

«УТВЕРЖДАЮ»

Генеральный директор

_____ К.В. Могильный

«____» октября 2021 г.

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

«РАЗРАБОТАЛ»

Ведущий специалист
отдела лабораторного
контроля

«Проверил»

Начальник управления
лабораторного контроля

К.А. Селезнев

К.А. Кузин

Содержание

1. Определения	3
2. Общие сведения	5
3. Образцы для проверки квалификации	6
4. Порядок обработки экспериментальных данных МСИ	8
5. Требования к испытаниям	9
6. Условия проведения испытаний	10
7. Определяемые физико-химические показатели	10
Приложение А	14

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» Ведущий специалист отдела лабораторного контроля Почта: K.Seleznev@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 29.10.2021	ООО «Автодор-Инжиниринг»
2	Создание контрольных образцов с подготовкой и шифрованием	До 12.11.2021	ООО «Автодор-Инжиниринг»
3	Проведение выдачи контрольных образцов с заданием (формой протокола)	До 22.11.2021	ООО «Автодор-Инжиниринг»
4	Проведение испытаний с оформлением протокола (Приложение А) и последующей отправкой результатов Провайдеру	До 17.12.2021	Участники МСИ
5	Проведение обработки результатов испытаний и обобщение результатов	До 14.01.2022	ООО «Автодор-Инжиниринг»

	Мероприятие	Планируемые даты проведения	Ответственное лицо
6	Представление результатов участия испытательных лабораторий и сводную информацию о результатах участия всех испытательных лабораторий каждому участнику программы	До 31.01.2022	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 соответствующие 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 33136-2014;

-температура размягчения по ГОСТ 33142-2014.

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, r	$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 вязкого

№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 при температуре 135°C, Па·с	ГОСТ 33137
8	Динамическая вязкость после старения при температуре 135°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
12	Энергия деформации (на участке 0,2 - 0,4 м), определённая при температуре 10°C	EN 13703-2013
13	Определение значений показателя Сдвиговая устойчивость, кПа, для исходного битумного вяжущего при температурах испытания 58°C, 64°C, 70°C (испытания проводятся на одном образце, начиная с температуры 58°C)	ГОСТ 58400.10
14	Определение значений показателя Сдвиговая устойчивость, кПа, для состаренного по методу RTFOT битумного вяжущего при температурах испытания 58°C, 64°C, 70°C (испытания проводятся на одном образце, начиная с температуры 58°C)	ГОСТ 33140 ГОСТ 58400.10
15	Низкотемпературная устойчивость (BBR), Жесткость S, Мпа при температуре испытания минус 12°C	ГОСТ 58400.5 ГОСТ 58400.8

16	Низкотемпературная устойчивость (BBR), Жесткость S, Мпа при температуре испытания минус 18°С	
17	Низкотемпературная устойчивость (BBR), Жесткость S, Мпа при температуре испытания минус 24°С	
18	Низкотемпературная устойчивость (BBR), m-значение, при температуре испытания минус 12°С	
19	Низкотемпературная устойчивость (BBR), m-значение, при температуре испытания минус 18°С	
20	Низкотемпературная устойчивость (BBR), m-значение, при температуре испытания минус 24°С	

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°C	ГОСТ EN 13398 ГОСТ 33140
12	Энергия деформации (на участке 0,2 - 0,4 м), определённая при температуре 10°C	EN 13703-2013
13	Определение значений показателя Сдвиговая устойчивость, кПа, для исходного битумного вяжущего при температурах испытания 64°C, 70°C, 76°C (испытания проводятся на одном образце, начиная с температуры 64°C)	ГОСТ 58400.10
14	Определение значений показателя Сдвиговая устойчивость, кПа, для состаренного по методу RTFOT битумного вяжущего при температурах испытания 64°C, 70°C, 76°C (испытания проводятся на одном образце, начиная с температуры 64°C)	ГОСТ 33140 ГОСТ 58400.10
15	Низкотемпературная устойчивость (BBR), Жесткость S, Мпа при температуре испытания минус 12°C	ГОСТ 58400.5 ГОСТ 58400.8
16	Низкотемпературная устойчивость (BBR), Жесткость S, Мпа при температуре испытания минус 18°C	
17	Низкотемпературная устойчивость (BBR), Жесткость S, Мпа при температуре испытания минус 24°C	
18	Низкотемпературная устойчивость (BBR), m-значение, при температуре испытания минус 12°C	
19	Низкотемпературная устойчивость (BBR), m-значение, при температуре испытания минус 18°C	
20	Низкотемпературная устойчивость (BBR), m-значение, при температуре испытания минус 24°C	

Приложение А

(Обязательное)
Форма протокола испытаний

Протокол испытаний № _____
« ____ » _____ 20__ 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	Глубина проникания иглы при 25°С, 0,1 мм	Согласно НТД на проведение испытаний	____.____.20__ г.	ГОСТ 33136	Пенетромтр зав. № XXXX, свидетельство о поверке №XXX до _____.____.20__ г.	
2	№ 2019-1; БНД	Температура размягчения по кольцу и шару, °С			ГОСТ 33142		
3	№ 2019-1; БНД	Растяжимость при 0°С, см			ГОСТ 33138		
4	№ 2019-1; БНД	Температура хрупкости, °С			ГОСТ 33143		

5	№ 2019-1; БНД	Изменение температуры размягчения после старения, °С			ГОСТ 33140		
6	№ 2019-1; БНД	Динамическая вязкость при температуре 135оС, Па·с			ГОСТ 33142		
7	№ 2019-1; БНД	Динамическая вязкость после старения при температуре 135оС, Па·с			ГОСТ 33137		
8	№ 2019-1; БНД	Растяжимость при 25°С, см			ГОСТ 33140		
9	№ 2019-1; БНД	Максимальное усилие при растяжении при 0°С, Н			ГОСТ 33137		
10	№ 2019-1; БНД	Температура хрупкости после старения, °С			ГОСТ 33138		
11	№ 2019-1; БНД	Изменение массы образца после старения, %			ГОСТ 33140		
12	№ 2019-1; БНД	Энергия деформации (на участке 0,2 - 0,4 м), определённая при температуре 10°С			EN 13703-2013		
13	№ 2019-1; БНД	Определение значений показателя Сдвиговая устойчивость, кПа, для исходного битумного вяжущего при температурах испытания 58°С, 64°С, 70°С (испытания проводятся на одном образце, начиная с температуры 58°С)			ГОСТ 58400.10		
14	№ 2019-1; БНД	Определение значений показателя Сдвиговая устойчивость, кПа, для состаренного по методу RTFOT битумного вяжущего при температурах испытания 58°С, 64°С, 70°С (испытания проводятся на одном образце, начиная с температуры 58°С)			ГОСТ 33140 ГОСТ 58400.10		
15	№ 2019-1; БНД	Низкотемпературная устойчивость (BBR), Жесткость S, Мпа при температуре испытания минус 12°С			ГОСТ 58400.5 ГОСТ 58400.8		
16	№ 2019-1; БНД	Низкотемпературная устойчивость (BBR), Жесткость S, Мпа при температуре испытания минус 18°С			ГОСТ 58400.5 ГОСТ 58400.8		

17	№ 2019-1; БНД	Низкотемпературная устойчивость (BBR), Жесткость S, Мпа при температуре испытания минус 24°C			ГОСТ 58400.5 ГОСТ 58400.8		
18	№ 2019-1; БНД	Низкотемпературная устойчивость (BBR), m-значение, при температуре испытания минус 12°C			ГОСТ 58400.5 ГОСТ 58400.8		
19	№ 2019-1; БНД	Низкотемпературная устойчивость (BBR), m-значение, при температуре испытания минус 18°C			ГОСТ 58400.5 ГОСТ 58400.8		
20	№ 2019-1; БНД	Низкотемпературная устойчивость (BBR), m-значение, при температуре испытания минус 24°C			ГОСТ 58400.5 ГОСТ 58400.8		

Таблица А2 – Образец заполнения протокола испытаний по МСИ

№ п/п	Образец для контроля, (Номер экземпляра, НД)	Контролируемый показатель, единицы измерений	Условия измерений (температура воздуха, °C / 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	№ 2019-33; ПБВ	Глубина проникания иглы при температуре 25°C	Согласно НТД на проведение испытаний	___.__.20__ г.	ГОСТ 33136	Пенетрометр зав. № XXXX, свидетельство о поверке №XXX до ___.__.20__ г.	
2	№ 2019-33; ПБВ	Температура размягчения по кольцу и шару			ГОСТ 33142		
3	№ 2019-33; ПБВ	Эластичность при температуре 25 °C			ГОСТ EN 13398		
4	№ 2019-33; ПБВ	Температура хрупкости			ГОСТ 33143		
5	№ 2019-33; ПБВ	Динамическая вязкость при температуре 135°C			ГОСТ 33137		
6	№ 2019-33; ПБВ	Изменение температуры размягчения			ГОСТ 33142 <i>ГОСТ EN 13399</i>		

7	№ 2019-33; ПБВ	Изменение пенетрации			ГОСТ 33136 ГОСТ EN 13399		
8	№ 2019-33; ПБВ	Изменение массы			ГОСТ 33140		
9	№ 2019-33; ПБВ	Остаточная пенетрация, от первоначальной пенетрации, при температуре 25 °С			ГОСТ 33136 ГОСТ 33140		
10	№ 2019-33; ПБВ	Изменение температуры размягчения			ГОСТ 33142 ГОСТ 33140		
11	№ 2019-33; ПБВ	Эластичность при температуре 25°С			ГОСТ EN 13398 ГОСТ 33140		
12	№ 2019-33; ПБВ	Энергия деформации (на участке 0,2 - 0,4 м), определённая при температуре 10°С			EN 13703-2013		
13	№ 2019-33; ПБВ	Определение значений показателя Сдвиговая устойчивость, кПа, для исходного битумного вяжущего при температурах испытания 64°С, 70°С, 76°С (испытания проводятся на одном образце, начиная с температуры 64°С)			ГОСТ 58400.10		
14	№ 2019-33; ПБВ	Определение значений показателя Сдвиговая устойчивость, кПа, для состаренного по методу RTFOT битумного вяжущего при температурах испытания 64°С, 70°С, 76°С (испытания проводятся на одном образце, начиная с температуры 64°С)			ГОСТ 33140 ГОСТ 58400.10		
15	№ 2019-33; ПБВ	Низкотемпературная устойчивость (BBR), Жесткость S, Мпа при температуре испытания минус 12°С			ГОСТ 58400.5 ГОСТ 58400.8		
16	№ 2019-33; ПБВ	Низкотемпературная устойчивость (BBR), Жесткость S, Мпа при температуре испытания минус 18°С			ГОСТ 58400.5 ГОСТ 58400.8		
17	№ 2019-33; ПБВ	Низкотемпературная устойчивость (BBR), Жесткость S, Мпа при температуре испытания минус 24°С			ГОСТ 58400.5 ГОСТ 58400.8		
18	№ 2019-33; ПБВ	Низкотемпературная устойчивость (BBR), m-значение, при температуре испытания минус 12°С			ГОСТ 58400.5 ГОСТ 58400.8		
19	№ 2019-33; ПБВ	Низкотемпературная устойчивость (BBR), m-значение, при температуре испытания минус 18°С			ГОСТ 58400.5 ГОСТ 58400.8		

20	№ 2019-33; ПБВ	Низкотемпературная устойчивость (BBR), значение, при температуре испытания минус 24°C			ГОСТ 58400.5 ГОСТ 58400.8		
----	-------------------	---	--	--	------------------------------	--	--

Ответственный исполнитель _____ (И.О. Фамилия)

(подпись)

Руководитель лаборатории _____ (И.О. Фамилия)

(подпись)

М.П.