

# SOUHRNNÁ ZPRÁVA O VÝSLEDKÁCH MEZILABORATORNÍHO POROVNÁNÍ ZKOUŠEK (MPZ)

Označení MPZ : MPZ 001/95

Název MPZ : Mezilaboratorní porovnání zkoušek v oblasti zkoušek asfaltových poživ

Organizátor MPZ : Silniční vývoj spol. s r. o., Akreditační středisko laboratoří pro  
zkoušky při provádění pozemních komunikací Šmahova 115, P.O.Box.730,  
663 30 Brno 2, pracoviště Křenová 20, 602 00 Brno , IČO : 494 54 188

Odpovědný pracovník za organizaci a vyhodnocení MPZ:

Ing.Jaroslav Vodička - vedoucí AS-PK

Zpráva obsahuje : 7 stran a 3 přílohy

## Úvod - příprava a cíle MPZ

V souladu s pověřením Silničního vývoje spol. s r.o. zřízením Akreditačního střediska laboratoří pro zkoušky při provádění pozemních komunikací (AS-PK), jehož jednou z činností je rovněž organizace mezilaboratorního porovnání zkoušek, bylo v průběhu 2.poloviny roku 1995 organizováno Mezilaboratorní porovnání zkoušek v oblasti zkoušek asfaltových pojiv (MPZ 001/95).

Byl zpracován Časový rozvrh MPZ, který je uveden v příloze č.2 této Souhrnné zprávy.

Pro provedení MPZ 001/95 bylo vytypováno pět základních, nejčastěji prováděných zkoušek asfaltových pojiv, které byly rozšířeny o provedení zkoušek asfaltu na vzorku získaném izolací asfaltového zbytku ze vzorku kationaktivní asfaltové emulze dle DIN 52 041 (12/1980).

Jedná se o následující zkoušky :

- 1 ) Stanovení penetrace dle ČSN 65 7062
- 2 ) Stanovení bodu měknutí kroužkem a kuličkou dle ČSN 65 7060
- 3 ) Stanovení teploty lámavosti podle Fraassa dle ČSN 65 7063
- 4 ) Stanovení duktility dle ČSN 65 7061
- 5 ) Stanovení obsahu asfaltu v emulzi dle ČSN 73 6130 - příloha C
- 6 ) Zkoušky dle zkušebních metod označených 1 - 5 na vzorku asfaltu (asfaltového zbytku) izolovaného dle DIN 52 041 (12/1980)

Pro zkoušky uvedené pod číslem 1) a 3) byly všem účastníkům MPZ předány Zkušební postupy ZP 7 a ZP 8, které upřesňují některá ustanovení zkušebních postupů stanovených ČSN.

Nabídka na prověření jakosti laboratoře formou MPZ byla společně s Dotazníkem pro MPZ odeslána dne 29.8.1995 celkem 58 subjektům resp.laboratořím, jejichž úplný seznam je uložen u AS-PK a jako důvěrný dokument není účastníkům MPZ sdělován a může být na vyžádání poskytnut pouze zřizovateli a ČIA.

Po vyhodnocení došlých vyplněných Dotazníků pro MPZ, jimiž se k účasti v MPZ přihlásilo celkem 16 laboratoří, z nichž v průběhu provádění jedna odstoupila, dodatečně v průběhu provádění k MPZ přistoupila jedna laboratoř.

Vzhledem k malému okruhu přihlášených účastníků k jednotlivým zkouškám bylo rozhodnuto, že nebude sestavována komise pro provedení MPZ a činnost komise ve smyslu čl. 2.3.3 Metodiky mezilaboratorního porovnání zkoušek MP 006/95 (vydané AS-PK v říjnu 1995) resp. čl.9.1 ČSN 01 0251 bude zajištěna interními pracovníky AS-PK.

MPZ bylo provedeno na vzorcích tří druhů asfaltů různých nestandardních vlastností, z nichž jeden byl modifikovaný SBS kaučukem a na vzorku kationaktivní asfaltové nemodifikované emulze.

S ohledem na počet přihlášených účastníků MPZ pro jednotlivé zkušební postupy a potřebu cca 30 % zálohy vzorků pro případnou ztrátu nebo zničení při přepravě bylo nutno připravit po 20 vzorcích o hmotnosti 0,40 kg od každého druhu asfaltu a 10 vzorků kationaktivní asfaltové emulze o hmotnosti 2,00 kg.

Na základě kladného výsledku posouzení zavedeného systému jakosti, posouzení skutečného stavu v laboratoři a zabezpečení jakosti vzorku provedeného pracovníky AS-PK Ing.Jaroslavem Vodičkou a Ing.René Uxou dne 29.září 1995 byla Smlouvou o přípravě vzorků pro mezilaboratorní porovnání zkoušek v oblasti zkoušek asfaltových pojiv pověřena laboratoř výzkumu akciové společnosti Paramo Pardubice funkcí pilotního pracoviště zabezpečujícího přípravu homogenního a identického materiálu pro MPZ, přípravu vzorků a jejich distribuci.

## Příprava vzorků

Příprava vzorků byla provedena následujícím způsobem:

Vzorek A 1: Směs polofoukaných asfaltů AP 25 a AP 65.

Vzorek A 2: Paramex 130, tj. směs ropných asfaltů a změkčovadel.

Vzorek A 3: směs polymerem modifikované asfaltové zálivky Mozal K a asfaltu silničního modifikovaného SMA 65 TK, tj. Mofalt 65.

Vzorek E : Kationaktivní asfaltová emulze Katebit R 65.

Asfalty pro vzorky A1, A2, A3 byly odebrány na provoze a namíchány v laboratoři výzkumu. Každý vzorek byl namíchán jednorázově v nádobě o objemu cca 10 l a byl po dobu 1/2 hodiny homogenizován vrtulovým míchadlem. Vzorky A1 a A2 byly připravovány při teplotě 120 až 130 °C, vzorek A3 při teplotě cca 180 °C.

Vzorek E byl odebrán na provoze a po homogenizaci dávkován do obalů.

Kontrola homogenity připraveného materiálu byla provedena domluveným způsobem na třech náhodně odebraných vzorcích a to u asfaltů stanovením bodu měknutí dle ČSN 65 7060, u kationaktivní asfaltové nemodifikované emulze stanovením netěkavého zbytku dle PND Paramo Pardubice č. 23012 z roku 1993 (odpovídá DIN 52 041). Výsledky těchto zkoušek prokazují homogenitu materiálu a jsou uvedeny v příloze č.3 této Souhrnné zprávy.

Balení vzorků a jejich označování bylo voleno tak, aby nedošlo k jejich záměně či poškození. Bylo použito ocelových plechovek s kódovým označením druhu na plášti i na víku. Vzorky byly protokolárně předány účastníkům MPZ pověřeným pracovníkem pilotní laboratoře a veškeré protokoly o převzetí jsou uloženy u AS-PK.

## Vyhodnocení

Vyhodnocení MPZ 001/95 bylo prováděno především dle ČSN 01 0251 Stanovení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti normalizované zkušební metody pomocí mezilaboratorních zkoušek, dále potom na základě ustanovení příslušných zkušebních norem.

Vzhledem ke skutečnosti, že v souladu s požadavky zkušebních ČSN byly uváděny již upravené (zprůměrované) výsledky jednotlivých zkoušek, nebylo prováděno posouzení opakovatelnosti zkušební metody ve smyslu ČSN 01 0251. Jedinou výjimkou je laboratoř číslo 6, kde u zkoušky číslo 1 (Stanovení penetrace) jsou u všech vzorků uváděny výsledky obou stanovení. U vzorku A 1 však rozdíl obou hodnot stanovení (37 a 33) přesahuje normou povolených 6% jejich aritmetického průměru. Z tohoto důvodu bylo toto stanovení z dalšího posuzování vyřazeno.

Ve smyslu ČSN 01 0251 byly jednotlivé soubory podrobeny Dixonovu testu odlehlých hodnot. Ani v jednom případě nebyla prokázána odlehlá hodnota, pouze u zkoušky Stanovení bodu měknutí kroužkem a kuličkou je u vzorku A třeba označit za vybočující hodnotu výsledek laboratoře č. 4

Protože se však jedná o pouze jedinou hodnotu, bylo rozhodnuto nepovažovat laboratoř č. 4 za odlehlou a byla tedy ponechána v dalším srovnávání.

Pro jednotlivé zkoušky byly vypočítány základní statistické ukazatele (obecná střední hodnota  $m$ , směrodatná odchylka pro úroveň pravděpodobnosti 95%  $s_R$  a ukazatel reprodukovatelnosti pro úroveň pravděpodobnosti 95%  $R$ ). Tyto hodnoty jsou uvedeny v příloze č. 1.

Za mnohem významnější je z hlediska platných zkušebních norem nutno považovat srovnání s odchylkami, povolenými pro jednotlivé zkoušky příslušnými ČSN.

**Poznámka:**

V ČSN 01 0251 “ Stanovení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti normalizované zkoušební metody pomocí mezilaboratorních zkoušek“ je **reprodukovatelnost** definována jako “ těsnost shody mezi navzájem nezávislými výsledky zkoušek získanými opakovaným použitím téže zkoušební metody na identickém materiálu v různých laboratořích, různými pracovníky za použití různých přístrojů a zařízení.“ Ve zkoušebních normách je tato vlastnost definována jako **shodnost**. V dalším textu jsou oba výrazy používány rovnocenně .

**1. Stanovení penetrace dle ČSN 65 7062**

Bod 7 ve znění ČSN:

“ Shodnost: Rozdíl výsledků zkoušek, provedených ve dvou laboratořích, nesmí být větší než 10% jejich aritmetického průměru.“

Při znalosti obecné střední hodnoty  $m$  byla stanovena maximální a minimální povolená hodnota .

*Žádná laboratoř nesplnila požadavek reprodukovatelnosti ) u všech tří vzorků.*

**2 ) Stanovení bodu měknutí kroužkem a kuličkou dle ČSN 65 7060**

Bod 6.3 Shodnost ve znění ČSN :

“Výsledky dvou zkoušek získané v různých laboratořích z jednoho a toho stejného vzorku asfaltu jsou správné (při pravděpodobnosti 95%) , když rozdíly mezi nimi nepřevyšují hodnoty uvedené v tabulce.“

| Bod měknutí , °C | Shodnost, ° C |
|------------------|---------------|
| do 80            | 2             |
| nad 80           | 4             |

Při znalosti obecné střední hodnoty  $m$  byla stanovena maximální a minimální povolená hodnota .

*Požadavek reprodukovatelnosti u všech tří vzorků splnily laboratoře č. 8,10 a 14.*

**3 ) Stanovení teploty lámavosti podle Fraassa dle ČSN 65 7063**

Bod 6.2 Shodnost ve znění ČSN:

“Výsledky dvou zkoušek (shodnost), získané v různých laboratořích ze stejného vzorku jsou správné (při pravděpodobnosti 95%), když rozdíl mezi nimi nepřevyšuje 4 °C.

Při znalosti obecné střední hodnoty  $m$  byla stanovena maximální a minimální povolená hodnota.

*Požadavek shodnosti reprodukovatelnosti u všech tří vzorků nesplnila ani jedna laboratoř.*

Poznámka:

Při poměrně nízkém počtu účastníků nemá soubor významnou statistickou vypovídací hodnotu.

#### 4 ) Stanovení duktility dle ČSN 65 7061

Bod 010. Shodnost ve znění ČSN :

“Výsledky dvou zkoušek (shodnost), získané v různých laboratořích na jednom vzorku asfaltu se považují za vyhovující (při hladině pravděpodobnosti 95%), pokud rozdíl mezi nimi není větší než hodnoty uvedené v tabulce.

| Duktilita při 25° C | Shodnost |
|---------------------|----------|
| do 10 cm            | 10 %     |
| od 11 do 20 cm      | 15 %     |
| od 21 do 100 cm     | 20 %     |

Při znalosti obecné střední hodnoty  $m$  byla stanovena maximální a minimální povolená hodnota.

*Požadavek reprodukovatelnosti u všech tří vzorků splnily laboratoře č.1 a 14.*

Poznámka:

Při poměrně nízkém počtu účastníků nemá soubor významnou statistickou vypovídací hodnotu.

#### 5 ) Stanovení obsahu asfaltu v emulzi dle ČSN 73 6130 - příloha C

Bod C 3.

“ Přesnost zkoušky, vyjádřená odchylkami od aritmetického průměru při dvojím stanovení je v rozmezí  $\pm 0,5$  % hmotnostních. “ Shodnost není definována, proto byla odvozena od analogické zkoušky Stanovení zbytku na sítu (ČSN 73 6130 - příloha D), kde je shodnost výsledků , tj. dovolené odchylky od aritmetického průměru při reprodukování výsledků, určena ve dvojnásobné velikosti jako dovolené odchylky pro přesnost . Povolená odchylka pro shodnost při zkoušce stanovení obsahu asfaltu v emulzi tedy byla pro vyhodnocení MPZ stanovena  $\pm 1,0$  % hmotnostních od aritmetického průměru.

Při znalosti obecné střední hodnoty  $m$  byla stanovena maximální a minimální povolená hodnota.

*Požadavek reprodukovatelnosti splnila laboratoř č. 16.*

Poznámka:

Při poměrně nízkém počtu účastníků nemá soubor významnou statistickou vypovídací hodnotu.

Vzhledem k velmi malému počtu zkušebních laboratoří, které byly schopny splnit požadované parametry shodnosti (reprodukovatelnosti), byly pro názornost zvoleny také dvojnásobné (mírnější) požadavky (meze tolerance) shodnosti. V příloze č. 1 jsou těmto požadavkům vyhovující laboratoře označeny světle šedou barvou. Toto označení je pouze informativní a nemá žádný vztah k vyhodnocování MPZ.

#### Závěrečné upozornění

Veškeré další údaje týkající se provedení MPZ neuvedené v této Souhrnné zprávě jsou považovány za důvěrné a jako takové nebudou poskytovány účastníkům MPZ ani třetím stranám vyjma zřizovatele a ČIA, v případě, že o to požádají.

zprávu vypracoval:

Ing. René Uxa

### **Seznam použité literatury:**

ČSN 01 0251 Stanovení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti normalizované zkušební metody pomocí mezilaboratorních zkoušek (1988)

ČSN ISO 2602 Statistická interpretace výsledků zkoušek .Odhad průměru.Konfidenční interval. (1993)

ČSN 65 7560 Stanovenie bodu mäknutia krúžkom a guľočkou (1989)

ČSN 65 7061 Stanovení duktility (1986)

ČSN 65 7062 Stanovenie penetrácie (1985)

ČSN 65 7063 Stanovenie teploty lámavosti podľa Fraassa (1987)

ČSN 73 6130 Stavba vozovek. Emulzní kalové vrstvy.(1994)