoire :

- Les tubes sont nettoyés soigneusement en effectuant plusieurs rinçages avec l'essence pétrolière
- Les tubes sont rincés avec un solvant de séchage (acétone) ;
- Les tubes sont séchés en y circulant un léger courant d'air sec durant 2minutes jusqu'à élimination de toute trace de solvant.
- régler le bain thermostatique à la température de l'essai (pour la viscosité à 40°C et pour la viscosité à 100°C) et la maintenir constante.
- Remplir les viscosimètres avec l'huile ETS jusqu' au repère indiqué ;
- Les plonger dans les bains thermostatiques et les laisser s'adapter à la température des bains ;
- Aspirer à l'aide d'une pompe l'échantillon, jusqu'à la boule de sécurité (en haut du trait supérieur du tube) ;
- Laisser couler l'échantillon, déclencher le chronomètre lorsqu' il arrive au trait supérieur et l'arrêter lorsqu'il arrive au trait inférieur du tube ;
- Noter le temps d'écoulement de l'échantillon entre les deux traits ;

### 1-3-résultats des mesures :

N° d'essai	N de tube	Cst	t1	t2	tm	Vis en mm <sup>2</sup> /s	Etendue
1	1541	0,488	220,9	221	220,95	107,8236	0,18595
2	3037	0,473	228,1	228,6	228,35	108,00955	0,482
3	3041	0,481	223,7	223,4	223,55	107,52755	0,24725
4	1541	0,488	220,8	220,9	220,85	107,7748	0,14365
5	3037	0,473	227,6	227,5	227,55	107,63115	0,24675
6	1541	0,488	219,9	220,2	220,05	107,3844	0,19945
7	3037	0,473	227,4	227,5	227,45	107,58385	0,3766
8	3041	0,481	224,1	224,8	224,45	107,96045	0,229575
9	7287	0,5045	214,4	214,5	214,45	108,190025	0,488425
10	1541	0,488	221	220,4	220,7	107,7016	0,122
11	1541	0,488	220,6	220,3	220,45	107,5796	0,28465
12	3041	0,481	224,4	224,1	224,25	107,86425	0,10575
13	1541	0,488	221,4	221,1	221,25	107,97	0,0787
14	3037	0,473	228,1	228,1	228,1	107,8913	0,2735

15	7287	0,5045	214,3	214,5	214,4	108,1648	0,634
16	1541	0,488	220	220,7	220,35	107,5308	0,5024
17	3037	0,473	228,5	228,3	228,4	108,0332	0,356
18	1541	0,488	220,5	220,8	220,65	107,6772	

**Tableau N°5 : Résultats d'essai pour la viscosité à 40°C**

N° d'essai	N° de tube	Cst du tube	t1	t2	tmoy	Vis en mm <sup>2</sup> /s	Etendue
1	5135	0,0487	304,6	305,6	305,1	14,85837	0,02727
2	9210	0,0462	321,8	322,6	322,2	14,88564	0,034575
3	5135	0,0487	305,3	304,6	304,95	14,851065	0,029955
4	9210	0,0462	322,3	321,9	322,1	14,88102	0,00657
5	5135	0,0487	305,8	305,6	305,7	14,88759	0,02043
6	9210	0,0462	321,4	322,2	321,8	14,86716	0,05544
7	9210	0,0462	322,6	323,4	323	14,9226	0,03465
8	9210	0,0462	322,5	322	322,25	14,88795	0,036885
9	5135	0,0487	304,6	305,3	304,95	14,851065	0,029955
10	9210	0,0462	320,8	323,4	322,1	14,88102	0,00657
11	5135	0,0487	306	305,4	305,7	14,88759	0,03896
12	5135	0,0487	306,4	306,6	306,5	14,92655	0,02243
13	9210	0,0462	322,1	323,1	322,6	14,90412	0,06036
14	5135	0,0487	304,7	304,9	304,8	14,84376	0,03896
15	5135	0,0487	306,3	304,9	305,6	14,88272	0,03757
16	9210	0,0462	322,8	323,1	322,95	14,92029	0,02296
17	5135	0,0487	306,8	305	305,9	14,89733	0,0091
18	9210	0,0462	323,1	322,2	322,65	14,90643	

**Tableau N°6 : Résultats d'essai pour la viscosité à 100°C**

*1-4-calcul de la moyenne, l'étendue mobile et les limite de contrôle :*

Selon les résultats obtenus dans le tableau (6) les limites de la carte de contrôle de la moyenne et l'étendue mobile sont calculées comme suites :

**A 40°C :**

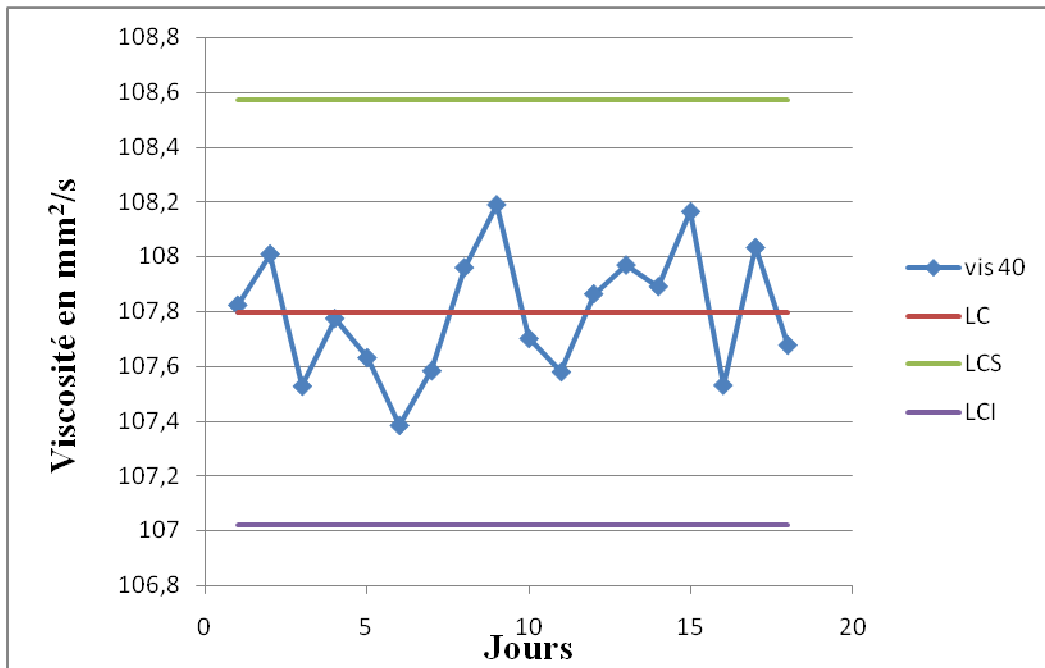
Type de carte	LC	LCS	LCI
Carte de la moyenne $\bar{X}$	107,74	108,57	107,02
Carte de l'étendue mobile Em	0,29	0,95	0

**A 100°C :**

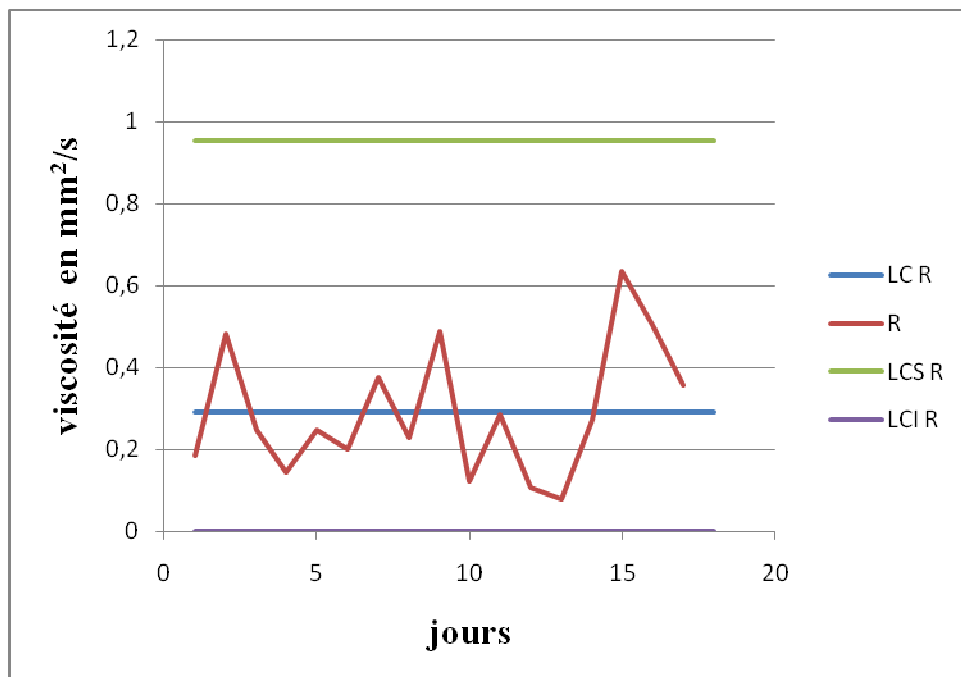
Type de carte	LC	LCS	LCI
Carte de la moyenne $\bar{X}$	14,88	14,96	14,8
Carte de l'étendue mobile Em	0,03	0,098	0

*1-5-établissement et interprétation des cartes :*

**Viscosité cinématique a 40°C :**



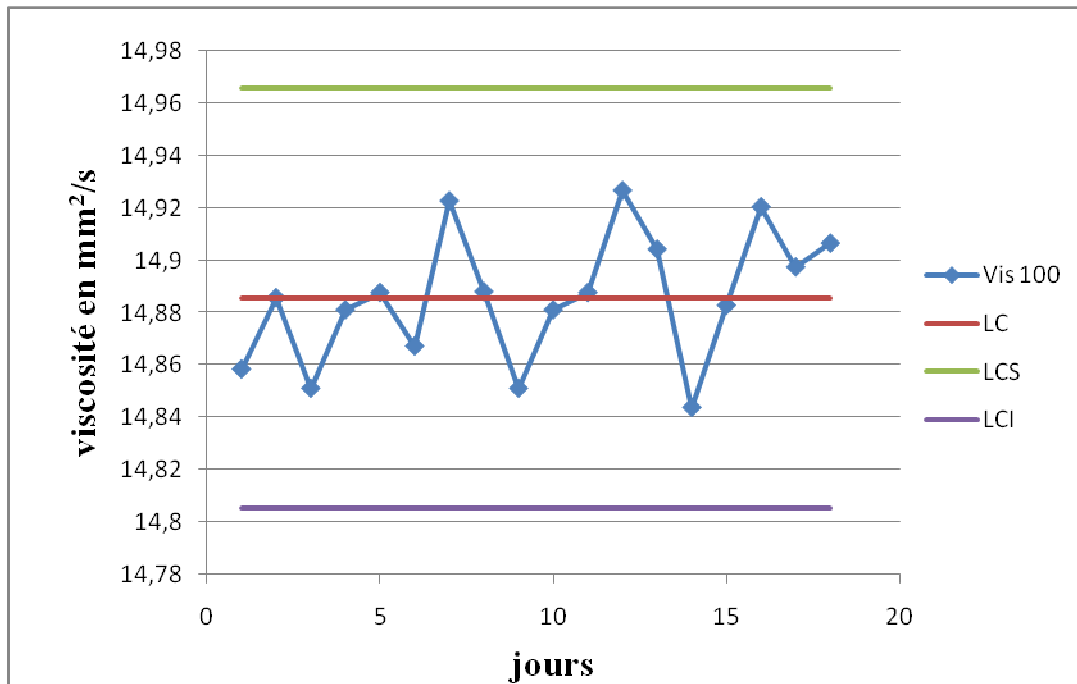
Carte de contrôle de la moyenne  $\bar{X}$



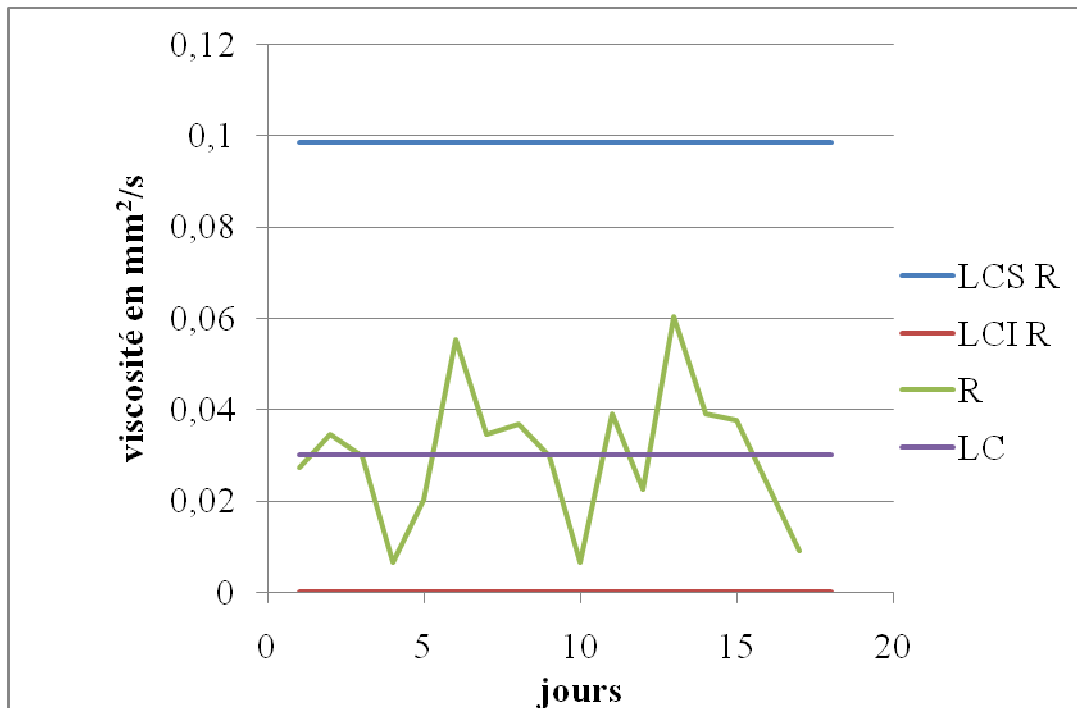
Carte de contrôle pour l'étendue mobile Em

- D'après les cartes  $\bar{X}$ , Em pour la viscosité cinématique a 40°C on observe que les valeurs de contrôle se situent à l'intérieur des limites de contrôle et que la variation autour de la moyenne sauf 3 points qui paraissent anormale mais on revenant aux résultats on trouve que c'est due au changement du tube viscosimètre donc le graphe est normale.

**Viscosité cinématique a 100°C :**



Carte de contrôle de la moyenne  $\bar{X}$



Carte de contrôle de l'étendue mobile  $E_m$

- D'après les cartes  $\bar{X}$ ,  $E_m$  pour la viscosité cinématique à 100°C on observe que les valeurs de contrôle se situent à l'intérieur des limites de contrôle et que la variation autour de la moyenne est normale donc le graphe est normal.
- On peut donc conclure que la procédure (essai de la viscosité cinématique) est sous contrôle et qu'il n'est pas nécessaire d'agir sur le procédé

EN ISO 3675):2-1 –Matériel et réactifs :

- **Éprouvette**, en verre transparent, avec un diamètre intérieur supérieur de 25 mm au diamètre extérieur de l'aréomètre, et une hauteur telle que l'aréomètre puisse flotter dans l'échantillon et qu'il reste un espace d'au moins 25 mm entre l'extrémité de l'aréomètre et le fond de l'éprouvette.
- **Aréomètres**, en verre, gradués en unités de masse volumique. Vérifié codé 89515
- **Thermomètre** : Nous avons utilisé le thermomètre vérifié de la série ASTM 191
- **Liquide de vérification** : Huile moteur codé 10001.00328

2-2- Mode opératoire :

- Introduire une prise d'essai suffisante à la température d'essai dans une éprouvette propre de 500 ml placer en position verticale dans un endroit à l'abri des courants d'air ;
- Plonger l'aréomètre et laisser le remonter jusqu'à la disparition d'air et la stabilisation de l'aréomètre en prenant soin de ne pas mouiller la tige ;
- Lorsque l'aréomètre est au repos et flotte librement, loin des parois de l'éprouvette, lire alors la valeur sur l'échelle de l'aréomètre ;
- Noter la valeur obtenue sur l'aréomètre au point de l'échelle où la surface du liquide coupe l'échelle (voir la figure 1 chapitre II) ;
- Immédiatement après avoir relevé la lecture sur l'aréomètre, retirer l'aréomètre du bain avec précaution, et mélanger l'échantillon verticalement à l'aide du thermomètre. Noter la température de la prise d'essai

2-3-résultats des mesures :

N° d'essai	température d'essai en °C	MV a T d'essai en Kg/cm <sup>3</sup>	Cst de l'aréomètre	$\Delta T$	MV a 15°C	étendue
1	19	887	0,00065	4	889,6	0,675
2	19,5	886	0,00065	4,5	888,925	1,495
3	21,8	886	0,00065	6,8	890,42	1,26
4	21,4	885	0,00065	6,4	889,16	1,025
5	19,9	887	0,00065	4,9	890,185	1,22
6	21,1	885	0,00065	6,1	888,965	1,78
7	22,3	886	0,00065	7,3	890,745	1,26
8	21,9	885	0,00065	6,9	889,485	1,715
9	23	886	0,00065	8	891,2	1,285
10	24,1	884	0,00065	9,1	889,915	1,13



11	24,3	885	0,00065	9,3	891,045	1,675
12	24,8	883	0,00065	9,8	889,37	0,48
13	24	884	0,00065	9	889,85	0,73
14	19,8	886	0,00065	4,8	889,12	0,365
15	21,9	885	0,00065	6,9	889,485	

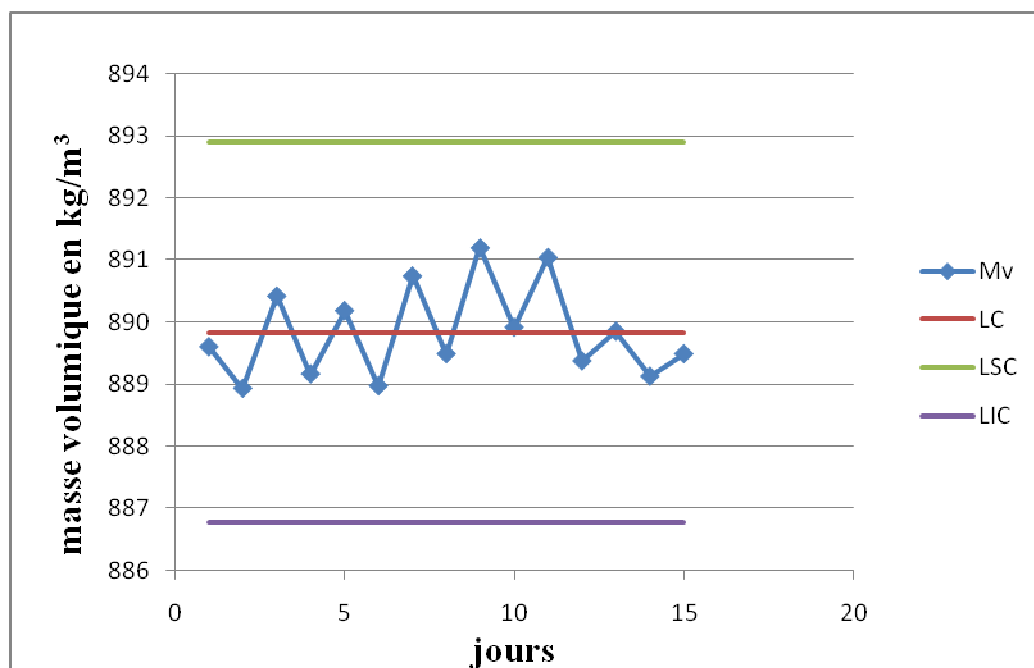
**Tableau N°7 : Résultats d'essai pour lamasse volumique**

*2-4-calcul de la moyenne, l'étendue mobile et les limite de contrôle :*

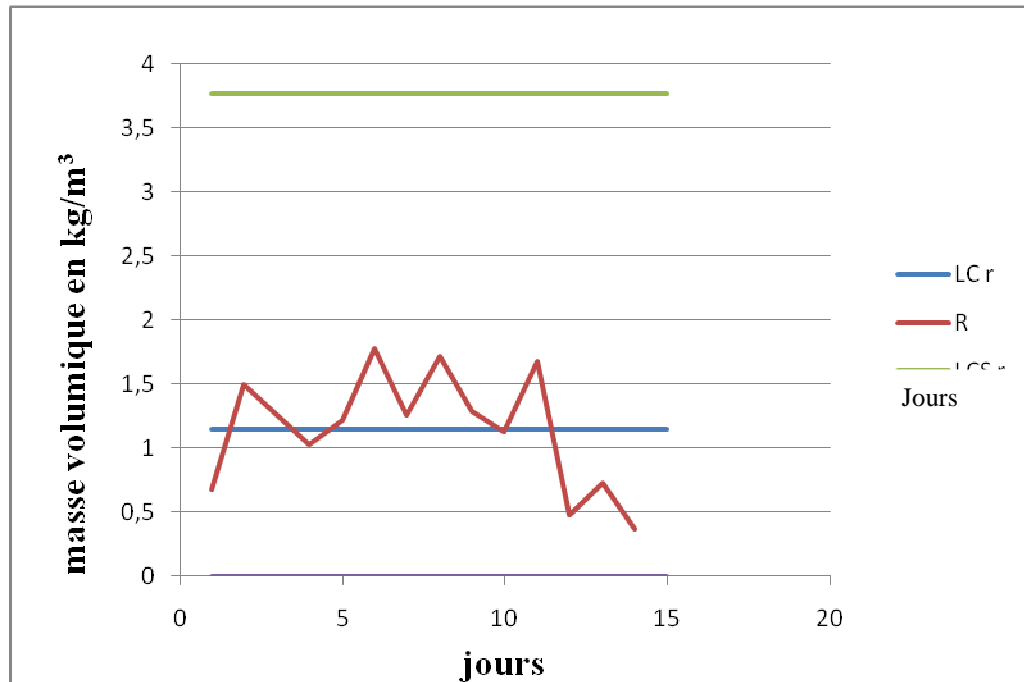
Selon les résultats obtenus dans le tableau (7) les limites de la carte de contrôle de la moyenne et l'étendue mobile sont calculées comme suites :

Type de carte	LC	LCS	LCI
Carte de la moyenne $\bar{X}$	889,83	892,89	886,77
Carte de l'étendue mobile Em	1,15	3,76	0

*2-5-établissement et interprétation des cartes :*



Carte de contrôle de la moyenne  $\bar{X}$



Carte de contrôle de l'étendue mobile Em

- D'après les cartes  $\bar{x}$ , Em pour la masse volumique on observe que les valeurs de contrôle se situent à l'intérieur des limites de contrôle et que la variation autour de la moyenne est normale donc le graphe est normal.

- On peut donc conclure que la procédure (essai de la masse volumique) est sous contrôle et qu'il n'est pas nécessaire d'agir sur le procédé

3-

*Essai du point d'éclair (NF ISO*

*2592)*:

*3-1- réactifs et Matériel :*

- **Solvant de nettoyage**, l'essence pétrolière pour enlever les traces d'échantillon du vase d'essai.
- **Liquides de vérification** : Huile moteur codé 10001.00328
- **Paille de fer**, de qualité suffisante pour enlever les dépôts de carbone sans endommager le vase d'essai.
- **Appareil Cleveland**, à vase ouvert
- **Écran protecteur**, d'une largeur de 460mm et d'une hauteur de 610mm environ, avec une ouverture sur le devant.
- **Baromètre**, précis à 0,1 kPa
- **Thermomètre** : Nous avons utilisé le thermomètre vérifié de la série ASTM11C

*3-2- Mode opératoire :*

- Laver le vase d'essai à l'aide d'un solvant approprié pour enlever toute trace de gomme ou de résidu restant d'un essai précédent.

- Remplir le vase d'essai à une température ambiante de manière à ce que le haut du ménisque soit situé exactement sur le trait de remplissage.
- Fixer le thermomètre dans une position verticale avec l'extrémité inférieure du réservoir située à 6 mm du fond du vase.
- Allumer la flamme d'essai et la régler de façon qu'elle ait un diamètre compris entre 3,2 mm et 4,8 mm
- Au début chauffer de manière que la vitesse d'évaluation de la température de la prise d'essai soit comprise entre 14°C/mn et 17°C/mn, et lorsque la température de la prise d'essai atteint une valeur environ 56°C au-dessous du point d'éclair attendu réduire le chauffage pour qu'il soit compris entre 5°C/mn et 6°C/mn
- A une température de 23°C ± 5°C précédant le point d'éclair attendu faire passer la flamme chaque 2°C jusqu'à l'inflammation de la vapeur de la prise d'essai
- Noter cette température comme point d'éclair observé.

### 3-3-résultats des mesures :

N° d'essai	Te à pression amb en °C	PRESSION en KPa	Te corrigé en °C	Etendue
1	208	101,4	207,975	2,05
2	206	101,6	205,925	2,1
3	208	101,2	208,025	4
4	204	101,2	204,025	4
5	208	101,2	208,025	2
6	206	101,2	206,025	2,025
7	204	101,3	204	4,0125
8	208	101,25	208,0125	4
9	204	101,25	204,0125	2
10	206	101,25	206,0125	3,9875
11	202	101,2	202,025	4,175
12	206	100,5	206,2	1,975
13	208	100,6	208,175	2
14	206	100,6	206,175	2,025
15	204	100,7	204,15	4
16	208	100,7	208,15	2,025
17	206	100,8	206,125	2
18	208	100,8	208,125	

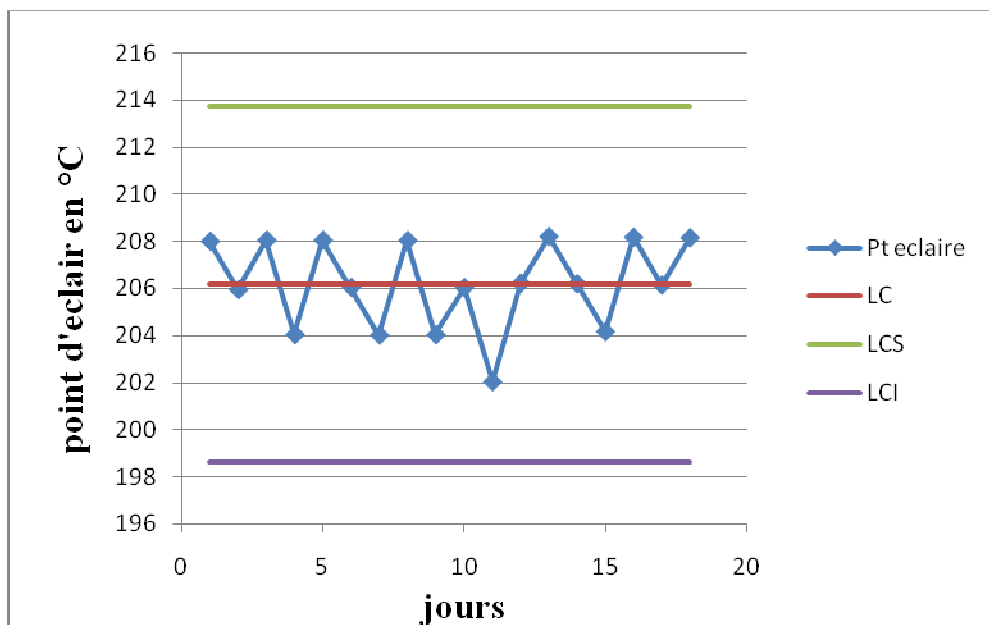
**Tableau N°8 : Résultats d'essai pour le point d'éclair**

3-4-calcul de la moyenne, l'étendue mobile et les limite de contrôle :

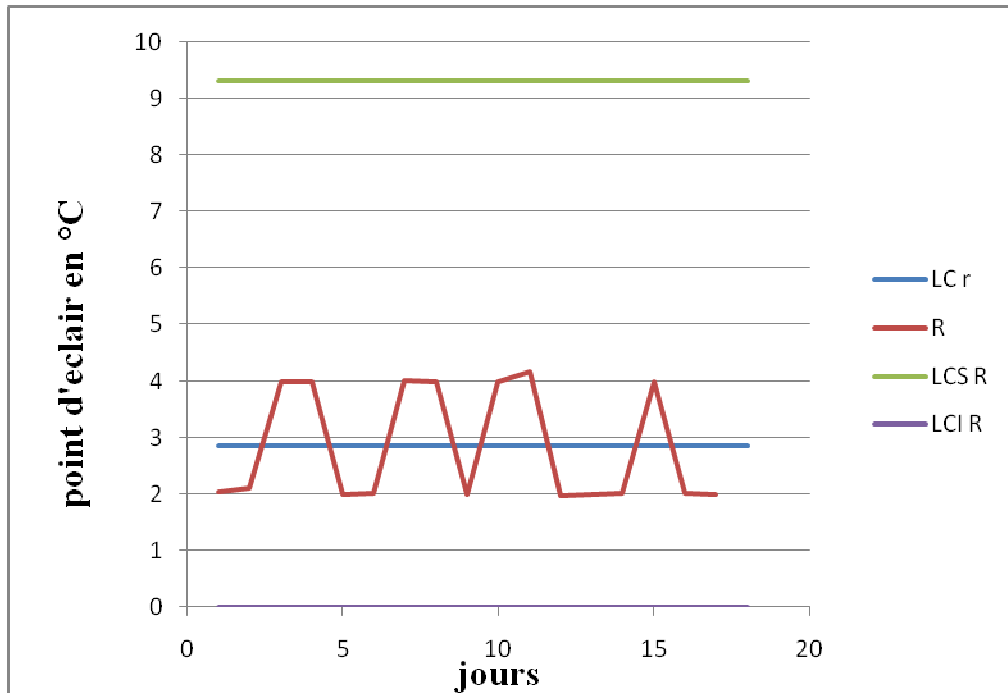
Selon les résultats obtenus dans le tableau (6) les limites de la carte de contrôle de la moyenne et l'étendue mobile sont calculées comme suites :

Type de carte	LC	LCS	LCI
Carte de la moyenne $\bar{X}$	206,17	213,74	198,6
Carte de l'étendue mobile Em	2,84	9,3	0

3-5-établissement et interprétation des cartes :



Carte de contrôle de la moyenne  $\bar{X}$



#### Carte de contrôle de l'étendue mobile Em

- D'après les cartes  $\bar{x}$ , Em pour le point d'éclair on observe que les valeurs de contrôle se situent à l'intérieur des limites de contrôle et que la variation autour de la moyenne est normale donc le graphe est normal.
- On peut donc conclure que la procédure (essai du point d'éclair) est sous contrôle et qu'il n'est pas nécessaire d'agir sur le procédé

4-

#### conclusion :

D'après les cartes de contrôle de la moyenne, étendue mobile présentées dans les figures ci-dessus, on peut conclure que les procédés des essais suivants : Viscosité cinématique à 40°C et à 100°C, masse volumique, et point d'éclair sont bien maîtrisés et ils sont sous contrôle.

### III. Estimation et calcul des incertitudes des mesures :

Le calcul des incertitudes a pour but d'évaluer correctement les erreurs qui se produisent lors des mesures liées à la vérification d'une relation entre différentes grandeurs physiques.

Les instruments de mesure n'étant pas de précision infinie, les mesures faites pendant une expérience ne sont pas exactes il faut donc déduire les marges d'erreurs.

Cette partie a pour objet de détailler la méthodologie du calcul des incertitudes par la loi de propagation des dérivées partielles de l'approche du GUM, afin d'évaluer l'incertitude de mesure issue de l'analyse des essais effectués précédemment.

NB : n le nombre de mesure est égal à 15 pour les quatre essais.

1-

#### la viscosité cinématique à 40°C et

#### à 100°C :

1-1-Recensement des ressources d'incertitude selon les 5M :

Origine de l'incertitude	Désignation de l'incertitude	Type d'incertitude	Méthode d'évaluation
Matériel	Incertitudes dues à l'étalonnage du matériel	B	Certificat d'étalonnage
Matériel	Incertitudes dues à la résolution du matériel utilisé	B	Résolution $l=0.5$ d/racine (3)
Main d'œuvre	Incertitude due à l'opérateur Répétabilité	A	Calcul de l'écart type

1-2-Quantification avec l'approche du "GUM"

La viscosité cinématique est calculée à partir de la formule suivante :

$$v = t \times C \times \frac{g_2}{g_1}$$

Si on applique la loi de propagation de l'incertitude, nous obtenons pour l'incertitude composée sur v :

$$U_c^2(v) = \left(\frac{\partial v}{\partial C}\right)^2 U^2(C) + \left(\frac{\partial v}{\partial t}\right)^2 U^2(t) + \left(\frac{\partial v}{\partial g_1}\right)^2 U^2(g_1) + \left(\frac{\partial v}{\partial g_2}\right)^2 U^2(g_2)$$

Avec :

- v : Viscosité cinématique à 40 ou à 100°C
- C : Constante du tube viscosimètre
- g1 : Accélération de la pesanteur du laboratoire d'étalonnage
- g2 : Accélération de la pesanteur du laboratoire de contrôle de qualité
- t : Temps moyen d'écoulement de l'échantillon
- Ug1 : Incertitude sur g1
- Ug2 : Incertitude sur g2
- Ut : Incertitude du chronomètre
- Uc : Incertitude sur la constante du tube viscosimètre

$$\left(\frac{\partial v}{\partial C}\right) = t \times \frac{g_2}{g_1} \qquad \left(\frac{\partial v}{\partial g_2}\right) = C \times \frac{t}{g_1}$$

$$\left(\frac{\partial v}{\partial t}\right) = C \times \frac{g_2}{g_1} \qquad \left(\frac{\partial v}{\partial g_1}\right) = -C \times \frac{t \times g_2}{g_1^2}$$

- U(t) est l'incertitude associée au temps d'écoulement. Elle est égale à :

$$U(t) = \sqrt{U_{\text{étal}}^2(t) + U_{\text{rés}}^2(t) + U_{\text{rép}}^2(t)}$$

Avec :

\*  $U_{\text{étal}}(t)$  est l'incertitude d'étalonnage du chronomètre. Elle est égale à:

$$U_{\text{étal}}(t) = \frac{I_{\text{certificat}}}{2}$$

\*  $U_{\text{rés}}(t)$  est l'incertitude de lecture (résolution) du chronomètre. Elle égale à:

$$U_{\text{reso}}(t) = (0,5 \times r(t)) / \sqrt{3}$$

\*  $U_{\text{rép}}(t)$  est l'incertitude due à la répétabilité. Elle égale à:

$$U_{\text{rép}}(t) = S \text{ (écart type)}$$

-  $U(C)$  est l'incertitude d'étalonnage de tube viscosimètre, Elle est égale à :

$$U_{\text{étal}}(C) = \frac{I_{\text{certificat}}}{2}$$

-  $U(g_1)$  est l'incertitude associée à la valeur de gravité dans le laboratoire d'étalonnage.

-  $U(g_2)$  est l'incertitude associée à la valeur de gravité dans le laboratoire de contrôle qualité.

• L'incertitude élargie est :

$$U_e = k \times U_c$$

( $k = 2$  facteur d'élargissement qui correspond un niveau de confiance de 95%)

### 1-3-Application numérique

**Donnés :**

- $g_1 = 9,80665 \text{ m/s}^2$
- $g_2 = 9,794 \text{ m/s}^2$
- $U_{g1} = 5 \times 10^{-4}$
- $U_{g2} = 10^{-3}$
- $I_{\text{certificat}}(C1) = 0,00018$  avec  $C1 = 0,488$  à  $40^\circ\text{C}$
- $I_{\text{certificat}}(C2) = 0,00004$  avec  $C2 = 0,0487$  à  $100^\circ\text{C}$
- $r(t) = 0,01 \text{ s}$
- $I_{\text{certificat}}(\text{chronomètre}) = 0,78 \text{ s}$
- $t$  à  $40^\circ\text{C} = 220,6 \text{ en (s)}$
- $t$  à  $100^\circ\text{C} = 305,46 \text{ en (s)}$

### À $40^\circ\text{C}$

$$\left( \frac{\partial v}{\partial C} \right) = t \times \frac{g_2}{g_1} = 220,31544$$

$$\left( \frac{\partial v}{\partial t} \right) = C \times \frac{g_2}{g_1} = 0,48737$$

$$\left( \frac{\partial v}{\partial g_2} \right) = C \times \frac{t}{g_1} = 10,97753$$

$$\left( \frac{\partial v}{\partial g_1} \right) = -C \times \frac{t \times g_2}{g_1^2} = -10,96337$$

$$U_{\text{rés}}(t) = 0,0029$$

$$U_{\text{étal}}(t) = 0,39$$

$$U_{\text{rép}}(t) = 0,1827$$

L'incertitude associée au temps d'écoulement :  $U_{(t)} = 0,43$

L'incertitude d'étalonnage de tube viscosimètre :  $U_{(C)} = 0,00009$

Donc l'incertitude composée égale :  $U_c(v) = 0,21$

Et l'incertitude élargie égale :  $U_e(v) = 0.42$

### À 100° C

$$\left(\frac{\partial v}{\partial C}\right) = t \times \frac{g_2}{g_1} = 305,06597$$

$$\left(\frac{\partial v}{\partial t}\right) = C \times \frac{g_2}{g_1} = 0,04863$$

$$\left(\frac{\partial v}{\partial g_2}\right) = C \times \frac{t}{g_1} = 1,516919$$

$$\left(\frac{\partial v}{\partial g_1}\right) = -C \times \frac{t \times g_2}{g_1^2} = -1,51496$$

$$U_{\text{rés}}(t) = 0,0029$$

$$U_{\text{étal}}(t) = 0,39$$

$$U_{\text{rép}}(t) = 0,0247$$

L'incertitude associée au temps d'écoulement :  $U_{(t)} = 0,39 \text{ s}$

L'incertitude d'étalonnage de tube viscosimètre :  $U_{(C)} = 0,00002$

Donc l'incertitude composée égale :  $U_c(v) = 0,02$

Et l'incertitude élargie égale :  $U_e(v) = 0.04$

### 1-4-Conclusion :

D'après l'étude élaborée ci-dessus, L'incertitude de mesure qu'on doit accompagner à la viscosité cinématique est de l'ordre de 0,42 pour la viscosité à 40°C et de l'ordre 0,04 pour la viscosité à 100 °C.



-La viscosité à 40°C est égale à  $107.74 \pm 0.42$  mm<sup>2</sup>/s

-La viscosité à 100°C est égale à  $14.88 \pm 0.04$  mm<sup>2</sup>/s.

2-

la masse volumique :

2-1-Recensement des ressources d'incertitude selon les 5M :

Origine de l'incertitude	Désignation de l'incertitude	Type d'incertitude	Méthode d'évaluation
Matériel	Incertitudes due à l'étalonnage de l'aréomètre et le thermomètre	B	Certificat d'étalonnage
Matériel	Lecture de la mesure de l'aréomètre et le thermomètre	B	Résolution I=0.5 d/racine (3)
Main d'œuvre	Incertitude due a la répétabilité de l'opérateur	A	Par écart-type ou l'étendue de la mesure

2-2-Quantification avec l'approche du "GUM" :

La masse volumique est calculée à partir de la formule suivante :

$$MV = MV_{lue} + [(T_2 - T_1) \times C_R]$$

Si on applique la loi de propagation de l'incertitude, nous obtenons pour l'incertitude composée sur MV :

Avec :

$$U_c^2(MV) = \left( \frac{\partial MV}{\partial T} \right)^2 U^2(T) + \left( \frac{\partial MV}{\partial MV_{lue}} \right)^2 U^2(MV_{lue})$$

- MV: masse volumique corrigée.
- MV<sub>lue</sub> : masse volumique lue
- C<sub>R</sub> : est une constante (un facteur de correction égale à 0,65)
- T2 : température de l'échantillon
- T1 : température égale à 15°C
- U (T) : incertitude associée au thermomètre.
- U (MV<sub>lue</sub>) : incertitude associée à la masse volumique lue.

$$\left( \frac{\partial MV}{\partial T} \right) = C_R \times \left( \frac{\partial (\Delta T)}{\partial T} \right) = C_R$$

$$\left( \frac{\partial MV}{\partial MV_{lue}} \right) = 1$$

- U (MV<sub>lue</sub>) est l'incertitude associée à la masse volumique lue. Elle est égale à :

$$U (MV_{lue}) = \sqrt{U_{\text{étal}}^2 (A) + U_{\text{rés}}^2 (A) + U_{\text{rép}}^2 (A)}$$

Avec :

\*  $U_{\text{étal}}(A)$  est l'incertitude d'étalonnage de l'aréomètre. Elle est égale à :

$$U_{\text{étal}} (A) = \frac{I_{\text{certificat}}}{2}$$

\*  $U_{\text{rés}}(A)$  est l'incertitude de lecture (résolution) de l'aréomètre. Elle égale à :

$$U_{\text{reso}} (A) = (0,5 \times r (A)) / \sqrt{3}$$

\*  $U_{\text{rép}}(A)$  est l'incertitude due à la répétabilité. Elle égale à :

$$U_{\text{rép}} (A) = S \text{ (écart type)}$$

-  $U(T)$  est l'incertitude associée à la température d'essai. Elle est égale à :

$$U (T) = \sqrt{U_{\text{étal}}^2 (T) + U_{\text{rés}}^2 (T)}$$

Avec :

\*  $U_{\text{étal}}(T)$  est l'incertitude d'étalonnage du thermomètre. Elle est égale à :

$$U_{\text{étal}} (T) = \frac{I_{\text{certificat}}}{2}$$

\*  $U_{\text{rés}}(t)$  est l'incertitude de lecture (résolution) du thermomètre. Elle égale à :

$$U_{\text{reso}} (T) = (0,5 \times r (T)) / \sqrt{3}$$

L'incertitude élargie est :

$$U_e = k \times U_c$$

( $k = 2$  facteur d'élargissement qui correspond un niveau de confiance de 95%)

### 2-3-Application numérique

**Donnés :**

- I certificat (A)=1 kg/m<sup>3</sup>
- I certificat (T)=0,02 °C
- r(A) = 1 kg/m<sup>3</sup>
- r(T) = 0,06 °C
- $U_{\text{rép}}(A)=S= 0,7414$
- 

$$\left( \frac{\partial MV}{\partial T} \right) = C_R \times \left( \frac{\partial (\Delta T)}{\partial T} \right) = C_R = 0,65$$

$$\left( \frac{\partial MV}{\partial MV_{lue}} \right) = 1$$

L'incertitude associée a la masse volumique lue :  $U(MV_{lue})=0,939$

L'incertitude associée a la température d'essai :  $U(T)=0,065$

Donc l'incertitude composée égale :  $U_c (MV) = 0,94$

Et l'incertitude élargie égale :  $U_e (MV) = 1,88$

### 2-4-Conclusion :

D'après cette étude, L'incertitude de mesure qu'on doit accompagner la masse volumique est de l'ordre de 1,88

$$Mv = (889,8 \pm 1.88) \text{ Kg/m}^3$$

3-

point d'éclair en vase ouverte :

### 3-1-Recensement des ressources d'incertitude selon les 5M :

Origine de l'incertitude	Désignation de l'incertitude	Type d'incertitude	Méthode d'évaluation
Matériel	Incertitudes due à l'étalonnage du thermomètre et le baromètre	B	Certificat d'étalonnage
Matériel	Lecture de la mesure du thermomètre et le baromètre	B	Résolution I=0.5 d/racine (3)
Main d'œuvre	Incertitude due a la répétabilité de l'opérateur	A	Par écart-type ou l'étendue de la mesure

### 3-2-Quantification avec l'approche du "GUM" :

Le point d'éclair est calculé à partir de la formule suivante :

$$T_e = T_{e \text{ lue}} + [(P_2 - P_1) \times CR]$$

Si on applique la loi de propagation de l'incertitude, nous obtenons pour l'incertitude composée sur  $T_e$  :

$$\text{Avec : } U_c^2(T_e) = \left( \frac{\partial T_e}{\partial P} \right)^2 U^2(P) + \left( \frac{\partial T_e}{\partial T_{e \text{ lue}}} \right)^2 U^2(T_{e \text{ lue}})$$

- $T_e$ : point d'éclair corrigé.
- $T_{e \text{ lue}}$ : température d'éclair lue.
- $C_R$  : est une constante (un facteur de correction égale a 0,25)
- $P_2$  : pression égale à 101,3 kPa
- $P_1$  : pression atmosphérique au moment d'essai.
- $U(P)$  : incertitude associée au baromètre.
- $U(T_{e \text{ lue}})$  : incertitude associée à la température d'éclair lue.

$$\left( \frac{\partial T_e}{\partial P} \right) = C_R \times \left( \frac{\partial (\Delta P)}{\partial P} \right) = C_R$$

$$\left( \frac{\partial T_e}{\partial T_{e \text{ lue}}} \right) = 1$$

-  $U(T_{e \text{ lue}})$  est l'incertitude associée à la température d'éclair lue. Elle est égale à :

$$U(T) = \sqrt{U_{\text{étal}}^2(T) + U_{\text{rés}}^2(T) + U_{\text{rép}}^2(T)}$$

Avec

\*  $U_{\text{étal}}(T)$  est l'incertitude d'étalonnage du thermomètre. Elle est égale à :

$$U_{\text{étal}}(T) = \frac{I_{\text{certificat}}}{2}$$

\*  $U_{\text{rés}}(T)$  est l'incertitude de lecture (résolution) du thermomètre. Elle est égale à :

$$U_{\text{reso}}(T) = (0,5 \times r(T)) / \sqrt{3}$$

\*  $U_{\text{rép}}(T)$  est l'incertitude due à la répétabilité. Elle égale à :

$$U_{\text{rép}}(T) = S \text{ (écart type)}$$

-  $U(P)$  est l'incertitude associée à la pression d'essai. Elle est égale à :

$$U(P) = \sqrt{U_{\text{étal}}^2(P) + U_{\text{rés}}^2(P)}$$

Avec :

\*  $U_{\text{étal}}(P)$  est l'incertitude d'étalonnage du baromètre. Elle est égale à :

$$U_{\text{étal}}(P) = \frac{I_{\text{certificat}}}{2}$$

\*  $U_{\text{rés}}(P)$  est l'incertitude de lecture (résolution) du baromètre. Elle égale à :

$$U_{\text{reso}}(P) = (0,5 \times r(P)) / \sqrt{3}$$

L'incertitude élargie est :

$$U_e = k \times U_c$$

( $k = 2$  facteur d'élargissement qui correspond un niveau de confiance de 95%)

### 3-3-Application numérique

**Donnés :**

-  $I_{\text{certificat}}(P) = 0,01 \text{ KPa}$

- I certificat (T)=0,1°C
- r(P) = 0,1 KPa
- r(T) = 2 °C
- Urép(T)=S= 1,92

Donc :

$$\left( \frac{\partial T_e}{\partial P} \right) = C_R \times \left( \frac{\partial (\Delta P)}{\partial P} \right) = C_R = 0,25$$

$$\left( \frac{\partial T_e}{\partial T_e \text{ lue}} \right) = 1$$

L'incertitude associée a la masse volumique lue :  $U(T_{e \text{ lue}})=2,011$

L'incertitude associée a la température d'essai :  $U(P)=0,029$

Donc l'incertitude composée égale :  $U_c(T_e) = 2^\circ\text{C}$

Et l'incertitude élargie égale :  $U_e(T_e) = 4^\circ\text{C}$

### 3-5-Conclusion :

D'après cette étude, L'incertitude de mesure qu'on doit accompagner la masse volumique est de l'ordre de 4.

$$\mathbf{T_e = (206 \pm 4) ^\circ\text{C}}$$

## CONCLUSION

Le stage que j'ai effectué au sein du laboratoire de contrôle des lubrifiants, s'est avéré fructueux, grâce aux nouvelles connaissances acquises et situations rencontrées. Mes connaissances professionnelles se sont bien enrichies grâce aux personnes compétentes que j'ai rencontrées dans le laboratoire. Ainsi le traitement d'un sujet lié au contrôle qualité, la maîtrise statistique des procédés est un sujet de grande valeur. Il fait partie de la responsabilité des cadres et nécessite du temps et de la patience

Le traitement du sujet : Etablissement des cartes de contrôle et le calcul des incertitudes, au sein du laboratoire de contrôle des lubrifiants du groupe O.C.P, m'a permis d'acquérir des connaissances académiques supplémentaires à celles acquises à la faculté des sciences et techniques de Fès et à connaître la réalité du marché du travail, surtout dans le domaine de la qualité.

Ce projet qui n'est qu'une démarche qualité parmi plusieurs adoptés par ce laboratoire accrédité, m'a permis d'acquérir la compétence opératoire dans le domaine du contrôle qualité des produits pétroliers, de savoir comment se fait l'application des normes internationales d'une part, et de satisfaire toujours ces exigences d'autre part.

Le sujet traité m'a été d'une immense utilité, car j'ai appris comment le contrôle en service des équipements, des instruments de mesures et des méthodes se fait en faisant appel aux produits de référence certifiés, comment établir les squelettes des cartes de contrôle des essais tout en travaillant avec un échantillon nouveau, et les traiter à l'aide de La MSP ainsi que l'estimation des incertitudes relatives aux mesures par la méthode des dérivées partielles de l'approche GUM .

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- **GUM; 1993**: Guide to the expression of Uncertainty in Measurement .Version française

- **Norme NF X 07-020 Août 1999 - NF ISO 3675 Septembre 1998** : Pétrole brut et produits pétroliers liquides - Détermination en laboratoire de la masse volumique — Méthode à l'aréomètre

- **Norme NF ISO 3104, 1996** produits pétroliers –liquides opaques ou transparents- Détermination de la viscosité cinématique et calcul de la viscosité dynamique.

-**NF X 06-030 ; 1992** : Association française de normalisation Application de la statistique: Guide pour la mise en place de la ‘Maîtrise statistique des processus’. X 06-030, Paris : Afnor; 1992.

-**Nf X 06-031-0 Décembre 1995** : Association française de normalisation Application de la statistique. Cartes de contrôle. Partie 0 : principes généraux. X 06-031-0, AENOR. 1992

-**Nf X 06-031-1 Décembre 1995** : Association française de normalisation. Application de la statistique. Cartes de contrôle. Partie 1 : Carte de contrôle de Shewhart aux mesures

-**Nf X 06-031-2 Décembre 1995** : Association française de normalisation. Application de la statistique. Cartes de contrôle. Partie 2

-**Nf X 06-031-3 Décembre 1995** : Association française de normalisation Application de la statistique. Cartes de contrôle. Partie 3

-**Nf X 06-031-4 Décembre 1995** : Association française de normalisation Application de la statistique. Cartes de contrôle. Partie 4

- **ISO 7966 ; 1993** : Organisation internationale de normalisation ; Cartes de contrôle pour acceptation.

- **ISO 8258 :1991** : Organisation internationale de normalisation. Cartes de contrôle de shewart. 1991

- **ISO/ISO/CEI 17025** : Organisation internationale de normalisation Prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais (AFNOR) -Norme NF ISO 5725-1-6 : exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure 79

-**Pillet M. 2005** : Appliquer la maîtrise statistique des processus (MSP/SPC), 4ème édition, Editions d'Organisation, 530 pages)

- <http://www.wikipedia.com>

- <http://www.ocp.ma>