

«УТВЕРЖДАЮ»

Генеральный директор

 К.В. Могильный

«23» мая 2019 г.

ПРОГРАММА
проведения межлабораторных сравнительных испытаний дорожно-
строительных материалов.
Испытания битумных вяжущих.

| | |
|--|----|
| Содержание | |
| Введение | 3 |
| 1. Определения | 5 |
| 2. Общие сведения | 7 |
| 3. Образцы для контроля..... | 8 |
| 4. Порядок обработки экспериментальных данных МСИ..... | 10 |
| 5. Требования к испытаниям | 12 |
| 6. Условия проведения испытаний | 12 |
| 7. Определяемые физико-химические показатели | 13 |
| Приложение А..... | 15 |

Введение

Развитие дорожной сети и поддержание высокого уровня транспортно-эксплуатационных показателей автомобильных дорог, обеспечивающих комфортное и безопасное движение транспортных средств, являются основными задачами дорожной отрасли.

Следует отметить, что качество материалов, используемых для строительства, реконструкции, ремонта, капитального и содержания автомобильных дорог - важнейшая составляющая долговечности дорожного покрытия.

Техническая политика Государственной компании «Автодор» в области конструирования дорожных одежд стремится обеспечивать широкое применение конструкций с повышенными потребительскими свойствами, увеличенными сроками службы, высокой стойкостью к пластическим деформациям, а также устойчивых к абразивному износу.

В этой связи Государственная компания «Автодор» заинтересована во внедрении современных требований и методов испытаний асфальтобетонов и битумных вяжущих.

Одним из главных структурообразующих компонентов асфальтобетона является битумное вяжущее. Качество этого материала напрямую связано с устойчивостью асфальтобетона к воздействию разрушающих факторов в процессе эксплуатации.

Также немаловажным аспектом является квалификация лабораторий (метрологическая база, оборудование и подготовленный персонал) Подрядных организаций, занятых на объектах Государственной компании «Автодор».

Межлабораторные сравнительные испытания позволяют дать независимую оценку достоверности результатов испытаний и определить качество проведения испытаний в лабораториях.

Участие в межлабораторных сравнительных испытаниях позволяет участникам:

- сопоставить свои результаты измерений с результатами других лабораторий, полученными по той же методике измерений;

- получить независимую оценку качества результатов измерений внешней организацией.

Основные принципы организации проверок квалификации: добровольность, открытость, компетентность, независимость, отсутствие дискриминации и конфиденциальность.

Оценка качества результатов испытаний и оценка качества работы лаборатории по совокупности результатов испытаний, полученных при проведении межлабораторных сравнительных испытаний (далее МСИ), проводится с использованием Z-индексов в соответствии с ГОСТ Р 50779.60-2017 (ИСО 13528:2015).

На результаты определяемых параметров большое значение оказывают состояние оборудования, точность исполнения требований нормативных документов и инструкций по проведению испытаний и измерений, а также квалификация персонала.

Таким образом, главной задачей является определение воспроизводимости результатов испытаний, полученных в различных лабораториях, а в случае наличия сверхнормативных отклонений результатов – анализ причин и устранение недостатков.

1. Определения

Межлабораторные сравнительные испытания: Организация, выполнение и оценка результатов измерений или испытаний одного и того же или нескольких подобных образцов двумя или более лабораториями в соответствии с заранее установленными условиями (ГОСТ Р 50779.60-2017)

Проверка квалификации: Оценивание характеристики функционирования участника по заранее установленным критериям посредством межлабораторных сличений. (ГОСТ ISO/IEC 17043-2013).

Объект испытаний: Продукция, подвергаемая испытаниям (ГОСТ 16504).

Участник: Лаборатория, организация или физическое лицо, которые получают образец для проверки квалификации и представляют результаты на рассмотрение провайдеру проверки квалификации (ГОСТ ISO/IEC 17043-2013).

Образец для испытаний: Продукция или ее часть, или проба, непосредственно подвергаемые эксперименту при испытаниях (ГОСТ 16504).
Образец для проверки квалификации: Проба, продукт, искусственный объект (артефакт), стандартный образец, часть оборудования, эталон, набор данных или другая информация, используемые для проверки квалификации. (ГОСТ ISO/IEC 17043-2013).

Разделенный образец (РО): Образец для испытаний, полученный путём деления однородного или доведенного до однородного состояния объекта испытаний. РО используют для контроля воспроизводимости результатов при проведении МСИ.

Воспроизводимость результатов испытаний: Характеристика результатов испытаний, определяемая близостью результатов испытаний одного и того же объекта по единым методикам в соответствии с требованиями одного и того же нормативного документа с применением различных экземпляров оборудования разными операторами в разное время в разных лабораториях (ГОСТ Р 51672, ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002).

Норматив (предел) воспроизводимости: Предельно допускаемое абсолютное расхождение между двумя результатами испытаний, полученными в условиях воспроизводимости для доверительной вероятности 0,95 (ГОСТ Р 51672).

Повторяемость (сходимость) результатов испытаний: Характеристика результатов испытаний, определяемая близостью результатов испытаний одного и того же объекта по одной и той же методике в соответствии с требованиями одного и того же нормативного документа в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором с использованием одного и того же экземпляра оборудования в течение короткого промежутка времени (ГОСТ Р 51672).

Норматив (предел) повторяемости (сходимости): Предельно допускаемое абсолютное расхождение между двумя результатами испытаний, полученными в условиях повторяемости (сходимости) для доверительной вероятности 0,95 (ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002).

Провайдер проверки квалификации: Организация, которая несет ответственность за все задачи по разработке и выполнению программы проверки квалификации (ГОСТ ISO/IEC 17043-2013).

Координатор: Одно или несколько лиц, осуществляющих организацию и управление всеми видами деятельности, связанными с реализацией программы проверки квалификации (ГОСТ ISO/IEC 17043-2013).

2. Общие сведения

2.1 Информационные данные о Провайдере и Координатор МСИ.

Сведения о провайдере приведены в таблице 1.

Таблица 1 - Сведения о провайдере

| | |
|-----------------|--|
| Провайдер | ООО «Автодор-Инжиниринг» |
| Сайт провайдера | http://avtodor-eng.ru |
| Координатор | ООО «Автодор-Инжиниринг» Заместитель начальника управления обеспечения качества дорожных и мостовых работ Кузин Кирилл Александрович Почта: K.kuzin@avtodor-eng.ru |

2.2 Календарный план и порядок проведения МСИ

Порядок проведения МСИ проводятся согласно календарному плану, представленному в таблице 2.

Таблица 2 - Порядок проведения МСИ

| Мероприятие | Планируемые даты проведения | Ответственное лицо |
|---|-----------------------------|--------------------------|
| 1. Формирование перечня участников на основании заявок | До 06.06.2019 | ООО «Автодор-Инжиниринг» |
| 2. Создание контрольных образцов с подготовкой и шифрованием | До 11.06.2019 | ООО «Автодор-Инжиниринг» |
| 3. Проведение выдачи контрольных образцов с заданием (формой протокола) | 12.06.2019 – 18.06.2019 | ООО «Автодор-Инжиниринг» |
| 4. Проведение испытаний с оформлением протокола (Приложение А) и последующей отправкой результатов Провайдеру | 19.06.2019 – 10.07.2019 | Участники МСИ |

| Мероприятие | Планируемые даты проведения | Ответственное лицо |
|--|-----------------------------|--------------------------|
| 5. Проведение обработки результатов испытаний и обобщение результатов | До 24.07.2019 | ООО «Автодор-Инжиниринг» |
| 6. Представление результатов участия испытательных лабораторий и сводную информацию о результатах участия всех испытательных лабораторий каждому участнику программы | До 31.07.2019 | ООО «Автодор-Инжиниринг» |

2.3 Участники МСИ.

2.3.1 На добровольной основе могут принять участие лаборатории производителей битумных вяжущих, подрядных организаций, а также научно-исследовательские институты, имеющие соответствующее оборудование и квалифицированный персонал.

2.3.2 Все участники направляют в адрес Провайдера заявки, включая информацию о согласии участия в МСИ, указанием ответственного представителя и сотрудника лаборатории (Ф.И.О., должность, контактный телефон и адрес электронной почты).

3. Образцы для проверки квалификации

3.1 Подготовка контрольных образцов битумных вяжущих для исследования проводится Провайдером МСИ.

3.2 Отбор проб битумных вяжущих осуществляется согласно требованиям ГОСТ 2517-2012.

3.2.1 Процедура подготовки проб (контрольных образцов):

3.2.1.1. Место отбора партии проб битумного вяжущего одной марки автоцистерна (битумовоз) или рабочая / отгрузочная емкость. Отбирается

требуемое количество точечных проб, усредняется в контейнере и разливается в 3-х литровые металлические банки.

3.2.1.2. Контейнер для усреднения точечных проб – емкость объемом не менее $3 \cdot X$ литров, где X – число участников МСИ увеличенное вдвое.

3.2.1.3. Масса пробы (образца) – не менее 3,0 кг.

3.2.1.4. Каждый образец партии битумного вяжущего определенной марки должен быть опломбирован и промаркирован с указанием:

-идентификационного номера (шифра) по порядку (например: МСИ 2019-1; МСИ 2019-2; МСИ 2019-3 и т.д.);

-информацию о марке по ГОСТ 22245, ГОСТ Р 52056.

3.2.1.5. Каждая партия битумного вяжущего должна иметь следующие документы:

-документы, подтверждающие качество;

-наименования продукта (марка);

-наименование нормативно-технического документа;

-количество образцов в партии и идентификационные номера образцов.

3.2.1.6. Из общего количества полученных образцов случайным образом выбираются образцы для проверки однородности. Проверка однородности проводится по показателям:

-глубина проникания иглы при температуре 25°C по ГОСТ 11501-78;

-температура размягчения по ГОСТ 11506-73.

Полученные результаты оценки однородности проверяются на соответствие требованиям по сходимости для данных методов испытаний, согласно таблице 3.

Таблица 3 – Оценка однородности образцов для МСИ

| Наименование показателя | Метод испытания | Номер образца ... (1), X1 | Номер образца ... (15), X2 | Сходимость метода по НД, г | $r \geq X1 - X2 $ |
|--|-----------------|---------------------------|----------------------------|---------------------------------|--------------------|
| Глубина проникания иглы при температуре 25°C, 0,1 мм | ГОСТ 33136 | | | 3 % от среднего арифметического | |
| Температура размягчения, °C | ГОСТ 33142 | | | 1 | |

В случае если требования по сходимости не выполняются, вся партия образцов – бракуется и производится новый отбор образцов согласно пункту 3.2.1 настоящей программы.

3.3 Количество образцов.

3.3.1 Число проб должно соответствовать числу лабораторий-участников. Таким образом, каждый из участников МСИ получает одну пробу битума нефтяного дорожного вязкого и одну пробу полимерно-битумного вяжущего с оформлением акта у Координатора. Распределение между лабораториями-участниками осуществляется в случайном порядке. При получении образцов представитель участника МСИ вправе выбрать любую из имеющихся в наличии у Координатора проб битумных вяжущих.

4. Порядок обработки экспериментальных данных МСИ

4.1 Для оценки качества результатов испытаний, полученных испытательной лабораторией при проведении МСИ, и выводов о качестве работы испытательной лаборатории Провайдер использует алгоритм с использованием Z-индексов при условии необходимого количества заявителей. При расчете Z-индексов в качестве опорного значения следует принимать среднее арифметическое значение результатов испытаний по определению показателя, полученных в лабораториях-участниках Программы.

4.2 На основе результатов испытаний Провайдер вычисляет значение Z-индекса (Z) для каждого полученного от испытательной лаборатории-участника МСИ результата испытаний по формуле:

$$Z=(X-C)/\sigma(\Delta),$$

где X – результат испытаний;

C – среднее значение образца, полученное в результате деления суммы сложенных результатов показателей качества испытаний, определенного испытания, в условиях воспроизводимости, полученных с учувствовавших лабораторий в МСИ на количество лабораторий-участников, получивших

результаты в условиях воспроизводимости, для контроля определяемого показателя;

$\sigma(\Delta)$ – среднее квадратическое отклонение погрешности, установленной для методики испытаний.

4.3 Заключение о качестве результатов испытаний контролируемого объекта по каждому определяемому показателю делают на основе сравнения значения $|Z|$ с установленными нормативами контроля: $Z' = 2,0$; $Z'' = 3,0$:

- | | |
|---------------------------|--|
| - при $ Z \leq Z'$ | качество результатов испытаний признают удовлетворительным; |
| - при $Z' < Z \leq Z''$ | качество результатов испытаний признают сомнительным и подлежащим дополнительной проверке; |
| - при $ Z > Z''$ | качество результатов испытаний признают неудовлетворительным. |

4.4 Статистическая обработка результатов МСИ проводится в соответствии с требованиями следующих документов:

-ГОСТ Р 8.690-2009;

-РМГ 103-2010;

-ГОСТ Р 50779.60-2017;

-Р 50.4.006-2002;

-ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002;

-ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

4.5 Все полученные результаты оформляются Провайдером в виде сводной таблицы.

5. Требования к испытаниям

5.1 При испытаниях образцов для МСИ следует использовать методики согласно области аккредитации (при наличии).

5.2 Процедура проведения анализа должна строго соответствовать применяемой методике. Все отклонения должны быть описаны в протоколе. Число повторных определений должно соответствовать требованиям методики.

5.3 При работе с образцами для МСИ необходимо соблюдать требования по технике безопасности.

5.4 Нагревание образцов битумного вяжущего следует производить при надлежащей температуре в соответствии с НТД на методы испытаний.

5.4.1 Разогреть образец возможно только два раза перед испытанием.

5.5 Результаты испытаний каждого образца необходимо оформить в соответствии с Приложением А.

5.6 Оформленные результаты испытаний должны быть направлены с сопроводительным письмом на адрес электронной почты Провайдера (ООО «Автодор-Инжиниринг») post@avtodor-eng.ru, последующей досылкой на бумажном носителе по адресу: 127006, г. Москва, Страстной бульвар, д. 9.

6. Условия проведения испытаний

6.1 Требования к условиям проведения испытаний:

-испытания в каждой лаборатории проводятся в условиях воспроизводимости метода с целью установления степени согласованности независимых результатов испытаний;

-условия проведения испытаний должны соответствовать нормативно-техническим документам на методы испытаний.

7. Определяемые физико-химические показатели

7.1 При испытании образцов МСИ битума нефтяного дорожного и полимерно-битумного вяжущего необходимо определять показатели согласно таблице 4 и 5 соответственно.

Таблица 4 – Физико-механические показатели образца МСИ для битума нефтяного дорожного

| №п/п | Наименование показателя | Метод испытания |
|------|--|--------------------------|
| 1 | Глубина проникания иглы при 25°C, 0,1 мм | ГОСТ 33136 |
| 2 | Температура размягчения по кольцу и шару, °C | ГОСТ 33142 |
| 3 | Растяжимость при 0°C, см | ГОСТ 33138 |
| 4 | Температура хрупкости, °C | ГОСТ 33143 |
| 5 | Изменение массы образца после старения, % | ГОСТ 33140 |
| 6 | Изменение температуры размягчения после старения, °C | ГОСТ 33140 ГОСТ 33142 |
| 7 | Динамическая вязкость, Условие 1 (при 1,5 с при 60 ЕС), Па·с | ГОСТ 33137 |
| 8 | Динамическая вязкость после старения, Условие 1 (при 1,5 с при 60°C), Па·с | ГОСТ 33140 ГОСТ 33137 |
| 9 | Растяжимость при 25°C, см | ГОСТ 33138 |
| 10 | Максимальное усилие при растяжении при 0°C, Н | ГОСТ 33138 |
| 11 | Температура хрупкости после старения, °C | ГОСТ 33140 ГОСТ 33143 |

Таблица 5 – Физико-механические показатели образца МСИ для полимерно-битумного вяжущего

| №п/п | Наименование показателя | Метод испытания |
|------|--|------------------------------------|
| 1 | Глубина проникания иглы при температуре 25°С | ГОСТ 33136 |
| 2 | Температура размягчения по кольцу и шару | ГОСТ 33142 |
| 3 | Эластичность при температуре 25 °С | ГОСТ EN 13398 |
| 4 | Температура хрупкости | ГОСТ 33143 |
| 5 | Динамическая вязкость при температуре 135°С | ГОСТ 33137 |
| 6 | Изменение температуры размягчения | ГОСТ 33142 <i>ГОСТ EN 13399</i> |
| 7 | Изменение пенетрации | ГОСТ 33136 <i>ГОСТ EN 13399</i> |
| 8 | Изменение массы | ГОСТ 33140 |
| 9 | Остаточная пенетрация, от первоначальной пенетрации, при температуре 25 °С | ГОСТ 33136 ГОСТ 33140 |
| 10 | Изменение температуры размягчения | ГОСТ 33142 ГОСТ 33140 |
| 11 | Эластичность при температуре 25°С | ГОСТ EN 13398 ГОСТ 33140 |

Приложение А

(Обязательное)
Форма протокола испытаний

Протокол испытаний № _____ 2019 г.
 « ____ » _____

1. Полное наименование лаборатории _____
2. Номер аттестата аккредитации (при наличии) _____
3. Юридический адрес _____
4. Почтовый адрес _____
5. Контактный телефон/факс, e-mail _____

Таблица А1 – Образец заполнения протокола испытаний по МСИ

| № п/п | Образец для контроля, (Номер экземпляра, НД) | Контролируемый показатель, единицы измерений | Условия измерений (температура воздуха, °С / относительная влажность, %) | Дата начала проведения испытания и дата окончания проведения испытания | Метод испытаний | Используемое оборудование – средства измерений (основные), информация о поверке/аттестации | Результат испытаний |
|-------|---|--|--|--|-----------------|--|---------------------|
| 1 | № 2019-1; БНД 60/90 ГОСТ 22245-90 с изм. 1 | Глубина проникания иглы при 25°С, 0,1 мм | Согласно НТД на проведение испытаний | _____. _____. 2019 г. | ГОСТ 33136 | Пенетрометр зав. № XXXX, свидетельство о поверке № XXXX до _____. _____. 20 ____ г. | |
| 2 | № 2019-1; БНД 60/90 ГОСТ 22245-90 с изм. 1 | Температура размягчения по кольцу и шару, °С | | | ГОСТ 33142 | | |
| 3 | № 2019-1; БНД 60/90 ГОСТ 22245-90 с изм. 1 | Растяжимость при 0°С, см | | | ГОСТ 33138 | | |
| 4 | № 2019-1; | Температура хрупкости, °С | | | ГОСТ 33143 | | |

| | | | | | | | | | | | | | |
|----|---|--|--|--|--|--|--|--|------------|--|--|--|--|
| | БНД 60/90 ГОСТ 22245-90 с изм. 1 | | | | | | | | | | | | |
| 5 | № 2019-1; БНД 60/90 ГОСТ 22245-90 с изм. 1 | Изменение температуры размягчения после старения, °С | | | | | | | ГОСТ 33140 | | | | |
| 6 | № 2019-1; БНД 60/90 ГОСТ 22245-90 с изм. 1 | Динамическая вязкость, Условие 1 (при 1,5 с при 60 ЕС), Па·с | | | | | | | ГОСТ 33142 | | | | |
| 7 | № 2019-1; БНД 60/90 ГОСТ 22245-90 с изм. 1 | Динамическая вязкость после старения, Условие 1 (при 1,5 с при 60°С), Па·с | | | | | | | ГОСТ 33137 | | | | |
| 8 | № 2019-1; БНД 60/90 ГОСТ 22245-90 с изм. 1 | Растяжимость при 25°С, см | | | | | | | ГОСТ 33140 | | | | |
| 9 | № 2019-1; БНД 60/90 ГОСТ 22245-90 с изм. 1 | Максимальное усилие при растяжении при 0°С, Н | | | | | | | ГОСТ 33137 | | | | |
| 10 | № 2019-1; БНД 60/90 ГОСТ 22245-90 с изм. 1 | Температура хрупкости после старения, °С | | | | | | | ГОСТ 33138 | | | | |
| 11 | № 2019-1; БНД 60/90 ГОСТ 22245-90 с изм. 1 | Изменение массы образца после старения, % | | | | | | | ГОСТ 33140 | | | | |

Таблица А2 – Образец заполнения протокола испытаний по МСИ

| № п/п | Образец для контроля, (Номер экземпляра, НД) | Контролируемый показатель, единицы измерений | Условия измерений (температура воздуха, °С / относительная влажность, %) | Дата начала испытания и дата окончания проведения испытания | Метод испытаний | Используемое оборудование – средства измерений (основные), информация о поверке/аттестации | Результат испытаний |
|-------|--|--|--|---|-----------------|--|---------------------|
| 1 | № 2019-33; ПВВ 60 ГОСТ Р 52056 | Глубина проникания иглы при температуре 25°С | Согласно НТД на проведение испытаний | ___ . ___ . 2019 г. | ГОСТ 33136 | Пенетrometer зав. № XXXX, свидетельствование о поверке №XXX до ___ . ___ . 20__ г. | |
| 2 | № 2019-33; ПВВ 60 ГОСТ Р 52056 | Температура размягчения по кольцу и шару | | | ГОСТ 33142 | | |

| | | | | | | |
|----|--------------------------------------|--|--|--|------------------------------------|--|
| 3 | № 2019-33; ПВВ 60 ГОСТ Р 52056 | Эластичность при температуре 25 °С | | | ГОСТ EN 13398 | |
| 4 | № 2019-33; ПВВ 60 ГОСТ Р 52056 | Температура хрупкости | | | ГОСТ 33143 | |
| 5 | № 2019-33; ПВВ 60 ГОСТ Р 52056 | Динамическая вязкость при температуре 135°С | | | ГОСТ 33137 | |
| 6 | № 2019-33; ПВВ 60 ГОСТ Р 52056 | Изменение температуры размягчения | | | ГОСТ 33142 <i>ГОСТ EN 13399</i> | |
| 7 | № 2019-33; ПВВ 60 ГОСТ Р 52056 | Изменение пенетрации | | | ГОСТ 33136 <i>ГОСТ EN 13399</i> | |
| 8 | № 2019-33; ПВВ 60 ГОСТ Р 52056 | Изменение массы | | | ГОСТ 33140 | |
| 9 | № 2019-33; ПВВ 60 ГОСТ Р 52056 | Остаточная пенетрация, от первоначальной пенетрации, при температуре 25 °С | | | ГОСТ 33136 ГОСТ 33140 | |
| 10 | № 2019-33; ПВВ 60 ГОСТ Р 52056 | Изменение температуры размягчения | | | ГОСТ 33142 ГОСТ 33140 | |
| 11 | № 2019-33; ПВВ 60 ГОСТ Р 52056 | Эластичность при температуре 25°С | | | ГОСТ EN 13398 ГОСТ 33140 | |

Ответственный исполнитель _____ (И.О. Фамилия)

(подпись)

Руководитель лаборатории _____ (И.О. Фамилия)

(подпись)

М.П.