

Ejercicio de intercomparación de ensayos de control de mezclas bituminosas

Los ejercicios interlaboratorios constituyen una herramienta fundamental tanto para obtener información de los parámetros de funcionamiento de un método de ensayo como para evaluar el desempeño de los laboratorios para llevar a cabo ensayos o mediciones. Su interés es aún mayor cuando no se dispone de materiales de referencia certificados, como es el caso de las mezclas bituminosas en caliente. En este trabajo se presentan los resultados obtenidos en un ejercicio en el que han participado 23 laboratorios, que han realizado los ensayos de caracterización habituales en una mezcla bituminosa tipo AC 16 bin 50/70 S. Tras el estudio estadístico de los datos proporcionados por cada participante, se ha estimado la precisión de los diferentes métodos de ensayo, y se ha comparado con los datos que aparecen en sus respectivas normas de ensayo, cuando en ellas se indican. También se ha tratado de evaluar las causas de la alta variabilidad observada en algunos ensayos y las repercusiones que estos valores puedan tener a la hora de acreditar requisitos normativos o establecer un control de producción en fábrica adecuado.

Palabras clave: Mezclas bituminosas en caliente, interlaboratorio, precisión, ensayos

Interlaboratories or round robin tests (RRT) are an essential tool both for information of the operating parameters of a test method to evaluate the performance of laboratories to carry out tests or measurements. His interest is even greater when there are no certified reference materials, as in the case of hot bituminous mixtures. In this paper we present the results of an exercise which involved 23 laboratories, which have been the common characterization tests on hot asphalt mixture AC 16 bin 50/70 S. After statistical analysis of the data provided by each participant, we estimated the accuracy of the different test methods, and compared with the data presented in their respective normalized test when they are indicated. It has also attempted to assess the causes of the high variability observed in some tests and the impact these values can have proof when regulatory requirements or establish a factory production control right.

Keywords: Hot bituminous mixtures, round rolling test, accuracy, tests

Marisol Barral Vázquez, mbarral@campezo.com

Grupo Campezo Obras y Servicios, S. L.

Carmen Calvo Revuelta, calrevca@jcy.l.es

Junta de Castilla y León

Santiago Tamayo Guridi, stamayo@alava.net

Diputación Foral de Álava

1. Introducción

Los ejercicios de intercomparación o ensayos interlaboratorios (Round Robin Tests) consisten en el estudio estadístico

de los resultados de las medidas realizadas sobre una o varias características de un material dado, determinadas, independientemente, por un cierto número de laboratorios.

Es una herramienta muy utilizada, hoy en día por los laboratorios, con el objetivo principal de obtener información acerca de su capacidad técnica, al permitir comparar sus resultados, en un determinado ensayo, con el de otros laboratorios del mismo ámbito sectorial, no dejando de ser complementarios con otras técnicas de aseguramiento de la calidad.

Además, cuando se realiza con una determinada frecuencia, permite identificar las posibles causas de error en los métodos de ensayo y por lo tanto, perfeccionar los procedimientos de ensayo a fin de disminuir dichos errores, así como también, evaluar los desvíos y demostrar a los participantes

Ejercicio de intercomparación de ensayos de control de mezclas bituminosas

su competencia técnica ante terceras partes o ante las organizaciones de acreditación. Esto es especialmente necesario, por no decir imprescindible, cuando no se dispone de materiales de referencia trazables, como es el caso de las mezclas bituminosas.

Adicionalmente a los objetivos particulares que conciernen a cada laboratorio, un ensayo interlaboratorio permite la evaluación de la precisión del método de ensayo en términos cuantitativos, lo que posibilita una adecuada expresión del resultado en términos de incertidumbre asociada.

Se trata del primer ejercicio intercomparativo organizado por el Laboratorio General de la Diputación Foral de Alava, que ha contado con la colaboración de la empresa constructora Proyectos y Obras PABISA S.A. (Bizkaia) para la fabricación de la muestra, y con la ayuda del Centro Regional de control de Calidad de la Junta de Castilla y León y la empresa Grupo Campezo Obras y Servicios S.L. para el análisis estadístico de los resultados.

En esta comunicación se presentan los resultados obtenidos en el interlaboratorio realizado en la zona norte de España por un total de 23 laboratorios sobre una mezcla bituminosa AC16 BIN 50/70 S caliza.

Así mismo, se presentan los resultados del estudio estadístico realizado para determinar, en un primer lugar, si existen valores anómalos y posteriormente, mediante técnicas de análisis de varianza, los valores de reproducibilidad y repetibilidad de cada ensayo. Estos se comparan con los valores de precisión que aparecen publicados en sus correspondientes Normas de ensayo, o con aquellos de otros interlaboratorios publicados.

2. Metodología

2.1 Laboratorios participantes y programa de ensayos

En el ejercicio han participado un total de 23 laboratorios. Se trata de laboratorios registrados (anteriormente conocidos como laboratorios acreditados por las CCAA), laboratorios de instituciones públicas y laboratorios de empresas fabricantes de mezclas bituminosas. La lista de participantes es:

- ARIAN Construcción y gestión de Infraestructuras (Navarra)
- Diputación Foral de Alava (Alava)

- Eptisa-Cinsa (Bizkaia)
- Euroestudios (Alava)
- Eptisa-Cerdanyola (Barcelona)
- Gikesa (Gipuzkoa)
- Gobierno de Aragón (Aragón)
- Gobierno de Cantabria (Cantabria)
- Gobierno de Navarra (Navarra)
- Grupo Campezo Obras y Servicios (Gipuzkoa)
- Guipasa (Gipuzkoa)
- Ismael Andrés (La Rioja)
- Junta de Castilla y León (Valladolid)
- Labiker (Álava)
- Ministerio de Fomento (Cantabria)
- Ministerio de Fomento (La Rioja)
- Ofitas San Felices (La Rioja)
- Proyectos y Obras PABISA (Bizkaia)
- Saio-Tegi (Gipuzkoa)
- Soningeo (Cantabria)
- Tecnalia (Bizkaia)
- Triax (Cantabria)
- Viaria (Navarra)

Los ensayos realizados en este interlaboratorio son los recogidos en la Tabla 1, incluyendo el de resistencia a la deformación plástica de mezclas bituminosas (Marshall) con las probetas compactadas a 75 golpes por cara. Destacar que para realizar el interlaboratorio fue suministrado a cada participante un protocolo de ensayos para minimizar posibles diferencias en la realización de los mismos, así como una hoja de cálculo para la descarga de los resultados. Todos los ensayos, como mínimo, fueron realizados por duplicado, a excepción de la medida de la densidad aparente de probetas, que se realizó por triplicado. El ensayo de sensibilidad al agua se llevó a cabo sobre 2 series de 3 probetas y el ensayo de rodadura sobre 2 probetas.

2.2 Toma de muestra

Para llevar a cabo este estudio se contó con la colaboración de la empresa Proyectos y Obras PABISA S.A. en cuya planta de aglomerados asfálticos, ubicada en el P.I. de Gallarta (Bizkaia), se fabricó la mezcla. En la toma de muestra participaron los Laboratorios de la Diputación Foral de Alava, Ministerio Fomento en Cantabria, en La Rioja, Gobierno de Navarra,

Tabla 1. Relación de ensayos

| Ensayo | Norma |
|-----------------------------------|------------------------------|
| Contenido de ligante soluble | UNE-EN 12697-1: 2006 |
| Contenido de ligante por ignición | UNE-EN 12697-39:2006 |
| Granulometría de las partículas | UNE-EN 12697-2:2003+A1:2007 |
| Densidad máxima | UNE-EN 12697-5:2010/AC2012 |
| Densidad aparente de probetas | UNE-EN 12697-6:2012 |
| Contenido de huecos | UNE-EN 12697-8:2003 |
| Ensayo marshall | NLT-159:00 |
| Sensibilidad al agua | UNE-EN 12697-12:2009 |
| Ensayo de rodadura | UNE-EN 12697-22:2008+A1:2008 |

Grupo Campezo y PABISA. La mezcla fabricada y ensayada fue un AC16 BIN 50/70 S calizo.

La mezcla se fabricó el 15 de noviembre de 2012, realizándose, previa limpieza de mezcladora, una amasada de, aproximadamente, 2 toneladas. La muestra se recoge mediante pala cargadora, extendiéndose en una solera limpia de hormigón existente en la planta. Para la toma de muestra se emplearon dos sistemas:

- Directamente sobre cajón tomamuestras diseñado al efecto (4 laboratorios)
- Por cuarteo y distribución de muestra a los restantes laboratorios.

Así mismo, se fabricó una mezcla en blanco a partir de la cual se tomó muestra para determinar el valor de calibración de los áridos a utilizar en la determinación del contenido en ligante por ignición.

3. Resultados enviados por los participantes

Inmediato a la recepción de resultados, se procede a una revisión exhaustiva de los mismos, procesándose las desviacio-

nes encontradas y solucionando, tras contactar con el remitente, las posibles, eliminándose aquellas, que por su origen, no son solventables. En las siguientes Tablas se presentan los valores medios de todos los resultados facilitados por los 23 laboratorios participantes, codificados como L y seguido del número asignado a cada laboratorio (LXX), conocido por el propio participante y el organizador de este ejercicio, con el fin de mantener la confidencialidad de cada participante.

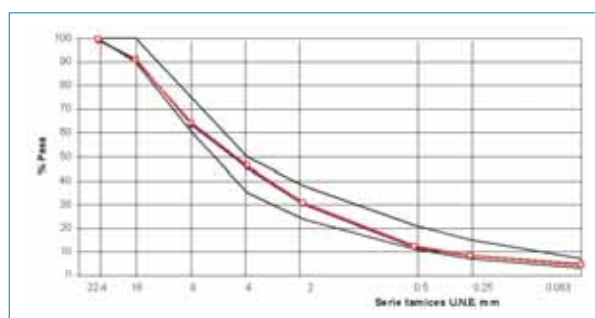


Gráfico 1: Representación gráfica de las curvas granulométricas medias obtenidas.

4. Análisis estadístico de los resultados.

Determinación de la precisión de los ensayos. Repetibilidad y Reproducibilidad

El análisis estadístico de resultados se realizó según las Normas UNE 82009-2 y UNE 82009-6 (equivalentes a ISO 5725-2 e ISO 5725-6 respectivamente), referentes al método básico para la determinación de la repetibilidad y reproducibilidad de un método de medición Normalizado. Este análisis de los resultados se inicia con un estudio estadístico de los datos aportados por todos los participantes, para determinar si existen valores aberrantes y, en su caso, eliminarlos.

Se aplican los siguientes métodos:

- Técnica gráfica de consistencia. Se utilizan los estadísticos h y k de Mandel, para cada laboratorio. El estadístico h es una medida de consistencia inter-laboratorios (reproducibilidad), mientras que k mide la consistencia intra-laboratorios (repetibilidad). Los valores calculados se comparan con los críticos para un nivel de significación del 1 y del 5%, y se interpretan del mismo modo que los estadísticos de Cochran y Grubbs descritos a continuación.

Ejercicio de intercomparación de ensayos de control de mezclas bituminosas

Tabla 2: Curva granulométrica media de cada laboratorio (UNE-EN 12697-2)

| DISOLUCIÓN (UNE-EN 12697-1) | | | | | | | | |
|-----------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| LAB | 22,4 | 16 | 8 | 4 | 2 | 0,5 | 0,25 | 0,063 |
| L1 | 100,0 | 94,0 | 64,5 | 46,5 | 30,0 | 12,0 | 8,5 | 4,9 |
| L3 | 99,0 | 89,0 | 64,5 | 46,0 | 29,5 | 11,5 | 8,0 | 4,6 |
| L4 | 100,0 | 97,6 | 65,5 | 48,4 | 35,9 | 14,0 | 9,7 | 5,0 |
| L7 | 99,3 | 90,8 | 63,0 | 45,6 | 29,6 | 11,6 | 7,9 | 4,3 |
| L8 | 100,0 | 94,1 | 71,5 | 49,2 | 35,1 | 13,4 | 9,5 | 5,7 |
| L9 | 99,0 | 91,5 | 63,5 | 46,0 | 30,5 | 12,0 | 8,5 | 5,0 |
| L11 | 99,0 | 89,5 | 58,0 | 40,5 | 26,5 | 11,0 | 8,0 | 4,6 |
| L13 | 100,0 | 91,3 | 65,3 | 48,6 | 32,0 | 13,0 | 9,0 | 5,1 |
| L16 | 100,0 | 89,3 | 62,5 | 45,4 | 30,5 | 11,8 | 8,1 | 4,3 |
| L17 | 99,0 | 90,0 | 59,5 | 42,0 | 27,5 | 11,0 | 8,0 | 4,4 |
| L19 | 98,8 | 85,7 | 60,5 | 39,0 | 25,0 | 10,5 | 7,5 | 3,9 |
| L20 | 100,0 | 90,9 | 64,5 | 46,8 | 31,2 | 12,3 | 8,5 | 4,9 |
| L21 | 97,8 | 92,7 | 61,5 | 44,8 | 28,6 | 7,8 | 7,9 | 4,3 |
| L22 | 95,3 | 90,0 | 59,5 | 41,1 | 27,3 | 10,7 | 7,2 | 3,5 |
| L23 | 100,0 | 92,5 | 65,5 | 49,0 | 33,0 | 13,0 | 9,0 | 5,4 |
| L26 | 100,0 | 93,0 | 66,0 | 48,0 | 34,0 | 13,0 | 9,0 | 4,9 |
| L27 | 100,0 | 92,5 | 65,0 | 47,5 | 30,0 | 12,0 | 9,0 | 5,0 |
| Media | 99,2 | 91,4 | 63,5 | 45,5 | 30,4 | 11,8 | 8,4 | 4,7 |
| V. máx | 100,0 | 97,6 | 71,5 | 49,2 | 35,9 | 14,0 | 9,7 | 5,7 |
| V. min | 95,3 | 85,7 | 58,0 | 39,0 | 25,0 | 7,8 | 7,2 | 3,5 |
| Desviación estándar | 1,205 | 2,618 | 3,199 | 3,124 | 2,978 | 1,413 | 0,696 | 0,534 |

| IGNICIÓN (UNE-EN 12697-39) | | | | | | | | |
|----------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| LAB | 22,4 | 16 | 8 | 4 | 2 | 0,5 | 0,25 | 0,063 |
| L3 | 100,0 | 94,5 | 68,5 | 49,0 | 31,0 | 12,0 | 8,0 | 4,4 |
| L4 | 99,6 | 89,5 | 63,5 | 45,1 | 32,9 | 12,9 | 8,5 | 4,4 |
| L5 | 98,0 | 85,4 | 55,4 | 37,7 | 25,9 | 11,9 | 8,9 | 6,6 |
| L6 | 99,5 | 93,5 | 71,5 | 56,0 | 34,5 | 13,0 | 8,0 | 3,8 |
| L8 | 100,0 | 94,3 | 70,4 | 47,9 | 33,4 | 13,3 | 9,1 | 5,3 |
| L11 | 99,0 | 89,0 | 60,0 | 42,5 | 27,5 | 11,0 | 8,0 | 4,6 |
| L12 | 100,0 | 91,5 | 68,0 | 51,0 | 31,0 | 12,0 | 8,0 | 4,8 |
| L15 | 100,0 | 94,0 | 68,0 | 51,0 | 33,0 | 13,4 | 9,1 | 5,0 |
| L16 | 100,0 | 89,4 | 63,1 | 45,4 | 30,5 | 11,6 | 7,7 | 3,5 |
| L17 | 100,0 | 88,0 | 59,0 | 41,0 | 27,0 | 11,0 | 7,5 | 4,1 |
| L18 | 100,0 | 90,2 | 64,9 | 48,0 | 31,0 | 12,3 | 8,6 | 4,8 |
| L22 | 96,1 | 88,5 | 59,0 | 42,3 | 27,9 | 10,9 | 7,2 | 3,9 |
| L24 | 100,0 | 94,5 | 67,1 | 49,4 | 31,7 | 13,2 | 9,3 | 5,3 |
| L26 | 100,0 | 91,0 | 61,0 | 43,0 | 32,0 | 12,0 | 8,0 | 4,0 |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| Media | 99,4 | 90,9 | 64,2 | 46,4 | 30,7 | 12,2 | 8,3 | 4,6 |
| V. máx | 100,0 | 94,5 | 71,5 | 56,0 | 34,5 | 13,4 | 9,3 | 6,6 |
| V. min | 96,1 | 85,4 | 55,4 | 37,7 | 25,9 | 10,9 | 7,2 | 3,5 |
| Desviación estándar | 1,118 | 2,883 | 4,876 | 4,858 | 2,626 | 0,873 | 0,650 | 0,798 |

Tabla 3: Tabla resumen de los valores medios aportados por todos los participantes para cada ensayo realizado.

| Característica | Valores medios aportados por cada partid pante | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|----------------------|--|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-----|-------|-------|-------|-------|
| | L1 | L3 | L4 | L5 | L6 | L7 | L8 | L9 | L11 | L12 | L13 | L15 | L16 | L17 | L18 | L19 | L20 | L21 | L22 | L23 | L24 | L26 | L27 | X | σ |
| CLIGN, % | | 4,9 | 4,6 | 3,5 | 5,2 | | 5,3 | | 4,1 | 4,6 | | 4,6 | 4,4 | 4,2 | 4,8 | | | | 4,5 | | | 4,6 | | 4,6 | 0,453 |
| CL SOL, % | 4,5 | 4,8 | 4,7 | | | 4,5 | 5,3 | 4,6 | 3,9 | | 4,9 | | 4,4 | 4,1 | | 4,5 | 4,4 | 4,4 | 4,3 | 5,0 | | 4,5 | 4,6 | 4,5 | 0,324 |
| ρ SSS, Mg/m³ (75x) | 2,417 | 2,439 | 2,411 | 2,342 | 2,409 | 2,429 | 2,417 | 2,389 | 2,439 | 2,405 | 2,387 | | 2,398 | 2,420 | 2,426 | 2,397 | 2,438 | 2,370 | 2,388 | 2,406 | | 2,418 | 2,405 | 2,407 | 23,70 |
| ρ SSS, Mg/m³ (50x) | | 2,389 | | 2,295 | 2,367 | 2,391 | | | 2,411 | 2,341 | 2,321 | | 2,352 | 2,394 | 2,382 | 2,400 | 2,329 | 2,366 | 2,366 | 2,361 | | 2,381 | 2,362 | 2,365 | 31,99 |
| ρ geom, Mg/m³ (75x) | 2,383 | 2,408 | 2,391 | 2,325 | 2,351 | 2,381 | 2,400 | 2,325 | 2,377 | 2,324 | 2,333 | | 2,366 | 2,369 | 2,387 | 2,406 | 2,296 | 2,329 | 2,380 | 2,380 | | 2,381 | 2,350 | 2,363 | 31,99 |
| ρ geom, Mg/m³ (50x) | | 2,360 | | 2,198 | 2,315 | 2,345 | | | 2,340 | 2,276 | 2,308 | | 2,298 | 2,312 | 2,328 | 2,359 | 2,225 | 2,299 | 2,340 | 2,340 | | 2,313 | 2,301 | 2,307 | 44,31 |
| ρ max, Mg/m³ (VOL) | 2,544 | 2,496 | 2,477 | 2,463 | 2,461 | 2,524 | 2,486 | | 2,518 | 2,510 | 2,462 | | 2,497 | 2,519 | 2,485 | 2,517 | 2,515 | 2,534 | 2,554 | 2,501 | | 2,524 | 2,513 | 2,505 | 26,59 |
| Vm, % (75x) | 5,0 | 2,3 | 2,7 | 4,9 | 2,1 | 3,9 | 2,9 | 5,9* | 3,1 | 4,2 | 3,1 | | 4,0 | 3,9 | 2,3 | 4,8 | 3,0 | 6,5 | 6,5 | 3,8 | | 4,2 | 4,3 | 3,9 | 1,240 |
| VMA, % (75x) | 15,6 | 13,5 | 13,7 | 12,8 | 14,3 | 14,5 | 15,4 | 16,6* | 12,4 | 14,8 | 14,4 | | 14,1 | 13,6 | 13,7 | 15,3 | 13,4 | 16,5 | 16,5 | 15,4 | | 14,9 | 15,0 | 14,5 | 1,114 |
| VFB, % (75x) | 67,9 | 83,1 | 80,6 | 62,0 | 85,3 | 73,4 | 81,0 | 64,2* | 74,7 | 72,0 | 78,3 | | 71,8 | 71,0 | 82,9 | 68,9 | 77,3 | 60,8 | 60,6 | 75,3 | | 71,7 | 71,5 | 73,5 | 7,257 |
| Vm, % (50x) | | 4,3 | | 6,8 | 3,8 | 5,4 | | | 4,3 | 6,7 | 5,8 | | 5,8 | 5,0 | 4,1 | 4,6 | 8,1 | 7,4 | 7,4 | 5,6 | | 5,7 | 6,0 | 5,6 | 1,196 |
| VMA, % (50x) | | 15,3 | | 14,6 | 15,7 | 15,9 | | | 13,4 | 17,1 | 16,8 | | 15,7 | 14,5 | 15,2 | 14,7 | 17,9 | 17,3 | 17,0 | 17,0 | | 16,2 | 16,6 | 15,9 | 1,183 |
| VFB, % (50x) | | 72,0 | | 53,4 | 76,0 | 66,1 | | | 68,3 | 60,7 | 65,4 | | 63,1 | 65,8 | 72,9 | 69,0 | 54,9 | 57,4 | 66,9 | 66,9 | | 65,0 | 63,7 | 65,0 | 6,035 |
| Emáx, kN | 14,0 | 14,5 | 13,9 | 9,3 | 12,8 | 15,8 | 17,5 | 11,3 | 12,3 | 12,6 | 14,1 | | 16,5 | 12,5 | 15,9 | 12,6 | | 11,6 | 13,9 | 13,6 | | 14,6 | 12,8 | 13,6 | 1,918 |
| Ep, kN | 13,3 | 13,8 | | 8,8 | 12,2 | 15,0 | 16,6 | 10,7 | 11,7 | 12,1 | 13,3 | | 15,7 | 11,9 | 15,1 | 12,0 | | 11,0 | 13,2 | 12,9 | | 13,9 | 12,2 | 12,9 | 1,871 |
| D máx, mm | 3,4 | 2,4 | 2,8 | 3,7 | 2,4 | 3,0 | 2,7 | 2,7 | 2,5 | 2,1 | 3,0 | | 1,9 | 3,2 | 1,9 | 2,6 | | 4,3 | 2,0 | 2,9 | | 2,7 | 2,6 | 2,7 | 0,601 |
| Dp, mm | 2,3 | 1,7 | | 2,2 | 1,7 | 1,8 | | 1,8 | 2,0 | 1,4 | 1,4 | | 1,3 | 2,2 | 1,3 | 1,6 | | 3,4 | | | | | | 1,9 | 0,554 |
| ITS (seco), kPa | 2,436 | | | 880 | 2,253 | 2,602 | | | 2,339 | 1,997 | 2,056 | | 2,237 | 2,109 | 2,573 | 1,429 | 2,632 | 1,550 | 2,420 | 1,446 | | 1,567 | 2,097 | 2,037 | 0,498 |
| ITS (húmedo), kPa | | 2,182 | | 842 | 2,167 | 2,386 | | | 1,999 | 1,854 | 1,822 | | 2,153 | 1,724 | 2,415 | 1,263 | 2,434 | 1,385 | 2,143 | 1,440 | | 1,461 | 1,803 | 1,851 | 0,482 |
| ITSR, % | | 90 | | 96 | 96 | 92 | | | 86 | 93 | 89 | | 97 | 82 | 94 | 89 | 93 | 89 | 89 | 100 | | 93 | 86 | 91 | 4,578 |
| ρ SSS, Mg/m³ (pista) | | 2,347 | | | 2,365 | 2,392 | | | 2,401 | | | | | 2,406 | 2,408 | | | | | | | | | 2387 | 24,92 |
| % Compac. | | 96,3 | | | 96,2 | 98,7 | | | 98,5 | | | | | 99,5 | 99,3 | | | | | | | | | 98,4 | 1,146 |
| WTS, mm/10º ciclos | | 0,186 | | | 0,142 | 0,072 | | | 0,071 | | | | | 0,043 | 0,093 | | | | | 0,065 | | | | 0,096 | 0,050 |
| RD, mm | | 3,86 | | | 4,36 | 2,58 | | | 2,85 | | | | | 2,55 | 2,77 | | | | | 2,50 | | | | 3,1 | 0,738 |

* resultados aportados por el método matemático. No han sido tenidos en cuenta en el posterior estudio estadístico.

Ejercicio de intercomparación de ensayos de control de mezclas bituminosas

b. Ensayos de detección de resultados numéricos aberrantes:

- Ensayo de Cochran. Permite detectar laboratorios que presentan resultados con excesiva variabilidad con respecto del conjunto.
- Ensayo de Grubbs (simple y doble). Permite detectar laboratorios que presentan resultados que difieren excesivamente de la media.

El criterio para tratar los resultados de los tests es el siguiente:

- Si el estadístico del ensayo es menor o igual al valor crítico para un nivel de significación del 5 % (o mayor o igual en el caso de Grubbs doble), el valor verificado es aceptado como correcto.
- Si el estadístico del ensayo es mayor o igual al valor crítico para un nivel de significación del 5 % (o menor o igual en el caso de Grubbs doble), y menor o igual al valor crítico para un nivel de significación del 1 % (o mayor o igual en el caso de Grubbs doble), el valor verificado es considerado anómalo, pero no se elimina para la estimación de la media general y las varianzas.
- Si el estadístico del ensayo es mayor o igual al valor crítico para un nivel de significación del 1% (o menor o igual en el caso de Grubbs doble), el valor verificado es considerado estadísticamente incompatible, o aberrante, y se elimina para la estimación de la media general y las varianzas.
- Los valores críticos de cada estadístico se encuentran tabulados en la norma UNE 82009-2:1999.

Para descartar un valor, será necesario que tanto las técnicas gráficas de consistencia como los ensayos de detección de resultados numéricos aberrantes así lo indiquen. En la Tabla 4 se presenta un resumen de los resultados anómalos e incompatibles detectados según los test indicados para cada ensayo.

Con los valores considerados aceptables se calcula el valor medio, la varianza de repetibilidad intra-laboratorio, la varianza de reproducibilidad inter-laboratorios y la reproducibilidad total asociada al método. Los cálculos utilizados son los descritos en la UNE-EN 82009-2. Los valores de repetibilidad

(r) y reproducibilidad (R) (Tabla 5) se han calculado a partir de las desviaciones estándar correspondientes mediante las ecuaciones siguientes:

$$r = 2 \cdot \sqrt{2} \cdot s_r$$
$$R = 2 \cdot \sqrt{2} \cdot s_R$$

Donde s_r es la desviación estándar obtenida en condiciones de repetibilidad y s_R es la desviación estándar obtenida en condiciones de reproducibilidad. Estos valores se comparan con los referidos en la Norma correspondiente.

En la tabla 5, se observa que los valores de SR referenciados en las correspondientes normas son ligeramente superiores a los valores de s_r , no superando la relación SR/s_r el valor de 2. Estos resultados contrastan con los obtenidos en este trabajo, ya que, si bien los valores de s_r son comparables, los valores de SR son considerablemente superiores, de forma que la relación SR/s_r tiene valores en general entre 3 y 5. No se han encontrado referencias sobre valores adecuados para esta relación, aunque se consideran valores probables, en función del tipo de ensayo, valores de hasta 5 (UNE 82009-1). Valores superiores a 5 podrían indicar diferencias significativas en la realización de los ensayos entre los diferentes laboratorios, lo que debería conducir a una revisión del método para aclarar y evitar ambigüedades en la interpretación del procedimiento de ensayo.

5. Discusión de resultados

A continuación se extrae un resumen de los resultados de precisión de los ensayos así como de sus posibles causas:

a. Contenido de betún.

Los valores medios obtenidos por los dos métodos de contenido de ligante son comparables, aunque la precisión estimada es mejor para la determinación por extracción con disolvente. Los valores de precisión para el contenido de ligante en ambos métodos muestran que se mejoran los valores de repetibilidad pero aumentan los de reproducibilidad en comparación con los datos de referencia de la Norma de ensayo correspondiente.

Se debe destacar que los valores más altos de contenido de ligante con disolvente corresponden a los Laboratorios que

Tabla 4: Resumen de los resultados obtenidos al aplicar los test estadísticos para determinar si existen valores anómalos o incompatibles para cada ensayo.

| Característica | h y k de Mandel | | | | Cochran | | | Grubbs (simple y doble) inter-laboratorio | | |
|--------------------------------------|-----------------|----------|--------------|---------|---------|--------------|----------------------------------|---|--------------|----------------------------------|
| | anómalo | | Incompatible | | anómalo | Incompatible | σ max (Intra-laboratorio) | anómalo | Incompatible | σ max (Inter-laboratorio) |
| | h | k | h | k | | | | | | |
| CL IGN, % | - | - | L5 | L22 | - | - | L22 | - | - | L5 |
| CL SOL, % | L11 | L4, L22 | L8 | - | - | - | L22, L4 | - | - | L8 |
| ρ SSS, Mg/m ³ (75x) | - | L12 | L5 | L13 | - | - | L13 | L5 | - | L5 |
| ρ SSS, Mg/m ³ (50x) | L5 | L3, L21 | - | L12 | - | - | L12 | - | - | L5 |
| ρ geom, Mg/m ³ (75x) | L21 | - | - | L22 | L12 | L22 | L12 | - | - | L21 |
| ρ geom, Mg/m ³ (50x) | L21 | L17 | L5 | L5, L12 | L5 | - | L5 | - | L5, L21 | L5 |
| ρ max, Mg/m ³ | - | L26 | - | L3 | - | - | L3 | - | - | L22 |
| Vm, % (75x) | L21, L22 | L12 | - | L13 | - | - | L13 | - | - | L22 |
| VMA, % (75x) | - | L12 | - | L13 | - | - | L13 | - | - | L22 |
| VFB, % (75x) | - | L12 | - | L13 | - | - | L13 | - | - | L22 |
| Vm, % (50x) | L21 | L21, L3 | - | L12 | - | - | L12 | - | - | L21 |
| VMA, % (50x) | L11 | L3, L21 | - | L12 | - | - | L12 | - | - | L11 |
| VFB, % (50x) | L5 | L12 | - | L3 | - | - | L3 | - | - | L5 |
| E máx, kN | L5, L8 | L17, L26 | - | - | - | - | L17 | - | - | L5 |
| E p, kN | L5, L8 | L17, L26 | - | - | - | - | L17 | - | - | L5 |
| D máx, mm | - | - | L21 | L6 | - | L6 | L8 | - | - | L21 |
| D p, mm | - | L6, L21 | L21 | - | - | - | L6 | - | L21 | L21 |
| ITS (seco), MPa | L5 | L16, L20 | - | - | - | - | L20 | - | - | L5 |
| ITS (húmedo), Mpa | L5 | - | - | L6 | - | - | L6 | - | - | L5 |
| ITSR, % | L17 | - | - | - | - | - | - | - | - | L17 |
| WTS, mm/10 ³ ciclos | L3 | L7 | - | - | - | - | L7 | - | - | L3 |
| RD, mm | L6 | L18 | - | - | - | - | L18 | - | L3, L6 | L6 |

Ejercicio de intercomparación de ensayos de control de mezclas bituminosas

Tabla 5: Valores de la desviación estándar de repetibilidad y reproducibilidad para cada ensayo obtenidos en este ejercicio y comparados con los que se dan en las Normas de ensayo correspondientes (p: número de laboratorios; m: valor medio)

| Ensayo | p | M | Ejercicio 2012 | | | Datos referencia s/norma | |
|---------------------------------|----|-------|--------------------|-----------------------|-------|--------------------------|-----------------------|
| | | | Sr (repetibilidad) | SR (reproducibilidad) | SR/Sr | Sr (repetibilidad) | SR (reproducibilidad) |
| L SOLUBLE (%) | 17 | 4,5 | 0,07 | 0,33 | 4,82 | 0,11(EXP.1) | 0,18(EXP.1) |
| CL IGNICIÓN (%) | 14 | 4,6 | 0,11 | 0,46 | 4,10 | 0,13 | 0,25 |
| D sss 75 (Mg/m ³) | 21 | 2,407 | 0,007 | 0,024 | 3,42 | -- | 0,008-0,028 |
| D sss 50 (Mg/m ³) | 16 | 2,364 | 0,009 | 0,032 | 3,55 | -- | 0,008-0,028 |
| D geom. 75 (Mg/m ³) | 19 | 2,365 | 0,011 | 0,033 | 3,00 | --- | 0,008-0,028 |
| D geom. 50 (Mg/m ³) | 14 | 2,321 | 0,013 | 0,027 | 2,00 | --- | 0,008-0,028 |
| D. max (Mg/m ³) | 20 | 2,505 | 0,009 | 0,027 | 3,00 | 0,004 | 0,007 |
| Vm75 (%) | 20 | 3,9 | 0,3 | 1,3 | 4,64 | 0,4 | 0,8 |
| VMA 75 (%) | 20 | 14,4 | 0,2 | 1,1 | 4,62 | -- | -- |
| VFB 75 (%) | 20 | 73,5 | 1,5 | 7,4 | 4,91 | -- | -- |
| Vm 50 (%) | 16 | 5,6 | 0,4 | 1,3 | 3,22 | 0,4 | 0,8 |
| VMA 50 (%) | 16 | 15,9 | 0,4 | 1,3 | 3,52 | -- | -- |
| VFB 50 (%) | 16 | 65,0 | 1,7 | 6,4 | 3,76 | -- | -- |
| E max. (kN) | 20 | 13,6 | 0,6 | 2,0 | 3,35 | 0,61 | 0,78 |
| Ep (kN) | 19 | 12,9 | 0,6 | 1,9 | 3,35 | 0,61 | 0,78 |
| d max. (mm) | 19 | 2,8 | 0,1 | 0,6 | 4,22 | 0,25 | 0,29 |
| dp (mm) | 13 | 1,8 | 0,1 | 0,4 | 3,06 | 0,25 | 0,29 |
| ITS (seco) Kpa | 17 | 2.037 | 0,089 | 0,506 | 5,68 | 0,346 | -- |
| ITS (húmedo) kPa | 17 | 1.851 | 0,094 | 0,456 | 4,85 | 0,315 | -- |
| ITSR (%) | 17 | 91 | - | 2 | -- | 5 | 8 |
| WTS (mm/10 ³ ciclos) | 7 | 0,096 | 0,007 | 0,05 | 7,14 | 0,0099* | 0,0224* |
| RD (mm) | 7 | 3,07 | 0,26 | 0,76 | 2,90 | 0,34* | 0,50* |

*Datos del interlaboratorio CEDEX (2009)

usaron la muestra que se tomó directamente sobre cajón tomamuestras diseñado al efecto, no realizando un cuarteo previo de la muestra.

El método por ignición lleva asociados varios factores, algunos distintos para cada laboratorio, que pueden afectar a la reproducibilidad. Apuntamos entre éstos, el tipo de horno empleado y su temperatura de consigna, el límite definido de masa constante (el indicado en Norma o el mínimo que permite el horno) o, si el contenido de betún es el proporcionado por la balanza del horno o por balanza externa. La existencia de un protocolo más restrictivo, en aquellos factores comunes a todos los participantes, hubiera minimizado, en parte, las anomalías encontradas. Estos factores inciden doblemente, ya que afectan tanto en el cálculo del contenido en ligante como en el del factor de calibración.

b. Granulometría.

Los áridos extraídos por ambos métodos (ignición y disolución) dan lugar a curvas granulométricas medias comparables.

En el protocolo de actuación se indicaba que para garantizar la homogeneidad de los resultados, la granulometría debía realizarse mediante lavado, lo que sobre todo en el caso del árido obtenido por ignición es lo aconsejado por la Norma debido a la gran cantidad de polvo mineral (filler) adheridas a la superficie del árido tras su paso por el horno.

c. Densidad aparente.

Cómo era de esperar, la densidad es mayor cuanto mayor es la energía de compactación. Si se comparan las densidades determinadas por dimensiones o por superficie saturada seca, a igual energía de compactación, las densidades geométricas arrojan valores inferiores.

En cuanto a la precisión de las medidas de densidad, destacar que las desviaciones estándares de reproducibilidad son del orden de las que aparecen en la norma de ensayo, siendo en algunos casos ligeramente superiores.

Entre los factores a controlar parecen críticos la temperatura de compactación de la muestra, que debe de ser la indicada por la Norma para cada tipo de ligante, ya que se ha observado que algún laboratorio compactó por debajo de esas temperaturas y consiguió una de las densidades más ba-

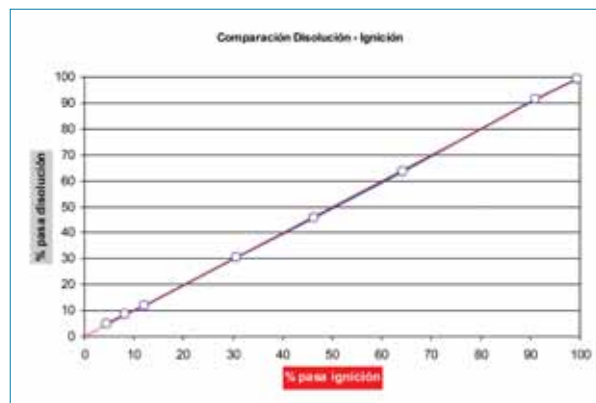


Gráfico 2: Comparación del % pasa obtenido por los dos métodos de extracción del contenido de ligante disolución-ignición

jas. También la cantidad de muestra a compactar debe ser la adecuada para que la altura de la probeta se encuentre, según la UNE-EN 12697-30, en 63 ± 2.5 mm para probetas con un diámetro de 101.6 ± 0.1 mm. Se observa que dos laboratorios que superan el límite de altura de probetas son los que presentan menor densidad aparente S.S.S (75x). Las mayores densidades se obtienen con peso seco de la probeta cercano a 1200g.

El artículo 542 del PG-3 indica, en su apartado 542.7.1, que la densidad no deberá ser inferior (para capas de espesor < 6 cm) al 97 % de la densidad de referencia. En este caso todos los laboratorios cumplen ese límite, tomando como densidad de referencia la media de las obtenidas.

- S.S.S. (75x): salvo un laboratorio todos están entre el 98,5% y el 101,3%
- Geométrica (75x): salvo un laboratorio todos están entre el 98,3% y el 101,9%
- S.S.S. (50x): salvo un laboratorio todos están entre el 98,2% y el 102,0%
- Geométrica (75x): salvo dos laboratorios todos están entre el 98,6% y el 102,3%

d. Densidad máxima volumétrica

Los valores de precisión obtenidos en este ejercicio son significativamente peores que los que aparecen en la Norma de ensayo correspondiente. Esto podría deberse a las diferencias en el tamaño del picnómetro, a la masa de la muestra utilizada y a la utilización correcta del valor de la densidad del agua.

Ejercicio de intercomparación de ensayos de control de mezclas bituminosas

La comparación de las densidades máximas medias, según el tamaño de picnómetro utilizado, no da grandes diferencias, aunque con el picnómetro grande existe menos variabilidad. La utilización de los picnómetros de mayor tamaño (2 litros) mejora la reproducibilidad del ensayo.

Picnómetro de 1 litro: Media 2.500 - Min 2.461 - Max 2.554

Picnómetro de 2 litros: Media 2.513 - Min 2.496 - Max 2.532

La Norma UNE-EN 12697-5 indica, en su capítulo 7, que la muestra a utilizar debe ser, como mínimo, 50 veces el tamaño máximo del árido. En este caso sería 800 g. de peso mínimo. Uno de los laboratorios no cumple la masa mínima, obteniendo la cuarta densidad máxima más baja, pero no es eliminado en el tratamiento estadístico.

Tomando como referencia el valor medio obtenido, todos los datos recibidos están entre el 98,1% y el 101,9%.

Es interesante apuntar la importancia de la utilización correcta del valor de la densidad del agua a la temperatura de ensayo, tanto en la obtención del dato de densidad máxima de la muestra como a la hora de calibrar el picnómetro, sobre todo por la repercusión que tiene en el posterior cálculo de huecos. Al analizar los datos enviados, varios laboratorios no aplicaban bien el cálculo de la densidad del agua a la temperatura del ensayo, pudiendo rehacer los cálculos en la fase de análisis de los datos recibidos.

e. Contenido en huecos

La repetibilidad obtenida en este ejercicio es mejor que la establecida en la Norma de ensayo. En cuanto a la reproducibilidad, se obtienen peores resultados para todos los casos.

Se debe destacar que este dato es muy sensible a las variaciones de densidad, ya que para la misma densidad máxima, una diferencia de 20 kg/m³ entre densidades aparentes (que no significa ni un 1% de variación entre densidades) implica un punto porcentual en el contenido de huecos. Este hecho refuerza la importancia del proceso de compactación de las probetas.

f. Resistencia a la deformación plástica / Marshall

Los datos de precisión nos indican que en este ejercicio se mejora la repetibilidad pero no pasa lo mismo con la repro-

ducibilidad para la estabilidad máxima. Los datos de deformación Marshall mejoran la repetibilidad pero de nuevo, son peores en cuanto a la reproducibilidad en comparación con los datos aportados por la Norma.

Además del valor de la densidad de la probeta, este dato de reproducibilidad se puede deber a la interpretación de las gráficas (muy pocos laboratorios la han enviado), al uso de un programa informático que aporte los resultados, a la calibración correcta de la prensa o la forma del cabezal-capilla de ensayo (no todas las capillas son iguales).

A la hora de obtener el valor de corrección de la estabilidad, también se puede producir una pequeña diferencia debida al empleo del volumen geométrico de la probeta o del obtenido, mediante superficie saturada seca.

El análisis de todos los valores de estabilidad recibidos muestra la gran variación existe, entre el 68% y el 128% del valor medio.

En relación a los valores de deformación de todos los laboratorios la variación es todavía mayor (entre el 68% y el 158% del valor medio en la máxima y entre el 68% y el 183% del valor medio en la de proyecto). Esto se debe a los resultados tan elevados de uno de los laboratorios. El tratamiento estadístico elimina este laboratorio de los cálculos de precisión.

El Laboratorio con la menor densidad aparente S.S.S. (75x) de todo el estudio obtiene el menor valor de estabilidad (9,3 kN), con bastante diferencia con el resto de valores que se agrupan entre 11,30 y 17,46 kN. Este laboratorio es eliminado en el estudio estadístico.

Se aprecia una relación clara entre los valores de estabilidad máxima y la densidad aparente S.S.S (75x).

g. Sensibilidad al agua

Se observan mejores resultados en cuanto a la repetibilidad de las resistencias en seco o en húmedo, aunque la reproducibilidad arroja valores elevados. Si se analizan el índice de resistencia, los valores de reproducibilidad obtenidos son mejores que los establecidos en la Norma.

Existen tres laboratorios que superan el límite máximo (15 kg/m³) de diferencia de densidad entre los grupos de probetas secas y húmedas, según lo indicado en la Norma UNE-EN 12697-12 en el apartado 6.1.1.6.

Se observa relación entre los valores de estabilidad máxima y los valores de Tracción indirecta en seco.

La Norma de Sensibilidad al agua indica que hay que dar el valor de la resistencia media a la tracción indirecta en húmedo y en seco, pero no existe ninguna limitación de ese valor en la Norma ni en el PG-3 (tanto para la sensibilidad como para un ensayo de tracción indirecta ordinario de una muestra). Los valores anómalos de tracción indirecta de algunos de los laboratorios generan mucha variación con respecto al valor medio de todos los laboratorios:

- Tracción indirecta seca: entre el 43,2 % y el 129,2%.
- Tracción indirecta húmeda: entre el 45,4 % y el 131,3 %.
- Sensibilidad al agua: entre el 89,6 % y el 109,1 %. La variación la media es mucho menor al tratarse de un valor relativo.

Los valores de la relación SR/Sr son mayores que los observados en los demás ensayos, excepto en el ensayo de rodadura, del orden de 5 o más, debidos sobre todo a los altos valores de reproducibilidad. Como se dijo anteriormente, esto implicaría un estudio detallado de las diferentes etapas del proceso con el fin de unificar las prácticas operativas.

h. Rodadura

Para comparar la precisión, al no disponer de datos en la propia Norma de ensayo, se ha comparado con otro interlaboratorio publicado por el CEDEX en el año 2009 para una mezcla AC22S. Según esta información se concluye que la repetibilidad obtenida en este ejercicio es mejor pero la reproducibilidad es ligeramente superior.

La relación entre SR/Sr presenta el valor más alto de todos los ensayos. Esto nos indica que la reproducibilidad de este método es excesivamente alta en relación con la repetibilidad. También es de reseñar que fue el ensayo en el que menos laboratorios han participado y con el que de momento se tiene una menor experiencia, por lo que es de esperar que estos valores mejoren a medida que los laboratorios adquieran más experiencia.

El artículo 542 del PG-3 indica, en su apartado 542.5.1.3, que la densidad de las probetas no deberá ser inferior al 98 % de la densidad de referencia (75x). Uno de los laboratorios realiza el ensayo sobre unas probetas que no cumplen ese límite en relación con su propia densidad de referencia.

Tomando como densidad de referencia para todos los laboratorios la densidad media S.S.S. (75x), salvo el laboratorio anteriormente citado, el resto de laboratorios cumplen esta limitación.

Según la Norma UNE-EN 12697-22 el espesor nominal de la probeta para tamaño máximo igual o superior a 16 debería ser 6 cm. Uno de los laboratorios realiza el ensayo sobre una pastilla de 5 cm de espesor. Pese a ello, los datos de este laboratorio se han mantenido.

El test de Grubbs doble detecta resultados incompatibles para dos laboratorios. Sin embargo no se descartan estos valores pues superaría el máximo admisible a eliminar.

5. Conclusiones

- Como conclusión general, destacar que los valores de precisión intralaboratorios (repetibilidad) son acordes a los especificados en la Norma para prácticamente todos los ensayos, en cambio los valores de precisión interlaboratorios son significativamente peores. Los ensayos en los que se posee menor experiencia (WTS, ITS) son los que presentan peores relaciones SR/Sr. Esto nos lleva a pensar que a medida que se trabaje con estos procedimientos, se mejorarán estos valores. Por otro lado, se debería realizar un esfuerzo para tratar de identificar la causa de los elevados valores de reproducibilidad.
- Otra consecuencia de estos altos valores de reproducibilidad es que se necesitan más valores para tener una mejor estimación del valor verdadero de la propiedad. Una forma adecuada de obtener estos valores es a partir de los ensayos del control de producción. De aquí la importancia de un buen control de producción, especialmente en los parámetros que presentan peor precisión, para los cuales un valor puntual no aportará mucha confianza sobre el valor real del parámetro determinado.
- Se deberían tener en cuenta los valores de precisión en relación con las especificaciones, debido a que parecen inevitables los solapes entre categorías, con penalizaciones no siempre justificadas, a causa del margen de precisión de estos ensayos obtenidos en este estudio interlaboratorios
- Una de las principales preocupaciones de los organizadores del estudio era la correcta toma de la muestra para que, desde el primer momento, no existiera diferen-

Ejercicio de intercomparación de ensayos de control de mezclas bituminosas

cia entre laboratorios. Tras el estudio de los resultados se observa, como anteriormente se ha comentado, que en uno de los principales parámetros de la muestra (contenido de betún), se aprecia cierta diferencia entre los dos métodos de toma. Puede que no tenga ninguna relación, ya que la muestra a estudio (AC16 Surf S) es bastante “homogénea”, pero es un dato que se debería tener en cuenta ante futuros estudios interlaboratorios para que la toma de muestra sea lo más uniforme posible.

- En la mayoría de los ensayos realizados, las Normas ofrecen grandes o pequeñas alternativas a elección del que lo realiza. En algunos casos estas horquillas pueden resultar de poca importancia en el resultado final, pero si las sumamos a las características propias de cada laboratorio, inciden en que la reproducibilidad interlaboratorios no sea la adecuada, tal y como se ha reflejado en este estudio. Por ello creemos que en los protocolos de futuros estudios de este tipo se deberían acotar y ser más restrictivos en la mayor parte de las tolerancias que las Normas permiten (fijando claramente todos los parámetros), con lo que se conseguirían datos de reproducibilidad más acordes con los especificados. Sirvan por ejemplo los siguientes:
 - Límite máximo de masa constante en contenido de ligante por ignición, tanto del aglomerado asfáltico como del árido de calibración.
 - Peso de la muestra en el contenido de ligante por ignición, tanto del aglomerado asfáltico como del árido de calibración.
 - Pesos y dimensiones de las probetas para los distintos ensayos
 - Temperatura de compactación de las probetas
 - Masa de la muestra para cada tipo de picnómetro
 - Según especifica la Norma, se debe ser estricto, en la sensibilidad al agua, con las diferencias máximas entre grupos, tanto en la densidad geométrica como en la hidrostática.
 - Uso del mismo tipo de volumen para el factor de corrección de la estabilidad Marshall
- Además de lo expuesto en el anterior punto hay que indicar que uno de las principales actuaciones a realizar para

mejorar los datos de reproducibilidad es el autocontrol; la correcta calibración y puesta a punto de los equipos; procedimientos internos más restrictivos que la norma; la extremada pulcritud en la ejecución del ensayo junto con la adecuada formación de los encargados de realizarlos y gestionarlos.

- La correcta gestión de los datos, ante el peticionario del ensayo, implica la precaución que hay que transmitir a la Dirección de Obra con relación a la toma de decisiones con único valor aislado. Las nubes de resultados aportados por los Laboratorios para cada requerimiento definen la reproducibilidad del ensayo que redundo lo indicado en el párrafo anterior, referente a la prudencia con la que se deben considerar los resultados de informes aislados de mezclas.
- Como conclusión final la validación o no de la muestra podría ser un problema importante si estuviéramos ante un caso real, sobre todo cuando hay discusión entre la Dirección de Obra y el Contratista.

6. Bibliografía

- UNE-EN 12697. Mezclas bituminosas. Métodos de ensayo para mezclas bituminosas en caliente
 - UNE-EN 12697-1: 2006. Contenido de ligante soluble
 - UNE-EN 12697-2:2003+A1:2007. Determinación de la granulometría de las partículas
 - UNE-EN 12697-5:2010/AC2012. Determinación de la Densidad máxima
 - UNE-EN 12697-6:2012. Determinación de la Densidad aparente de las probetas. Método hidrostático
 - UNE-EN 12697-8:2003. Determinación del contenido de huecos en las probetas bituminosas
 - UNE-EN 12697-12:2009 Determinación de la Sensibilidad al agua de las probetas de mezclas bituminosas
 - UNE-EN 12697-22:2008+A1:2008. Ensayo de rodadura
 - UNE-EN 12697-23:2004. Determinación de la resistencia a la tracción indirecta de probetas bituminosas.
 - UNE-EN 12697-27. Toma de muestra.
 - UNE-EN 12697-28. Preparación de las muestras para la determinación del contenido de ligante, contenido de agua y granulometría

- UNE-EN 12697-29. Determinación de las dimensiones de las probetas bituminosas
- UNE-EN 12697-39:2006. Contenido de ligante por ignición
- NLT-159/00. Resistencia a la deformación plástica de mezclas bituminosas. Aparato Marshall
- UNE 82009. Exactitud (veracidad y precisión) de resultados y métodos de medición.
 - UNE 82009-1. Principios generales y definiciones
 - UNE 82009-2. (equivalente a ISO 5725-2) Método básico para la determinación de la repetibilidad y la reproducibilidad de un método de medición normalizado.
 - UNE 82009-6 (equivalente a ISO 5725-6) Utilización en la práctica de los valores de exactitud.