

**SOUHRNNÁ ZPRÁVA O VÝSLEDKÁCH
MEZILABORATORNÍHO POROVNÁNÍ ZKOUŠEK
1999
(MPZ 99)**

Název MPZ : Mezilaboratorní porovnání zkoušek v oblasti zkoušek asfaltových pojiv,
asfaltových směsí, litých asfaltů, kameniva a zemin

Organizátor MPZ : ASPK, s.r.o.

Odpovědný pracovník za organizaci a vyhodnocení MPZ: Ing.René Uxa

Datum : květen 2000

Zpráva obsahuje : 7 stran a přílohy dle rozsahu účasti

1. Úvod - příprava a cíle MPZ

V souladu se článkem 3, části II Statutu Střediska pro posuzování způsobilosti laboratoří pro zkoušky při provádění pozemních komunikací (AS-PK), v němž je jako jedna z činností zakotvena organizace a zabezpečení mezilaboratorního porovnání zkoušek (MPZ), bylo v období říjen 1999 až květen 2000 organizováno MPZ v oblasti zkoušek asfaltových pojiv, asfaltových směsí, litých asfaltů, kameniva a nově také zemin. MPZ v oblasti betonů je, vzhledem ke specifickým při přípravě zkušebních vzorků, organizováno samostatně v 1. polovině roku 2000. Ze zahraničních účastníků se v oblasti zkoušek asfaltových pojiv laboratoř Civil Engineering Institute of Croatia, Transportation Department, Zagreb.

Oblast	Počet zkoušek	Odborný garant	Počet přihlášek	Počet účastníků	Poznámka
Asfalt.pojiva	2	Ing. Neuvirt, CSc., Ing. Hampl	54	53	Zařazeno v národním programu zkoušení ČIA
Asfalt. směsi	4	Ing. Hyka, Ing. Kašpar	55	54	
Lité asfalty	2	Ing. Neuvirt, CSc., doc.Ing. Hanzík, CSc.	10	9	
Kamenivo	3	Ing. Hrnčíř, CSc., Ing.Hörbe,	70	71	
Zeminy	2	doc.Ing. Kudrna, CSc. Ing. Hořejší	25	23	

1. Oblast asfaltových pojiv:

- 1.1 Stanovení penetrace dle ČSN 65 7062.
- 1.2 Stanovení bodu měknutí kroužkem a kuličkou dle ČSN 65 7060.

Tato oblast je zařazena do národního programu zkoušení způsobilosti ČIA.

2. Oblast asfaltových směsí:

- 2.1 Rozbor asfaltové směsi dle ČSN 73 6160, čl. 131 – 154 (za studena)
- 2.2 Stanovení objemové hmotnosti zhutněné a nezhutněné asfaltové směsi a mezerovitosti dle ČSN 73 6160, čl.74 - 78 , 81-86, 87
- 2.3 Marshallova zkouška dle ČSN 73 6160, čl. 164 - 187, 188 a), b) a 189
- 2.4 Odolnost vůči trvalým deformacím dle TP 109, příloha A

3. Oblast litých asfaltů :

- 3.1 Zkouška tvrdosti LA širokým trnem dle ČSN 73 6160, čl. 399 – 412, zahrnující jak stanovení čísla tvrdosti, tak jeho přírůstek
- 3.2 Rozbor asfaltové směsi dle ČSN 73 6160, čl. 131 – 154 (za studena)

4. Oblast kameniva

Část zkoušek je orientována do nové řady norem ČSN EN 933, platné od 1.12.1999

- 4.1 Stanovení míry zahlinění drobného drceného kameniva
 - a) ztráta sušením ČSN 72 1173, změna 1
 - b) adsorpce metylenové modři ČSN EN 933-9
- 4.2 Stanovení zrnitosti – Sítový rozbor. ČSN EN 933 -1
- 4.3 Stanovení přilnavosti asfaltových pojiv ke kamenivu ČSN 65 7089

5. Oblast zemin

- 5.1 Stanovení zrnitosti zemin pro geotechniku ČSN 72 1017, met. C.
- 5.2 Stanovení konzistenčních mezí ČSN 72 1013 a ČSN 72 1014, met.A

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

2. Příprava vzorků

Příprava vzorků byla provedena následujícím způsobem:

2.1 Asfaltová pojiva

Vzorky pro MPZ 99 v oblasti asfaltových poжив byly připraveny z běžné produkce: AP-80 ze Slovnaftu Bratislava, STYRELF 13-60 je připravován na Brněnské obalovně s použitím AP – 65 z produkce PARAMO Pardubice a.s. a koncentrátu f. ELF. Odběr vzorků zajistil Ing. Sitař z akreditované zkušební laboratoře (dále také jen AZL) TPA ČR s.r.o., Chrlice.

Příprava vzorků AZL VÚSH a.s. Brno včetně testů homogenity je dokladována ve zvláštní zprávě, která je uložena v ASPK.

Každý vzorek o hmotnosti cca 20 kg byl pečlivě homogenizován a rozlit do plechovek s minimálním obsahem 300 /250 g asfaltu. Vzorků bylo připraveno celkem 75 (AP-80), který byl použit i pro zkoušku přilnavosti, respektive 60 (STYRELF 13-60). Kontrola homogenity byla provedena zkouškou penetrace a bodu měknutí na třech vzorcích. Podrobný popis přípravy vzorků je obsažen ve zprávě vedoucího AZL VÚSH a.s. Brno pana Františka Vaverky.

Vzhledem k požadavkům ČIA v národním programu zkoušení způsobilosti na znalost referenčních hodnot před začátkem MPZ bylo v laboratoři VÚSH a.s. Brno provedeno stanovení referenčních hodnot obou vzorků třemi zástupci laboratoří (akreditovaná zkušební laboratoř č. 1130 VÚSH, a.s. Brno, akreditovaná zkušební laboratoř č. 1211 Consultest, s.r.o. a laboratoř se základní způsobilostí č.101 Silnice Brno spol. s r.o.) za účasti komise, tvořené Ing. Bednářovou (ČIA), doc. Ing. Zapletalem, CSc., Ing. Hamplm (VÚSH a.s. Brno) a Ing. Vodičkou a Ing. Uxou (oba AS-PK). Termín zkoušení byl stanoven na 15.12.1999 tak, aby byl shodný s termínem, určeným pro realizaci MPZ u všech laboratoří. Tímto způsobem je minimalizována možná změna vlastností zkušební vzorku v čase.

Výsledné hodnoty, platné pro MPZ 99 v oblasti asfaltových poжив:

	AP 80	STYRELF
Penetrace	77	44
Bod měknutí K+K	48,0	59,9

Podrobná zpráva o stanovení referenční hodnoty je uložena na AS-PK a na požádání bude účastníkům MPZ 99 poskytnuta.

2.2 Asfaltové směsi

Vzhledem k potřebě velkého množství zkušební materiálu byly vzorky odebrány z běžné produkce firmy ILBAU ČR, Českomoravská obalovna Bradlec. Odběr homogenních vzorků zajistili pracovníci AZL TPA ČR s.r.o. Beroun. Vzorky byly uloženy za shodných podmínek a pracovníky AS-PK v průběhu 46. až 50. týdne distribuovány do jednotlivých laboratoří.

S ohledem na počet přihlášených účastníků MPZ pro jednotlivé zkušební postupy a potřebu cca 15% zálohy vzorků pro případnou ztrátu nebo zničení při přepravě bylo nutno připravit po 70 vzorcích o minimální hmotnosti 10 kg od každého druhu asfaltové směsi. Pro zkoušení odolnosti proti tvorbě trvalých deformací bylo připraveno 20 objemnějších vzorků o minimální hmotnosti 15 kg.

AS 1 asfaltový beton velmi hrubý ABVH I s pojivem STYRELF 13/60

AS 2 asfaltový koberec mastixový AKMS I s pojivem STYRELF 13/60

Kontrola homogenity připraveného materiálu byla provedena ve spolupráci AZL TPA ČR s.r.o. - Beroun dohodnutým způsobem (rozborem asfaltové směsi) na třech náhodně odebraných vzorcích. Výsledky těchto zkoušek prokazují homogenitu materiálu a jsou uloženy u AS – PK a na vyžádání budou účastníkům MPZ poskytnuty.

Balení vzorků a jejich označování bylo voleno tak, aby nedošlo k jejich záměně či poškození. Bylo použito papírových obalů s kódovým označením čísla vzorku.

2.3 Lité asfalty

Vzorky LA byly připraveny zkušební laboratoří PSVS a.s., pracoviště Středokluky. Jedná se LAJ II s pojivem AP 25 (Romonta). Laboratoř PSVS, a.s. současně zajistila zkoušky homogenity vzorků.

Vzorky byly uloženy za shodných podmínek a pracovníky AS-PK v průběhu 46. až 50. týdne distribuovány do jednotlivých laboratoří.

2.4 Kamenivo

Vzorky byly připraveny a homogenizovány AZL Silnice Hradec Králové, a.s.

S ohledem na počet přihlášených účastníků MPZ pro jednotlivé zkušební postupy a potřebu cca 15% zálohy vzorků pro případnou ztrátu nebo zničení při přepravě bylo nutno připravit po 25 vzorcích pro zkoušku č. 4.1, 80 vzorků pro zkoušku č. 4.2 a 20 vzorků pro zkoušku č. 4.3.

Zkouška č. 4.1 a , b - dva vzorky kameniva (Masty a Horní Lánov) frakce 0 - 4 o váze cca 5,0 kg.

Zkouška č. 4.2 - jeden vzorek kameniva (Roudnice) frakce 0-16 o váze 6,0 kg. Případné nadsítné není považováno za chybu ve smyslu ustanovení tabulky č. 1 ČSN EN 933-1.

Zkouška č. 4.3 - dva vzorky kameniva (Železné Horky, Horní Lánov) frakce 8 - 16 o váze cca 1,5 kg a dále AP – 80.

2.5 Zeminy

Vzorky byly připraveny zkušební laboratoří se základní způsobilostí č. 116 Stavební geologie – GEOTECHNIKA, a.s. v Českých Budějovicích.

Zkouška č. 5.1 - dva vzorky zeminy (písek s příměsí jemnozrnné zeminy – 10 kg a písčité jíly –5 kg) ze zemníku v Hrdějovicích.

Zkoušku č. 5.2 - část vzorku písčitého jílu

S ohledem na počet přihlášených účastníků MPZ pro jednotlivé zkušební postupy a potřebu cca 15% zálohy vzorků pro případnou ztrátu nebo zničení při přepravě bylo nutno připravit po 30 vzorcích každého druhu zeminy.

3. Vyhodnocení

Původní hodnoty, získané ze zkušebních protokolů, jsou obsaženy v přílohách č.1-5.

Vyhodnocení MPZ 99 bylo prováděno především podle ČSN ISO řady 5725 “ Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření”, dále příslušných zkušebních ČSN a v neposlední řadě na základě již známých výsledků z minulých ročníků MPZ.

Jednotlivé soubory byly podrobeny Grubbsovu testu odlehlých hodnot, jako vybočující nebo odlehlé byly zjištěny hodnoty u asfaltů asfaltových směsí a zemin. U zkoušky č. 4.3 Stanovení přilnavosti asfaltových pojiv ke kamenivu ČSN 65 7089 nebylo vzhledem k výraznému rozptylu výsledků možné Grubbsův test použít.

3.1 Referenční hodnota (R)

Pro oblast asfaltových pojiv byla stanovena na základě jednotného provedení obou zkoušek třemi nezávislými laboratořemi v prostorách AZL VÚSH, a.s. Brno. Termín stanovení byl shodný s termínem zkoušení asfaltů u všech účastníků MPZ.

U ostatních zkušebních oblastí je referenční hodnota shodná s obecnou střední hodnotou **m**, (po vyloučení vybočujících, respektive odlehých hodnot Grubbsovým testem).

3.2 Opakovatelnost

Vzhledem ke skutečnosti, že v souladu s požadavky většiny zkušebních ČSN jsou uváděny již upravené (zprůměrované) výsledky jednotlivých zkoušek a počet stanovení je velmi nízký, nebylo prováděno posouzení opakovatelnosti zkušební metody ve smyslu ČSN ISO řady 5725- 2.

3.3 Reprodukovatelnost

Pro jednotlivé zkoušky byly vypočítány základní statistické ukazatele (kromě obecné střední hodnoty **m** také směrodatná odchylka pro úroveň pravděpodobnosti 95% **sm.o.**).

3.3.1 U zkoušek číslo 1.1 (stanovení penetrace), 1.2 (bod měknutí KK), a 2.3 (Marshallova zkouška) jsou v ČSN stanoveny hodnoty (meze) reprodukovatelnosti, u zkoušky č. 2.2 (stanovení objemové hmotnosti asfaltové směsi) potom opakovatelnosti. Hodnota reprodukovatelnosti byla v tomto případě stanovena jako násobek opakovatelnosti.

3.3.2 U zkušebních metod, již prováděných v minulých ročnících MPZ, vychází hodnoty z výsledků minulých ročníků MPZ ze zjištěné směrodatné odchylky pro konkrétní hodnotu (např. frakce kameniva) a případně korigované znalostí obdobných ustanovení souvisejících norem (např. ČSN 73 6121 a ČSN 73 6122 při rozboru asfaltové směsi, resp. stanovení zrnitosti kameniva).

3.3.3 U nově zařazených zkušebních metod, respektive metod s nízkým počtem již provedených MPZ byly jako vyhovující posuzovány výsledky laboratoří, u kterých je **Z skóre** $\leq 1,5$ (ve smyslu ISO/IEC Guide 43 – 1 z roku 1996).

Velikost rozptylu reprodukovatelnosti včetně min. a max. hodnoty jsou stanoveny v jednotlivých přílohách. Meze jsou stanoveny jako odchylky od konkrétní referenční hodnoty R. Konkrétní hodnoty pro jednotlivé zkoušky, respektive zkušební vzorky, byly účastníkům MPZ sděleny před zahájením MPZ 99 a není je již možné měnit. Případné upřesnění pro další ročníky MPZ bude průběžně prováděno. Výjimku tvoří pouze zkouška č. 4.1 a – stanovení míry zahlinění DDK – ztrátou sušením, kde bylo s ohledem na reálné výsledky a po konzultaci s garanty metody zohledněno zařazení záporných hodnot..

Asfalty :

- 1.1 penetrace : R +/- 0,05 R
- 1.2 bod měknutí KK: R +/- 1°C

Asfaltové směsi :

zkoušky 2.1, 2.2 a 2.3

smě	Zrnitost (propad v %)												Asf.	Ob.hm. z.hut.	Ob.hm. nezhut.	SM	PM
	32	22	16	11	8	4	2	1	0,5	0,25	0,125	0,009					
I	+/-5	+/-5	+/-5	+/-5	+/-5	+/-5	+/-4	+/-4	+/-4	+/-4	+/-3	+/-2	+/-0,25	+/-0,020		+/-15%	
II	+/-6	+/-6	+/-6	+/-5	+/-5	+/-5	+/-5	+/-4	+/-4	+/-4	+/-4	+/-3	+/-0,30	+/-0,025		+/-15%	

I. AKMS a dále LA

II. ABVH

2.4 Odolnost vůči trvalým deformacím dle TP 109 –hodnocení podle Z skóre. Vzhledem k počtu účastníků byla hodnocena pouze metoda A 1.

Lité asfalty

- 3.1 extrakce – shodně s asfaltovými směsmi
- 3.2 stanovení čísla tvrdosti R +/- 0,5 mm
přírůstek tvrdosti R +/- 0,05 mm

Kamenivo

4.1 a, b míra zahlinění – ztráta sušením i adsorpce metylénové modři – hodnocení podle Z skóre.

4.2 stanovení zrnitosti

	Zrnitost (propad v %)														
síta (mm)	32	22	16	11	8	4	2	1	0,5	0,25	0,125	0,009	0,063	0,005	
R	+/-4	+/-3	+/-3	+/-3	+/-2,5	+/-2,5	+/-2	+/-2	+/-2	+/-1,5	+/-1,5	+/-1,5	+/-1	+/-1	

4.3 vzhledem k rozptylu výsledků jsou výsledky MPZ považována pouze za informativní a hodnocení nebude prováděno.

Zeminy

5.1, 5.2 u obou zkušebních metod bylo použito hodnocení podle Z skóre

3.4 Vyhodnocení výsledků

Pro MPZ 99 zvolené zkušební metody jsou hodnoceny samostatně.

U každé zúčastněné laboratoře jsou v rámci posuzované zkoušky hodnoceny všechny dosažené výsledky u všech zkoušených vzorků v rámci výše stanovených mezí reprodukovatelnosti.

Pro každou zkušební metodu musí být všechny výsledky (i na více vzorcích) hodnoceny jako vyhovující z hlediska reprodukovatelnosti. Pouze u zkušebních metod číslo 2.1, 3.1 a 5.2 je u jednoho vzorku povolen max. jeden nevyhovující výsledek z hlediska reprodukovatelnosti. Nevyhovující hodnoty však nesmí být vybočující/ odlehlé ve smyslu ČSN ISO část 5725- 2.

Konkrétní hodnoty, dosažené jednotlivými laboratořemi u porovnávaných zkoušek, jsou uvedeny v tabulkách v Příloze a slouží k podrobnější informaci účastníků MPZ.

Laboratoře, vyhovující podmínkám jednotlivých zkušebních metod obdrží "Osvědčení o účasti v MPZ 98", u ostatních zkušebních metod potom "Potvrzení o účasti v MPZ 98". Toto "Osvědčení / Potvrzení" je v souladu se "Smlouvou o kontrolní činnosti .." vázáno na jednotlivé zkušební metody. Jejich doručení jednotlivým laboratořím proběhne v termínu do konce července 2000.

U zkušebních metod s méně než pěti účastníky s platnými výsledky (bez odlehlých a vybočujících hodnot) nebo tam, kde hodnocení není z důvodu vysokého rozptylu výsledků prováděno, bude účastníkům vydáno pouze "Potvrzení o účasti v MPZ".

4. Závěr

Veškeré další údaje týkající se provedení MPZ 99 neuvedené v této Souhrnné zprávě jsou považovány za důvěrné a jako takové nebudou poskytovány ostatním účastníkům MPZ ani třetím stranám včetně zřizovatele a ČIA, bez souhlasu účastnická laboratoře.

Podrobnější vyhodnocení MPZ 99, včetně zapracování údajů o použitých měřidlech, zkušebních zařízeních, podrobnějších údajů (záznamy o míře zahlinění kameniva), podmínkách provádění zkoušek a v **neposlední řadě i případných připomínek ze strany účastníků** bude projednáno s garanty jednotlivých oblastí MPZ a Vědeckou radou AS-PK.

Výsledky tohoto vyhodnocení budou účastníkům sděleny současně se zasláním "Potvrzení /Osvědčení " a zároveň budou použity při organizaci následujícího MPZ.

zprávu vypracoval:

Ing. René Uxa

Seznam použité literatury:

ČSN ISO 5725 (1 –4) Přesnost (správnost a shodnost) metod a výsledků měření.

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

ČSN 65 7062 Stanovení penetrace

ČSN 65 7060 Stanovení bodu měknutí kroužkem a kuličkou

ČSN 65 7089 Stanovení přilnavosti asfaltových pojiv ke kamenivu.

ČSN 72 1013 Laboratorní stanovení meze plasticity zemin

ČSN 72 1014 Laboratorní stanovení meze tekutosti zemin

ČSN 72 1017 Stanovení zrnitosti zemin pro geotechniku

ČSN 72 1173 Stanovení odplavitelných částic a hliněných hrudek v kamenivu.

Změna 1 : míra zahlinění drobného drceného kameniva -ztráta sušením

ČSN EN 933 –1 Zkoušení geometrických vlastností kameniva- Část 1:Stanovení zrnitosti – Sítový rozbor

ČSN EN 933 – 9 Zkoušení geometrických vlastností kameniva- Část 9 Posouzení jemných částic metylenovou modří

ČSN 73 6160 Zkoušení silničních živičných směsí

ČSN 73 6121 Stavba vozovek. Hutněné asfaltové vrstvy

ČSN 73 6122 Stavba vozovek. Lité asfalty

TP 109 Asfaltové hutněné vrstvy se zvýšenou odolností proti tvorbě trvalých deformací, příloha A

Interní metodické pokyny ČIA a AS-PK