

SOUHRNNÁ ZPRÁVA O VÝSLEDKÁCH MEZILABORATORNÍHO POROVNÁNÍ ZKOUŠEK (MPZ 01/96)

Označení MPZ : MPZ 01/96

Název MPZ : Mezilaboratorní porovnání zkoušek v oblasti zkoušek asfaltových pojiv

Organizátor MPZ : ASPK, s.r.o.

Odpovědný pracovník za organizaci a vyhodnocení MPZ:

Ing. René Uxa

Datum : leden 1997

Úvod - příprava a cíle MPZ

V souladu se článkem 3, části II Statutu Akreditačního střediska laboratoří pro zkoušky při provádění pozemních komunikací (AS-PK), v němž je jako jedna z činností AS-PK zakotvena organizace a zabezpečení mezilaboratorního porovnání zkoušek, bylo v průběhu 2. poloviny roku 1996 organizováno Mezilaboratorní porovnání zkoušek v oblasti zkoušek asfaltových pojiv (MPZ 01/96).

Pro provedení MPZ 01/96 byly na základě výsledků MPZ 001/95 a následného doporučení jednání Vědecké rady AS-PK, které se konalo dne 21. března 1996, vybrány dvě základní, nejčastěji prováděné zkoušky asfaltových pojiv:

- 1) Stanovení penetrace dle ČSN 65 7062
- 2) Stanovení bodu měknutí kroužkem a kuličkou dle ČSN 65 7060

Pro zkoušky byly všem účastníkům MPZ předány „Zkušební postupy (ZP) a pokyny“, upřesňující podmínky provádění zkoušek pro MPZ.

Nabídka na prověření jakosti laboratoře formou MPZ byla společně s Dotazníkem pro MPZ 01/96 odeslána dne 2.7.1996 celkem 61 subjektům (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. K účasti na MPZ 01/96 se přihlásilo celkem 25 laboratoří.

MPZ 01/96 bylo provedeno na vzorcích tří druhů asfaltů různých standardních vlastností, jejichž příprava je popsána v následující kapitole.

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 byla Smlouvou o přípravě vzorků pro mezilaboratorní porovnání zkoušek v oblasti zkoušek asfaltových pojiv ze dne 6. srpna 1996 pověřena laboratoř výzkumu akciové společnosti Paramo Pardubice funkcí pilotního pracoviště zabezpečujícího přípravu homogenního a identického materiálu pro MPZ a přípravu vzorků. Po zkušenostech z MPZ 001/95 a na žádost většiny zúčastněných laboratoří zajistili pracovníci AS-PK v průběhu 38. a 39. týdne distribuci vzorků do jednotlivých laboratoří.

Příprava vzorků

Příprava vzorků byla provedena následujícím způsobem:

Vzorek A 1 je propánový asfalt odebraný v provozu dne 11.2.1993. Označení A1: 50/40

Vzorek A 2 je směsný asfalt Paramex 130 připravený v OV dne 13.9.1996. Označení A2: 40/130.

Vzorek A 3 je asfalt oxidovaný stavebně izolační AOSI 85/25 odebraný v provozu dne 7.7.1994. Označení A 3: 90/30.

Vzorky byly roztaveny, homogenizovány promícháním a nality do plechových nádob.

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 35 vzorcích o minimální hmotnosti 200 g od každého druhu asfaltu .

Kontrola homogenity připraveného materiálu byla provedena dohodnutým způsobem na třech náhodně odebraných vzorcích a to jak stanovením bodu měknutí dle ČSN 65 7060, tak i stanovením penetrace dle ČSN 65 7062. Výsledky těchto zkoušek prokazují homogenitu materiálu a jsou uvedeny v příloze č.1 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 01/96 pověřenými pracovníky AS-PK. Veškeré protokoly o předání vzorků pro MPZ 01/96 jsou uloženy u AS-PK. Po ukončení provádění zkoušek v rámci MPZ byl na třech náhodně vybraných zbylých vzorcích proveden test homogenity vybranou akreditovanou zkušební laboratoří (dále jen AZL), Výsledky testu jsou obsaženy v příloze č. 1.

Vyhodnocení

Vyhodnocení MPZ 01/96 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.

Ve smyslu ČSN 01 0251 byly jednotlivé soubory podrobeny Dixonovu testu odlehklých hodnot. Jako vybočující byly stanoveny hodnoty penetrace vzorku A1 u laboratoře č.3 a stanovení bodu měknutí kroužkem a kuličkou vzorku A 1 u laboratoře číslo 16. Tyto hodnoty byly vyřazeny z dalšího hodnocení.

Pro jednotlivé zkoušky byly vypočítány základní statistické ukazatele (obecná střední hodnota **m**, směrodatná odchylka pro úroveň pravděpodobnosti 95% **SR** a ukazatel reprodukovatelnosti pro úroveň pravděpodobnosti 95% **R**). Tyto hodnoty jsou uvedeny v příloze č. 2 , jsou však považovány pouze za informativní.

Za mnohem významnější je z hlediska platných zkušebních norem nutno považovat srovnání s odchylkami, povolenými pro jednotlivé zkoušky příslušnými ČSN. Jejich aplikace však vyžaduje znalost „referenční hodnoty vzorku“ (RH), která není shodná s obecnou střední hodnotou souboru (m). Považovat obecnou střední hodnotu souboru, z něhož byly vyloučeny Dixonovým testem vybočující hodnoty, za hodnotu referenční se vzhledem k „malé tvrdosti“ Dixonova testu a vysokému rozptylu hodnot souboru ukázalo již v případě MPZ 001/95 jako nevhodná metoda. Proto pro její stanovení byly zvoleny hodnoty, udávané laboratořemi buď pro příslušnou zkoušku akreditovanými, nebo úspěšnými v MPZ 001/95. Postup stanovení RH je zřetelně popsán v příloze č. 1. Jedním z cílů MPZ je postupné vytvoření skupiny „referenčních laboratoří“, jejichž výsledky by v případě stability v časové řadě v budoucích MPZ sloužily ke stanovení RH

Poznámka:

V ČSN 01 0251 “ Stanovení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti normalizované zkušební metody pomocí mezilaboratorních zkoušek“ je **reprodukovatelnost** definována jako “těsnost shody mezi navzájem nezávislými výsledky zkoušek získanými opakovaným použitím téže zkušební metody na identickém materiálu v různých laboratořích, různými pracovníky za použití různých přístrojů a zařízení.“ Ve zkušebních 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 referenční hodnoty RH byla stanovena maximální a minimální povolená hodnota *Laboratoře č. 1 a 17 splnily 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 referenční hodnoty RH byla stanovena maximální a minimální povolená hodnota *Požadavek reprodukovatelnosti u všech tří vzorků splnily laboratoře č. 1,8,19,23 a 24.*

Závěr

Ve srovnání s výsledky MPZ 001/95 lze konstatovat zvýšení počtu laboratoří, splňující požadavky zkušebních ČSN na reprodukovatelnost výsledků zkoušek. Toto zlepšení lze přičíst jednak zvyšující se úrovni zkušebních laboratoří, případně kvalitnější organizaci celého MPZ (včetně výběru a homogenizace vzorků). Na straně druhé nelze zakrýt poměrně vysoký počet laboratoří nevyhovujících. Po vyloučení zjevně nesprávných výsledků je zde velká skupina laboratoří, která jen velmi těsně nesplňuje kriteria reprodukovatelnosti. Případné závěry, směřující až ke zmírnění požadavků zkušebních ČSN, je však možné vyslovit pouze na základě většího počtu periodicky prováděných MPZ.

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 a účastnická laboratoř k tomu dá AS-PK souhlas.

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 7062 Stanovenie penetrácie (1985)

SOUHRNNÁ ZPRÁVA O VÝSLEDKÁCH MEZILABORATORNÍHO POROVNÁNÍ ZKOUŠEK (MPZ 02/96)

Označení MPZ : MPZ 02/96

Název MPZ : Mezilaboratorní porovnání zkoušek v oblasti zkoušek asfaltových směsí

Organizátor MPZ : ASPK, s.r.o.

Odpovědný pracovník za organizaci a vyhodnocení MPZ:

Ing. René Uxa

Datum : březen 1997

Úvod - příprava a cíle MPZ

V souladu se článkem 3, části II Statutu Akreditačního střediska laboratoří pro zkoušky při provádění pozemních komunikací (AS-PK), v němž je jako jedna z činností AS-PK zakotvena organizace a zabezpečení mezilaboratorního porovnání zkoušek, bylo v období říjen 1996 až březen 1997 organizováno Mezilaboratorní porovnání zkoušek v oblasti zkoušek asfaltových směsí (MPZ 02/96).

Pro provedení MPZ 02/96 byly na vybrány tři základní, nejčastěji prováděné zkoušky asfaltových směsí:

- 1) Rozbor živičné směsi dle ČSN 73 6160, čl. 131 - 154, resp. 131 - 142 a 155 - 161
- 2) Stanovení objemové hmotnosti nezhutněné živičné směsi dle ČSN 73 6160, čl. 64 - 80, resp. 109 - 113
- 3) Marshallova zkouška dle ČSN 73 6160, čl. 164 - 187, 188 a), b) a 189

Pro zkoušky byly všem účastníkům MPZ předány „Zkušební postupy (ZP) a pokyny“, upřesňující podmínky provádění zkoušek pro MPZ.

Nabídka na prověření jakosti laboratoře formou MPZ byla společně s Dotazníkem pro MPZ 02/96 odeslána dne 5. srpna 1996 celkem 67 subjektům (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. K účasti na MPZ 02/96 se přihlásilo celkem 35 laboratoří, z nichž se v průběhu MPZ jedna odhlásila.

MPZ 02/96 bylo provedeno na vzorcích dvou druhů asfaltových směsí různých standardních vlastností, jejichž příprava je popsána v následující kapitole.

Příprava vzorků

Příprava vzorků byla provedena následujícím způsobem:

Vzorek A 1 je asfaltový beton jemnozrný ABJ I s pojivem AP - 80 bez modifikace

Vzorek A 2 je asfaltový beton hrubozrný ABH I s pojivem AP - 80 bez modifikace.

Vzhledem k potřebě velkého množství zkušebního materiálu byly vzorky odebrány z běžné produkce firmy ILBAU ČR, Brněnská obalovna s.r.o., provoz Chrlice. Odběrem vzorků byla smluvně pověřena akreditovaná zkušební laboratoř Ředitelství dálnic Praha - závod Brno. Tyto vzorky byly za shodných podmínek uloženy v prostorách AZL ŘD Praha - závod Brno, odkud byly pracovníky AS-PK v průběhu 50. a 51. týdne distribuovány do jednotlivých laboratoří.

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 45 vzorcích o minimální hmotnosti 10 kg od každého druhu asfaltové směsi.

Kontrola homogenity připraveného materiálu byla provedena AZL ČVUT v Praze, fakulta stavební dohodnutým způsobem na třech náhodně odebraných vzorcích a to v plném rozsahu zkoušek, prováděných při MPZ. Výsledky těchto zkoušek prokazují homogenitu materiálu a jsou uloženy u AS - PK.

Balení vzorků a jejich označování bylo voleno tak, aby nedošlo k jejich záměně či poškození. Bylo použito papírových obalů s kódovým označením druhu na plášti i na lístku uvnitř vzorku. Vzorky byly protokolárně předány účastníkům MPZ 02/96 pověřenými pracovníky AS-PK. Veškeré protokoly o předání vzorků pro MPZ 02/96 jsou uloženy u AS-PK.

Vyhodnocení

Původní hodnoty, získané ze zkušebních protokolů, jsou obsaženy v příloze č. 1. V poznámce je uveden použitý druh rozpouštědla, případně voda. Jediná laboratoř č. 31 provedla zkoušku oběma způsoby. Dále je uvedena teplota a doba rozehrívání.

Pro účely vyhodnocení byly hodnoty upraveny do normového tvaru-příloha č.2.

Vyhodnocení MPZ 01/96 bylo prováděno především dle ČSN 01 0251 „Stanovení opakovatelnosti a reprodukovatelnosti normalizované zkušební metody pomocí mezilaboratorních zkoušek..

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.

Jednotlivé soubory byly podrobeny Dixonovu testu odlehlých hodnot, jako vybočující ani odlehlé nebyly zjištěny žádné hodnoty.

Pro jednotlivé zkoušky byly vypočítány základní statistické ukazatele (obecná střední hodnota **m**, směrodatná odchylka pro úroveň pravděpodobnosti 95% **SR** a ukazatel reprodukovatelnosti pro úroveň pravděpodobnosti 95% **R**).

Ve snaze o zpřesnění postupu vyhodnocení byly stanoveny „referenční hodnoty vzorku“ (RH), která není shodná s obecnou střední hodnotou souboru (**m**). Považovat obecnou střední hodnotu souboru za hodnotu referenční se vzhledem k „malé tvrdosti“ Dixonova testu a rozptylu hodnot souboru ukázalo již v případě MPZ 001/95 jako zavádějící. Proto pro její stanovení byly zvoleny hodnoty, udávané laboratořemi pro příslušnou zkoušku akreditovanými. Postup stanovení RH je zřetelně naznačen v příloze č. 2. Jedním z cílů MPZ je postupné vytvoření skupiny „referenčních laboratoří“, jejichž výsledky by v případě stability v časové řadě v budoucích MPZ sloužily ke stanovení referenčních hodnot vzorku pro příslušnou zkoušku.

Ve zkušebních normách nejsou uváděny hodnoty reprodukovatelnosti pro jednotlivé zkoušky. Na základě doporučení Vědecké rady AS-PK ze dne 24. března 1997 jsou výsledky jednotlivých laboratoří posuzovány podle vypočítaného ukazatele reprodukovatelnosti **R** (pro úroveň pravděpodobnosti 95%). Jeho hodnota a spodní a horní mez vyhovujícího intervalu je uvedena v příloze č. 2. Nevyhovující hodnoty nejsou (na přání několika účastníků a jako zdroj možných chyb) v tabulce dále označovány (začerněním políčka).

Závěr

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 a účastnická laboratoř k tomu dá AS-PK souhlas. Ve snaze o zachování důvěrnosti jednotlivých účastníků bylo také pozměněno pořadí laboratoří v tabulce č.3 - Informace o použitých přístrojích tak, aby nebyla umožněna jejich identifikace (pořadí laboratoří je jiné než v tabulce č. 1 a 2).

zprávu vypracoval:

Ing. René Uxa