Grupo de trabajo de anillos interlaboratorios.

La realización de anillos de ensayo constituye una herramienta fundamental para garantizar la fiabilidad y la reproducibilidad de los resultados obtenidos en los ensayos de laboratorio. Por este motivo, en **Aleas** se creó un grupo especializado encargado de desarrollar estos ejercicios de verificación en distintos tipos de ensayos, con el fin de reforzar la confianza en los datos analíticos obtenidos. Este grupo es coordinado por Pablo Álvarez Troncoso.

El **primer anillo de ensayo** se llevó a cabo siguiendo la norma **UNE-EN 12697-5**, relativa a la determinación de la densidad máxima, en el que participaron **20 laboratorios asociados a Aleas**.

En esta **segunda edición**, el trabajo se ha centrado en dos normas fundamentales: la **UNE-EN 12697-1**, sobre contenido de ligante soluble, y la **UNE-EN 12697-2**, referida a la distribución granulométrica.

Tambien se ha realizado el ensayo de contenido de ligante por ignición de la UNE EN 12697-39 sin tener en cuenta los criterios del factor de corrección elegido por cada participante.

En este artículo se presenta una parte del trabajo realizado en el grupo que estará disponible en su totalidad próximamente en la página web de **ASEFMA**, dentro del apartado de INFORMES.

EJERCICIO DE COMPARACIÓN INTERLABORATORIO.

CONTENIDO EN LIGANTE SOLUBLE UNE EN 12697-1:2022 Y DISTRIBUCIÓN GRANULOMÉTRICA UNE EN 12697-2:2022.

Noviembre de 2025

Para el desarrollo de este ejercicio se ha establecido en primer lugar un protocolo específico con el fin de fijar criterio dentro del itinerario dictado por la norma de referencia.

INTRODUCCIÓN

El siguiente protocolo de ensayo interlaboratorio trata de definir los aspectos más relevantes contenidos en las normas UNE EN 12697-1:2022 y UNE EN 12697-2:2022 con el fin de aunar criterio para la realización de un ejercicio interlaboratorio en el seno de la asociación ALEAS. Se propone igualmente como opción realizar el ensayo de contenido en ligante según UNE EN 12697-39:2022 (contenido por ignición) aunque debido a la variación de los factores de corrección que puede obtener cada participante, la evaluación de este ensayo se limitará a la determinación de la repetibilidad del ejercicio.

MUESTRAS DE MEZCLA BITUMINOSA

Las muestras de mezcla bituminosa de partida (que recibirá cada participante) para la realización de los ensayos propuestos tendrán una masa comprendida entre los 13 kg y los 20 kg. Se ruega que aquellos participantes que vayan a realizar los dos métodos de determinación de contenido en ligante lo pongan en conocimiento del coordinador del grupo para que le sea enviada una de las cajas con mayor cantidad de material.

PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

Para la reducción de la muestra y la obtención de las réplicas se atenderá a lo establecido en UNE EN 12697-28:2022. Se recomienda realizar las determinaciones de contenido de ligante sobre muestras de peso inicial aproximado de 2000 g (máximo informativo de la norma) con el fin de no perder representatividad en la determinación de la curva granulométrica.

PROCEDIMIENTO

El procedimiento a seguir para las determinaciones incluidas en el presente ejercicio son los descritos en las normas de referencia ya mencionadas en el presente protocolo. Se propone la realización de los ensayos por duplicado (2 réplicas) para la evaluación de la repetibilidad y reproducibilidad del ejercicio.

LABORATORIOS PARTICIPANTES.

En el trabajo han participado 27 laboratorios de entidades de Asefma pertenecientes a Aleas, que son:

ENTIDADES PARTICIPANTES
Becsa
Pavasal
Repsol
Junta de Castilla y León
Intromac
Orsa
Lab. Carreteras, Región de Murcia
Collosa
Cemosa Málaga
CHM
Padecasa
Cemosa Madrid
Lab. General, Diputación Foral de Álava
Misturas
Tecnofirmes
Consell de Mallorca
CEDEX
Gobierno de Canarias
Cemosa
Asfalpasa
Sorigué
Dem. Carreteras del Estado en Valladolid
Eurovia
Alvargonzález Contratas
Cemosa - LBC Mallorca
Eiffage - Los Serranos
Eiffage Infraestructuras

Para la realización del estudio se han solicitado dos réplicas del ensayo, a cada una de las cuales se le ha asignado un número de identificación generado aleatoriamente para garantizar la trazabilidad y el anonimato de las muestras.

CRITERIOS ANÁLISIS ESTADÍSTICO.

Una vez recibidos los resultados, se realiza un análisis estadístico siguiendo los criterios incluidos en UNE EN 82009-2. Este análisis implica los pasos siguientes:

- Ensayos de detección de resultados numéricos aberrantes:
  - o Test de Cochran (C). Detecta resultados de un laboratorio cuya varianza intralaboratorio es significativamente mayor que las varianzas intralaboratorios del resto de los participantes.
  - o Test de Grubbs (G). Detecta laboratorios que proporcionan valores medios extremos que son inconsistentes con una distribución gaussiana de las medias de los laboratorios.
- El valor o valores rechazados tras la aplicación de las pruebas anteriores dejarán de ser analizados.
- Con el resto de los valores, se calculan los valores medios y los valores de precisión:
  - o Varianza de repetibilidad sr2
  - o Varianza interlaboratorios sL2
  - o Varianza de reproducibilidad sR2
  - o Media

RESULTADOS.

Los promedios de los resultados obtenidos por los participantes en los ensayos para cada uno de los parámetros calculados se presentan en las siguientes gráficas:

Contenido en ligante soluble según UNE EN 12697-1:2022

La aplicación de los tests de Cochran y Grubbs no detecta la presencia de resultados anómalos, por lo que se procede a calcular las varianzas y los datos de precisión en el apartado 5 con los resultados proporcionados por todos los laboratorios.

Gráfico 1. Representación gráfica de los valores medios obtenidos ordenados de menor a mayor.

Imagen 1. Equipo de análisis de contenido de ligante con disolventes según la norma UNE EN 12697-1.

Contenido en ligante por ignición según UNE EN 12697-39:2022

El test de Cochran detecta resultados anómalos para el laboratorio 2, y sus datos son eliminados para la estimación de la precisión. El test de Grubbs no detec-

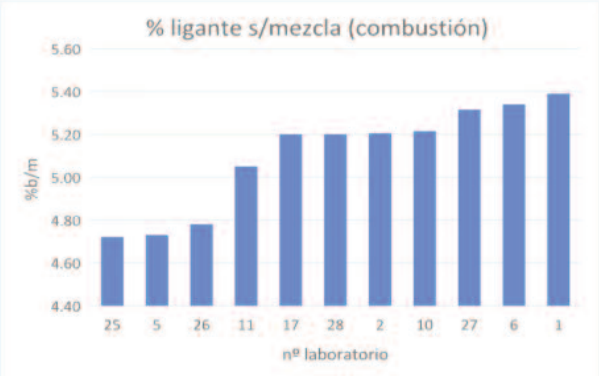


Gráfico 2. Representación gráfica de los valores medios obtenidos ordenados de menor a mayor

ta resultados anómalos.

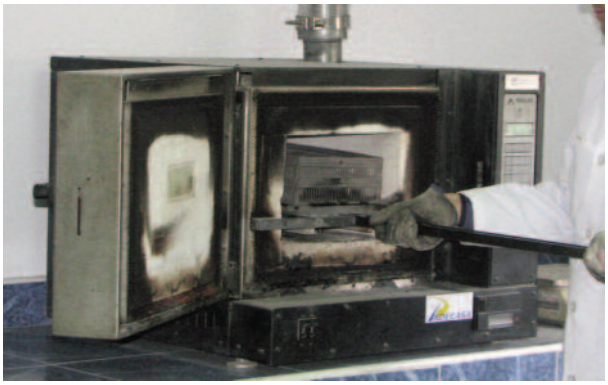


Imagen 2. Equipo de contenido de ligante por ignición UNE EN 12697-39.

Granulometría de los áridos extraídos según UNE EN 12697-2:2022

Solo se adjuntan los gráficos del tamiz 2 mm y 0,063 mm, estando el resto de tamices en el informe de original del trabajo (consultar web).

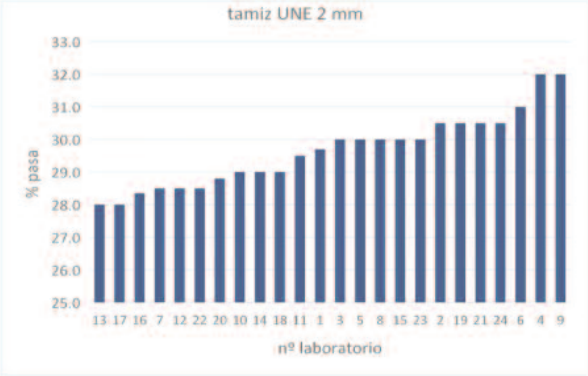


Gráfico 3. Representación gráfica de los valores medios obtenidos en el tamiz #2 ordenados de menor a mayor.

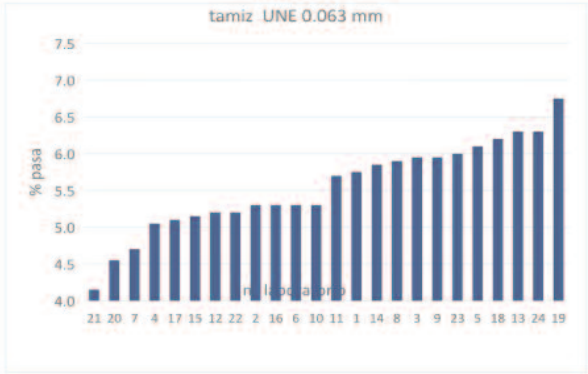


Gráfico 4. Representación gráfica de los valores medios obtenidos en el tamiz #0.063 ordenados de menor a mayor.

El test de Cochran detecta resultados anómalos para el laboratorio 13 en los tamices 8, 4 y 2 mm y para el laboratorio 10 en el tamiz 16. La prueba de Grubbs no detecta resultados anómalos.

Imagen 3. Granulometría de los áridos por tamizado.

Si encajamos los valores obtenidos por los laboratorios en el huso de una AC16S obtenemos:

VALORES MEDIOS Y PRECISIÓN.

Valores medios y de precisión para el ejercicio interlaboratorio:

Si analizamos los resultados obtenidos para la determinación del contenido de ligante soluble según UNE EN 12697-1:2022 en términos de repetibilidad (r) y re-

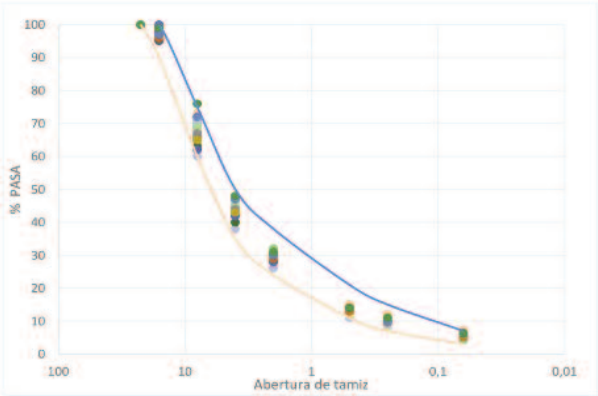


Gráfico 5. Valores granulométricos individuales encajados en el huso de AC16S.

se acorde al valor indicado en el apartado 10.2 de la norma UNE EN 12697-39:2022 de r=0.31.

Del análisis estadístico de las granulometrías obtenidas según UNE EN 12697-2:2022 obtenemos resultados del orden de los indicados en la norma para los tamices de menor abertura (0.5 a 0.063) y más elevados en el resto de los casos, siendo especialmente significativos los obtenidos para los tamices #4 y #8.

	% betún s/m		*Granulometría, % pasa*						
	12697-1	*12697-39*	*16*	*8*	*4*	*2*	*0,5*	*0,25*	*0,063*
Valor medio	4,82	5,09	97,47	67,73	43,97	29,73	13,48	9,98	5,51
s_r	0,11	0,06	0,66	1,96	1,22	0,72	0,61	0,59	0,18
s_R	0,16	0,26	1,05	2,80	1,63	1,21	0,73	0,69	0,63
n	24	11							
r	0,32	0,18	1,86	5,55	3,45	2,05	1,72	1,66	0,52
R	0,45	0,75	2,98	7,93	4,60	3,43	2,07	1,96	1,77
$\%CV_r$	2,34	1,27	0,67	2,90	2,77	2,44	4,50	5,86	3,35
$\%CV_R$	3,27	5,18	1,08	4,14	3,70	4,08	5,44	6,95	11,38

Gráfico 6. Valores granulométricos individuales encajados en el huso de AC16S.

producibilidad (R) del ejercicio, se han obtenido valores del orden de los establecidos en la norma de ensayo.

En lo referente a la metodología por ignición UNE EN 12697-39:2022, para el ejercicio realizado, tiene significación estadística la comparación con los datos de repetibilidad (r) que aparecen en la norma en su apartado 10 y no así para la reproducibilidad. Esto es debido a que no se ha incluido en el presente ejercicio la determinación del valor de calibración para este ensayo, por lo que el dato facilitado por los laboratorios no está corregido, tal y como se indica en la norma, para ponderar las variaciones en las condiciones de ignición de cada uno de los hornos utilizados. No obstante, el valor obtenido para la repetibilidad ha sido de r=0.18, estimándo-

CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos para los parámetros de precisión evaluados en el presente ejercicio están, en su mayoría, en consonancia con los indicados en los apartados de precisión de cada una de las normas utilizadas. Cabe resaltar no obstante las diferencias encontradas en las granulometrías según UNE EN 12697-2:2022 para los tamices #4 y #8 que parecen especialmente sensibles en su comportamiento intra e interlaboratorio.

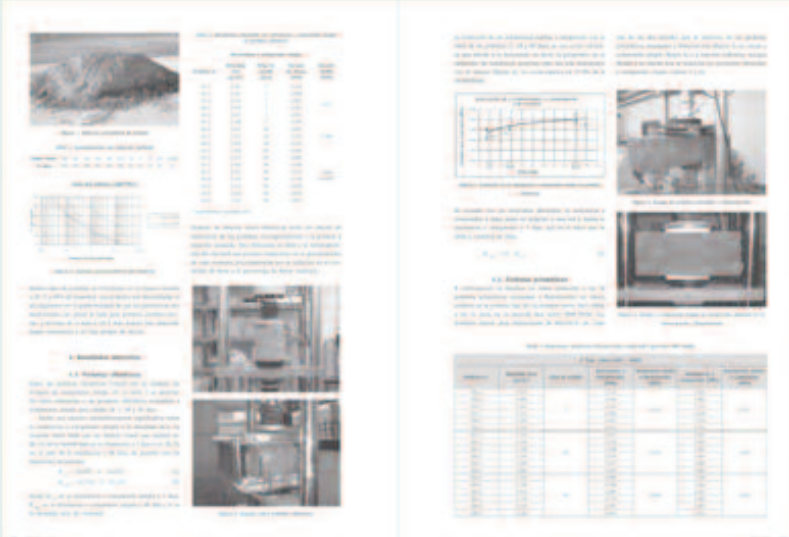
HA NACIDO NOVAFIR

Nueva publicación sobre firmes y pavimentos

Novafir es una nueva serie de volúmenes recopilatorios de artículos científicos, estados del arte, artículos de divulgación y casos prácticos aplicados tanto a explanadas como a pavimentos bituminosos y de hormigón.

YA A LA VENTA EL PRIMER NÚMERO - www.cinter.es

Una edición de David Hernando, con Manuel G. Romana y Miguel Ángel del Val como editores adjuntos.



NOVAFIR

Nace como una nueva serie de volúmenes recopilatorios de artículos sobre firmes y pavimentos que recogen aspectos novedosos sobre los materiales, los deterioros, el dimensionamiento, la fabricación, la conservación y la tecnología de pavimentación, y de artículos que, a pesar de no desarrollar aspectos novedosos, llevan a cabo un análisis de la información existente que sirve como base para avanzar en el conocimiento.

EL NÚMERO UNO

Este primer volumen incluye 19 artículos clasificados en 9 capítulos: explanadas, mezclas bituminosas en caliente, mezclas bituminosas con polvo de caucho procedente de neumáticos fuera de uso, mezclas bituminosas fabricadas a baja temperatura, pavimentos de hormigón, firmes especiales, puesta en obra, auscultación y reciclado de firmes.

CINTER

Editado por CINTER
con la colaboración de ASEFMA

asefma