

Ejercicio español interlaboratorios sobre el ensayo de sensibilidad al agua de mezclas bituminosas

RAFAEL JIMÉNEZ SÁEZ (*), LEONARDO ENRÍQUEZ GABEIRAS (*), LUCÍA MIRANDA PÉREZ (**)
y FERNANDO VALOR HERNÁNDEZ (***)

RESUMEN La modificación de los artículos 542 y 543 del PG-3 relativos a mezclas bituminosas en caliente, mediante la Orden Circular 24/2008, introduce diversas novedades para adaptar la normativa española a la serie de normas armonizadas europeas EN 13108. Dichas modificaciones incluyen nuevos ensayos y criterios para el diseño de mezclas, y entre ellos el método UNE-EN 12697-12 "Determinación de la sensibilidad al agua de las probetas de mezcla bituminosa", de aplicación en todos los tipos de mezclas bituminosas.

En este artículo, en primer lugar se efectúa una comparación del método europeo con el antiguo método español descrito en la norma NLT-162, justificando las condiciones experimentales seleccionadas para la aplicación del nuevo método. A continuación se resumen los resultados del ejercicio de intercomparación realizado entre diez laboratorios españoles, con objeto de que cada laboratorio evalúe su capacidad técnica y determinar cuantitativamente la precisión del nuevo método en términos de repetibilidad y reproducibilidad.

SPANISH ROUND ROBIN TEST ON WATER SENSITIVITY TEST OF BITUMINOUS MIXTURES

ABSTRACT *The amendment of Articles 542 and 543 on the hot asphalt mixtures included in the Spanish Technical Specifications for Road Construction (PG-3), by Circular Order 24/2008, introduced a new series of modifications to adapt Spanish regulations to European standards series EN 13108. Among the various amendments, new tests methods and design criteria are considered, as UNE-EN 12697-12 for assessing the water sensitivity on compacted specimens, which is mandatory for every kind of bituminous mixture.*

In this paper, firstly a comparison between the European method and the old Spanish method described in the NLT-162 is made, explaining the experimental conditions selected. The results of an interlaboratory study or 'Round Robin Test' conducted in ten Spanish laboratories are subsequently described and analyzed, in order to allow each laboratory to assess its technical performance, and also to determine quantitatively the precision of the new method in terms of repeatability and reproducibility.

Palabras clave: Mezcla bituminosa, Sensibilidad al agua, Diseño de mezclas, Ensayo interlaboratorios, Análisis de la varianza.

Keywords: Bituminous mixture, water sensitivity, mix design, round robin test, ANOVA.

1. ANTECEDENTES

El 30 de Julio de 2008, mediante la Orden Circular 24/2008 se modificaron los artículos 542 y 543 del Pliego de Prescripciones Técnicas Generales para obras de carreteras y puentes (PG-3) relativos a las mezclas bituminosas en caliente, para adaptarlos a la nueva normativa europea, que había entrado en vigor en abril de ese mismo año.

Las novedades más destacables incluidas en esta revisión fueron las siguientes:

- Nueva nomenclatura de las mezclas para adaptarla a la normativa europea, si bien se mantuvieron los mismos tipos de mezclas y sus características fundamentales.
- Nuevos métodos de compactación de probetas y nuevos métodos de ensayo para evaluar la sensibilidad al agua y la resistencia a las deformaciones plásticas.
- Nuevos métodos de determinación de módulos y parámetros de fatiga para las mezclas de alto módulo.
- Mejora de las exigencias de calidad de los áridos empleados en capas de rodadura y para tráfico pesados.
- Utilización como ligantes de los betunes modificados por adición de polvo de neumáticos fuera de uso (NFU).

(*) Centro de Estudios del Transporte (CEDEX).

(**) EIFFAGE INFRAESTRUCTURAS, S.A.

(***) Centro de Investigación Elpidio Sánchez Marcos CIESM INTEVIA, S.A.).

- Inclusión de las mezclas drenantes en el artículo 543, que pasó a denominarse desde entonces “Mezclas bituminosas para capas de rodadura. Mezclas drenantes y discontinuas”.
- Mejora de las prestaciones exigidas para las capas de rodadura mediante el empleo de áridos con un coeficiente de pulimento acelerado (CPA) superior al exigido anteriormente, o bien mediante una mejor regularidad superficial respecto a la especificada previamente.

De estas novedades, una de las que su implantación ha supuesto un mayor esfuerzo conjunto por parte de la Administración, empresas fabricantes y laboratorios de control, ha sido sin duda el empleo de nuevos métodos de ensayo para diseñar, caracterizar y controlar la calidad de las mezclas bituminosas producidas, lo que ha llevado implícita la adopción de nuevos procedimientos de fabricación y compactación de las probetas de ensayo correspondientes.

Entre estos métodos, el ensayo UNE-EN 12697-12 de sensibilidad al agua es uno de los ensayos empíricos más importantes, y así lo recoge el PG-3. Este ensayo es obligatorio para el diseño y establecimiento de fórmula de trabajo de todos los tipos de mezclas bituminosas en caliente normalizadas en España, es decir, los hormigones bituminosos, las mezclas delgadas para capas de rodadura y las mezclas drenantes. Concretamente, este ensayo constituye una novedad en la evaluación de la resistencia a la acción del agua de las mezclas drenantes y de las mezclas discontinuas BBTM tipo B (antes M), propiedad que se evaluaba anteriormente mediante el ensayo cántabro tras inmersión en agua, considerándose hasta ese momento como un ensayo fundamental en la dosificación de estos dos tipos de mezclas bituminosas.

En definitiva, se trata de un nuevo procedimiento que hubo que poner a punto realizando ensayos experimentales con diferentes tipos de mezclas. Los fabricantes de mezclas bituminosas necesitan indicar este dato para el marcado CE y las Administraciones tuvieron que establecer los umbrales de resistencia conservada a tracción indirecta aplicables a este nuevo método europeo, e incluirlos en las especificaciones de los diferentes tipos de mezclas.

En este artículo, en primer lugar se realiza un análisis comparativo del ensayo europeo UNE-EN 12697-12 con respecto al antiguo ensayo de inmersión-compresión de uso en España hasta 2008 y descrito en la norma NLT-162, justificando la elección de las condiciones experimentales establecidas. Posteriormente se exponen y analizan los resultados de uno de los ensayos interlaboratorios organizados por el Centro de Estudios del Transporte del CEDEX en colaboración con ASEFMA, que tuvo por objeto determinar la precisión del método de ensayo de sensibilidad al agua, proporcionando datos a los laboratorios implicados para evaluar su capacidad técnica. Por último, se ha llevado a cabo un análisis de los datos con el fin de obtener también la precisión del método para la determinación de la densidad aparente por dimensiones UNE-EN 12697-6, método D, con las probetas bituminosas distribuidas entre los laboratorios participantes.

2. EL ENSAYO DE SENSIBILIDAD AL AGUA EN LA NORMATIVA EUROPEA DE MEZCLAS BITUMINOSAS

Los principales factores que afectan a la durabilidad de las mezclas bituminosas son la naturaleza y calidad de los materiales constituyentes y sus espesores en las capas del firme, la ejecución de los procesos de extendido y compactación, la capacidad soporte de las capas de base, así como la intensidad del tráfico y las condiciones ambientales a las que están

sometidas las mezclas. Entre estas últimas, la presencia de agua o humedad afecta decisivamente a la durabilidad de las mezclas bituminosas, ya que esta depende en gran parte de la adhesividad entre el ligante y los áridos.

El efecto perjudicial del agua en las mezclas bituminosas se produce a través de dos mecanismos. El primero de ellos provoca una pérdida de adhesividad entre el árido y el betún, que se acentúa cuando la superficie de los áridos tiene más afinidad por el agua que por el betún; en este caso el agua se introduce entre la superficie del árido y la película de betún, desplazando a esta última. El segundo mecanismo consiste en la interacción directa del agua con el betún, lo que reduce la cohesión interna de la película que recubre el árido, disminuyendo por tanto la resistencia mecánica de la mezcla bituminosa.

Las variables que influyen en la susceptibilidad de la mezcla al agua son numerosas, pero pueden agruparse en cuatro grupos principales:

- Características de la mezcla: Naturaleza mineralógica de los áridos, composición química del betún y tipo de mezcla. En general, los problemas de adhesividad en presencia de agua aumentan con el empleo de áridos hidrófilos (normalmente áridos silíceos, que presentan mayor afinidad por el agua que por el ligante), con ligantes con bajos contenidos de compuestos polares, con betunes poco viscosos y en mezclas con contenidos bajos de ligante.
- Método y grado de compactación: Será más fácil que aparezcan problemas si la construcción es deficiente o no se consigue una adecuada compactación.
- Condicionantes externos tras la construcción: La acción conjunta del agua y del tráfico disminuye la adhesividad del betún con el árido, lo que es especialmente importante cuando existen variaciones acusadas de temperatura, climas húmedos y tráficos pesados.
- Drenaje del firme: Un drenaje insuficiente acelera el deterioro del firme.

El ensayo para “Determinación de la sensibilidad al agua de las probetas de mezcla bituminosa”, descrito en el método A de la norma UNE-EN 12697-12, consiste en someter a dos grupos de probetas al ensayo de tracción indirecta, previo tratamiento de inmersión de uno de los grupos. Para ello se fabrican y compactan 6 probetas cilíndricas que se dividen en dos grupos iguales, uno de control, que se mantiene en seco a temperatura ambiente y otro que se sumerge en un baño de agua a 40°C durante un periodo de 68 a 72 h. Posteriormente, todas las probetas se ensayan a rotura a tracción indirecta a 15°C con una velocidad de deformación constante de (50±2) mm/min según UNE-EN 12697-23. Se determina la resistencia media de cada grupo y se obtiene la relación en porcentaje entre las resistencias de las probetas sumergidas y no sumergidas en agua.

El objetivo del ensayo es, por lo tanto, determinar la pérdida de cohesión que se produce por la saturación y acción del agua en las mezclas bituminosas, objetivo que coincide con el del antiguo ensayo español de inmersión-compresión, descrito en la norma NLT-162. Sin embargo, los procedimientos son diferentes, ya que difieren en el sistema de compactación de las probetas, en las dimensiones de las mismas, y en el procedimiento y condiciones de ensayo para evaluar su resistencia antes y después de la acción del agua. A continuación se señalan las características de este ensayo, tomando como término de comparación el método español de inmersión-compresión.

2.1. DIMENSIONES DE LAS PROBETAS

En la norma UNE-EN 12697-12 se admiten probetas de (100±3) mm para las mezclas con áridos de hasta 22 mm de tamaño máximo, y de 150, ó 160 mm de diámetro para tamaños superiores. La altura de las probetas en los tres casos deberá estar comprendida entre 35 y 75 mm. En la norma NLT las probetas generalmente utilizadas son de 101,6 mm de diámetro y altura, aunque se admiten con diámetros desde 50,8 a 203,2 mm, siempre que el diámetro sea igual a la altura.

2.2. COMPACTACIÓN DE LAS PROBETAS

En el método UNE-EN 12697-12 las probetas se deben compactar bien de forma que se obtenga un contenido de huecos en mezcla mayor o igual que el valor superior requerido en la aplicación local, o bien utilizando uno de los siguientes métodos de compactación:

- Impacto (según método UNE-EN 12697-30, aplicando 35 golpes por cara).
- Máquina giratoria (según UNE-EN 12697-31, aplicando 50 giros).
- Compactación vibratoria (según UNE-EN 12697-32, aplicando (80±5) s de tiempo de compactación).
- Testigos sobre probetas de placas fabricadas (UNE-EN 12697-33, aplicando 24 pasadas con compactación neumática).

Según la norma española NLT-162, las probetas se compactan por compresión con doble émbolo y por tanto este procedimiento no está recogido en la citada norma europea.

Teniendo en cuenta que nuestro país tiene una gran experiencia en el método Marshall, se estableció que el procedimiento de compactación más adecuado para fabricar las probetas es el compactador de impacto Marshall para las mezclas de tamaño máximo igual o inferior a 22 mm, y el compactador vibratorio para las de tamaño máximo superior a dicho valor.

Respecto a la energía de compactación, tanto en el caso de mezclas tipo hormigón bituminoso como en el de mezclas drenantes y discontinuas, el PG-3 especifica que el ensayo de sensibilidad al agua se debe realizar sobre probetas compactadas por impacto, con 50 golpes por cara, de acuerdo con lo indicado en la norma UNE-EN 13108-20 de ensayos de tipo, por lo que estableció este número de golpes por cara para la compactación.

2.3. PROCEDIMIENTO DE ENSAYO

- Equipamiento: Para el ensayo de las probetas, el equipamiento fundamental de ambos métodos es similar (prensa de compresión con control de la velocidad de desplazamiento), si bien el procedimiento europeo, además del dispositivo de rotura a tracción indirecta, requiere de un recipiente de vacío con su correspondiente bomba para saturar las probetas de agua, y además un baño termostático con dispositivo de enfriamiento para mantener la temperatura a 15°C, o bien una cámara climática capaz de mantener esta temperatura.
- Número de probetas: El método europeo exige al menos 3 probetas en seco + 3 probetas en húmedo, y el español 5+5.
- Saturación de las probetas en agua: El método UNE-EN 12697-12 exige que los huecos accesibles de las probetas de mezcla bituminosa se encuentren saturados de agua durante su acondicionamiento, por lo que es necesario aplicar vacío hasta una presión de (6,7±0.3) kPa en el recipiente, una vez sumergidas las probetas. El método NLT-162 no contempla esta saturación.
- Acondicionamiento de las probetas: La norma europea establece que, después de su saturación, las probetas deben

mantenerse sumergidas en agua a 40°C durante un periodo comprendido entre 68 y 72 horas. En el ensayo de inmersión-compresión se podían emplear indistintamente dos procedimientos: 4 días a 49°C ó 1 día a 60°C.

- Temperatura de ensayo: El método UNE-EN 12697-12 permite que la temperatura del ensayo de rotura de las probetas pueda estar comprendida entre 5 y 25°C, pero se realiza a 15°C porque así se especifica en la norma de ensayo de tipo UNE-EN 13108-20, anejo D.3.
- Rotura de las probetas: En el método A de la norma europea UNE-EN 12697-12, la evaluación de la resistencia de las probetas se realiza a tracción indirecta según UNE-EN 12697-23 (ensayo brasileño), con una velocidad de rotura de (50±2) mm, mientras que el de inmersión-compresión, recogido en la norma NLT-162, las probetas se ensayaban a compresión simple, a la velocidad de 5.08 mm/min. En el ensayo EN, las probetas deben romperse a una temperatura de 15°C antes de que transcurra 1 min después de su acondicionamiento. La resistencia a tracción indirecta RTI (ITS en inglés), se calcula aplicando:

$$ITS = \frac{2 \times P}{\pi \times d \times h}$$

donde,

P = Carga máxima de rotura, en kN.

d = Diámetro de la probeta, en mm.

h = Altura de la probeta, en mm.

Se calcula el Índice de resistencia conservada a tracción indirecta (ITSR, Indirect Tensile Strength Ratio), en %, con la fórmula siguiente:

$$ITSR = \frac{ITS_W}{ITS_D} \times 100$$

donde,

ITS_W = Porcentaje de resistencia a tracción indirecta del grupo de probetas sumergidas en agua, en kPa, redondeada a tres cifras significativas.

ITS_D = Porcentaje de resistencia a tracción indirecta del grupo de probetas sin sumergir, en kPa, redondeada a tres cifras significativas.

En el informe se debe añadir la siguiente información acerca de las características del ensayo:

- Identificación de la muestra.
- Valores medios de diámetro, longitud y densidad aparente de probetas para cada uno de los subconjuntos.
- La resistencia media a la tracción indirecta, en kPa, de cada uno de los subconjuntos de las probetas.
- La relación de resistencia a la tracción indirecta, en porcentaje.

En la Figura 1 se muestra una fotografía del dispositivo de saturación y otra de la rotura a tracción indirecta de las probetas.

- Expresión de resultados: La sensibilidad a la acción del agua en el método UNE-EN 12697-12 se evalúa mediante la ITS_R de las probetas sumergidas y no sumergidas, que es equivalente a la resistencia conservada determinada en el ensayo de inmersión-compresión. En el artículo 542 del PG-3 se especifica que, para mezclas tipo hormigón bituminoso, la ITS_R de las probetas después de inmersión en agua y las mantenidas al aire debe ser superior al 80% para las capas de base e intermedia y del 85% para las de rodadura; el artículo 543 especifica asimismo una ITS_R mínima del 90% para mezclas discontinuas y del 85% para mezclas drenantes.



FIGURA 1. Dispositivos de saturación y rotura de las probetas.

3. PLANTEAMIENTO DEL ENSAYO INTERLABORATORIOS

Los ejercicios de intercomparación o ensayos interlaboratorios ('Round Robin Tests', en inglés), consisten en el estudio estadístico de los resultados de las medidas realizadas sobre uno o varios parámetros, desarrolladas independientemente por un cierto número de laboratorios sobre un material dado. Se trata de una herramienta muy utilizada hoy en día por los laboratorios como un modo de obtener información acerca de la capacidad técnica del propio laboratorio, al permitir comparar sus resultados analíticos en un determinado ensayo con el de otros laboratorios de similar ámbito, siendo complementarios con otras técnicas conocidas de aseguramiento de la calidad. Esto es especialmente necesario cuando no se dispone de materiales de referencia trazables, como es el caso de las mezclas bituminosas.

Por otra parte, un ensayo interlaboratorios 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 al mismo.

Actualmente, los ensayos de intercomparación se desarrollan en numerosas áreas dentro del ámbito de los ensayos físicos, químicos y biológicos. La Comisión Europea ha establecido una base de datos en línea, denominada EPTIS (European Proficiency Testing Information System), que recoge información de los ensayos de intercomparación desarrollados en Europa. Existen varios ensayos en curso sobre mezclas bituminosas, pero ninguno sobre sensibilidad al agua.

3.1. PARTICIPANTES

En este ensayo interlaboratorios han participado las siguientes empresas y centros de investigación: CAMPEZO, ELSAN, SORIGUE, INTROMAC, CEMOSA, CEDEX, REPSOL, JUNTA DE CASTILLA Y LEÓN, PROAS y CIESM INTEVÍA. En las tablas y figuras aparecen con las denominaciones L1 a L10, que no se corresponden con el orden en que han sido citadas.

3.2. MUESTRAS

El ensayo intercomparación consistió en la determinación de la sensibilidad al agua de una mezcla drenante tipo PA16 fabricada por ELSAN, la cual se distribuyó a los participantes de la siguiente manera:

- Mezcla bituminosa sin compactar con la que cada laboratorio preparó sus probetas aplicando 50 golpes por cara en el compactador por impacto.

- Probetas de la mezcla anterior compactadas con 50 golpes por cara por uno de los laboratorios participantes (ELSAN).

La elección de una mezcla drenante para este estudio se justifica en su elevado contenido de huecos, lo que facilita la accesibilidad del agua. En las mezclas drenantes se determina el porcentaje de huecos en mezcla según UNE-EN 12697-8, para lo cual se precisa determinar previamente la densidad aparente de la mezcla por dimensiones, método descrito en el procedimiento D de la norma UNE-EN 12697-6. El porcentaje de huecos en mezcla se encuentra especificado en el PG-3 y en la serie de normas EN 13108, por lo que al disponer de los valores de densidad aparente por dimensiones (denominada normalmente densidad aparente geométrica), se decidió realizar sobre ellos el mismo estudio estadístico interlaboratorios.

Se repartieron a cada participante una serie de 3+3 probetas de mezcla ya compactada, y una cantidad de mezcla homogénea para la preparación en cada laboratorio de la otra serie de 3+3 probetas.

3.3. METODOLOGÍA

Cada laboratorio informó de los valores individuales de diámetro, longitud, densidad aparente geométrica y resistencias de cada probeta ensayada, y de los valores medios de densidad aparente e ITSr de cada serie de tres ensayos (de las dos series de probetas, en seco y en húmedo).

En resumen, para este estudio, y según la nomenclatura de la norma UNE 82009-2, el análisis se realiza para dos parámetros independientes (densidad aparente geométrica e ITSr), con $n = 3$ mediciones de cada nivel, en $q = 1$ nivel y en $p = 10$ laboratorios.

3.4. ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE RESULTADOS

El análisis estadístico de resultados se realiza mediante análisis de la varianza (ANOVA) según las normas UNE 82009-2 y UNE 82009-6 (equivalentes a ISO 5725-2 e ISO 5725-6 respectivamente), referente 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. Con los valores considerados aceptables se calculan el

valor medio, la varianza de repetibilidad intralaboratorio, la varianza de reproducibilidad interlaboratorios y la reproducibilidad total asociada al método.

Por último, se compara el valor de reproducibilidad obtenido con el valor de referencia indicado en la norma, y se realiza una estimación de la calidad de los resultados de cada laboratorio clasificándolos en categorías.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. ENSAYO DE SENSIBILIDAD AL AGUA

Los resultados obtenidos de resistencia a tracción indirecta (RTI) y de ITSR, en %, se recogen en la Tabla 1.

Según la norma UNE 82009-2, a partir de todos los resultados de ensayo se debe realizar, en primer lugar, un examen de consistencia e incompatibilidad de los resultados mediante técnicas numéricas, basadas en el ensayo de Cochran, para detectar la variabilidad intra-laboratorios (a partir de las réplicas de cada laboratorio), y después el ensayo de Grubbs para la inter-laboratorios (con los valores medios).

En este caso, la variabilidad de los resultados intralaboratorios o repetibilidad no puede ser evaluada mediante el ensayo de Cochran, ya que cada laboratorio ha obtenido un solo resultado de ITSR para cada una de las series ensayadas (mezcla PA16 compactada por ELSAN y mezcla compactada por cada laboratorio). En todo caso, esta repetibilidad puede

considerarse en principio aceptable ya que la norma de ensayo UNE EN 12697-23 indica que el resultado es válido si la diferencia de los resultados individuales de RTI respecto al promedio de cada serie de tres ensayos es menor del 17%, condición que se cumple en todos los laboratorios, si bien este valor de referencia ha sido establecido a 10°C.

Para confirmar lo anterior, se decidió aplicar el ensayo de Cochran a los valores de RTI dentro de las series de tres probetas ensayadas, aplicando el criterio de la norma:

- Si el estadístico C del ensayo es menor o igual que el valor crítico tabulado para un nivel de confianza del 95%, el dato es correcto.
- Si el estadístico C del ensayo es mayor que el valor crítico al 95% y menor que el valor crítico al 99%, el dato se considera extraño y se indica por medio de un asterisco sencillo.
- Si el estadístico C es mayor que el valor crítico al 99%, el resultado es estadísticamente incompatible (aberrante) y se indica por un doble asterisco.

Como se indica en la Tabla 2, los valores de C de cada serie son inferiores al valor crítico de C para $p = 10$, $n = 3$ y 95% de probabilidad, por lo que las varianzas de repetibilidad de las series pueden considerarse como significativamente semejantes, lo que posibilita proseguir con el análisis estadístico de la varianza inter-laboratorios.

Laboratorio	L1	L2	L3	L4	L5	L6	L7	L8	L9	L10	Promedio	
Sensibilidad de la mezcla con probetas compactadas por ELSAN												
	prob. n°											
RTI seco, MPa	1	1,394	1,219	1,204	1,048	1,069	0,967	1,045	1,226	1,147	1,129	
	2	1,368	1,166	1,161	1,050	1,276	1,055	1,076	0,941	1,074	1,013	
	3	1,313	1,174	1,155	1,187	1,200	0,985	0,994	1,138	1,047	0,978	
	media	1,358	1,186	1,173	1,095	1,182	1,002	1,038	1,102	1,089	1,040	1,127
RTI húmedo, MPa	4	1,344	0,888	0,888	1,118	1,312	0,767	1,012	1,029	1,017	0,870	
	5	1,283	0,93	1,137	1,007	1,070	0,811	0,914	0,969	1,003	0,921	
	6	1,255	0,858	0,915	0,959	1,174	0,821	1,106	1,043	0,996	0,960	
	media	1,294	0,892	0,980	1,028	1,185	0,800	1,011	1,014	1,005	0,917	1,013
ITSR, %		95	75	84	94	100	80	97	92	92	88	90
Sensibilidad de la mezcla con probetas compactadas por cada laboratorio												
RTI seco, MPa	7	1,510	1,214	1,163	1,249	1,212	1,043	1,280	1,261	1,025	1,143	
	8	1,393	1,194	1,297	1,289	1,182	1,055	1,089	1,170	1,059	1,077	
	9	1,409	1,207	1,296	1,185	1,096	1,108	1,222	1,316	1,046	1,109	
	media	1,437	1,205	1,252	1,241	1,163	1,069	1,197	1,249	1,043	1,110	1,197
RTI húmedo, MPa	10	1,177	0,962	0,973	1,259	1,098	0,846	1,147	1,122	0,970	1,003	
	11	1,294	0,913	0,962	1,158	1,027	0,813	1,167	1,137	0,983	1,058	
	12	1,426	0,955	1,207	1,229	1,140	0,926	1,043	1,082	0,953	1,018	
	media	1,299	0,943	1,047	1,215	1,088	0,862	1,119	1,114	0,969	1,026	1,068
ITSR, %		90	78	84	98	94	81	94	89	93	92	89

TABLA 1. Resultados de resistencia a tracción indirecta e ITSR de cada laboratorio.

Laboratorio		L1	L2	L3	L4	L5	L6	L7	L8	L9	L10
Sensibilidad de la mezcla en probetas compactadas por ELSAN											
Serie RTI seco	s, MPa	0,041	0,029	0,027	0,080	0,105	0,046	0,041	0,146	0,052	0,079
	s ²	0,002	0,001	0,001	0,006	0,011	0,002	0,002	0,021	0,003	0,006
	C	0.389									
	C crit. 95%	0.445									
Serie RTI húmedo	s, MPa	0,046	0,036	0,137	0,082	0,121	0,029	0,096	0,039	0,011	0,045
	s ²	0,002	0,001	0,019	0,007	0,015	0,001	0,009	0,002	0,000	0,002
	C	0.328									
	C crit. 95%	0.445									
Sensibilidad de la mezcla en probetas compactadas por cada laboratorio											
Serie RTI seco	s, MPa	0,063	0,010	0,077	0,052	0,060	0,035	0,098	0,074	0,017	0,033
	s ²	0,004	0,000	0,006	0,003	0,004	0,001	0,010	0,005	0,000	0,001
	C	0.282									
	C crit. 95%	0.445									
Serie RTI húmedo	s, MPa	0,125	0,027	0,138	0,052	0,057	0,058	0,067	0,028	0,015	0,028
	s ²	0,016	0,001	0,019	0,003	0,003	0,003	0,004	0,001	0,000	0,001
	C	0.373									
	C crit. 95%	0.445									

TABLA 2. Estudio de valores aberrantes en las series de RTI según Cochran.

En el ensayo de Grubbs simple se aplican, para el estadístico G, los mismos criterios antes enunciados sobre el C, para identificar resultados anómalos y aberrantes entre los valores de ITSR inter-laboratorios. Si no se determina en primera instancia la presencia de valores aberrantes mediante el ensayo de Grubbs simple, debe aplicarse entonces el ensayo doble de Grubbs, con criterios contrarios a los anteriores:

- Si el estadístico Gd del ensayo es mayor o igual que el valor crítico tabulado para un nivel de confianza del 95%, el dato es correcto.
- Si el estadístico Gd del ensayo es menor que el valor crítico al 95% y mayor que el valor crítico al 99%, el dato se considera extraño y se indica por medio de un asterisco sencillo.
- Si el estadístico Gd es menor que el valor crítico al 99%, el resultado es estadísticamente incompatible (aberrante) y se indica por un doble asterisco.

Los resultados de la aplicación del ensayo Grubbs simple y doble se muestran en la Tabla 3, que indica que todos los resultados de ITSR obtenidos por los laboratorios participantes en el ensayo pueden considerarse aceptables.

Aunque el estudio estadístico indica que no es necesario eliminar valores aberrantes, sí es cierto que existe una considerable dispersión de valores entre los diferentes laboratorios, como se muestra en la Figura 2. Haciendo un análisis de todos los datos se comprueba que el resultado más anómalo es, para el índice de resistencia conservada, el del laboratorio 2, al ser muy inferior al resto. En este caso el resultado en húmedo indica que la resistencia ha bajado de manera considerable con

respecto a su valor en seco. Sería importante analizar aquí, de manera detallada, el proceso llevado a cabo en la determinación de la resistencia en húmedo. Esta situación muestra por tanto la importancia que el desarrollo del ensayo tiene y que puede influir de manera considerable en el resultado final.

Respecto a la desviación estándar inter-laboratorios, la correspondiente a la serie de probetas compactadas por cada laboratorio es algo mejor que la de la serie fabricada por un mismo laboratorio, lo que indica que en este ensayo no influye tanto el proceso de compactación como los procesos de acondicionamiento y rotura de las probetas.

Para corroborar esta hipótesis, se realizó un análisis estadístico de la varianza ANOVA de un factor para tratar de determinar si la compactación realizada en cada laboratorio tiene una influencia significativa en el resultado del ensayo de sensibilidad al agua. Todos los laboratorios utilizan el mismo método y tipo de equipo (norma UNE EN 12697-30) para la compactación de las probetas.

La hipótesis que se pone a prueba en el ANOVA de un factor es que las medias poblacionales de ITSR de las series de probetas compactadas por ELSAN y compactadas por cada laboratorio, son significativamente iguales.

Las hipótesis empleadas para el análisis fueron:

- Hipótesis nula: Las ITSR medias de las dos series son iguales.
- Hipótesis alternativa: Las ITSR medias no son iguales y por tanto la compactación influye.

Cuando p-valor < 0,05, se rechaza la hipótesis nula, y cuando p-valor > 0,05, se acepta.

Laboratorio	L1	L2	L3	L4	L5	L6	L7	L8	L9	L10
Sensibilidad de la mezcla en probetas compactadas por ELSAN										
ITSR, %	95	75	84	94	100	80	97	92	92	88
ITSR prom., %	90									
Desv.est., %	7.9									
G	1.860	1.227	0.721	0.215	0.291	0.291	0.544	0.671	0.924	0.130
G crit. 95%	2.290									
Gd sup.	0.316									
Gd inf.	0.648									
Gd crit. 95%	0.186									
Sensibilidad de la mezcla en probetas compactadas por cada laboratorio										
ITSR, %	90	78	84	98	94	81	94	89	93	92
ITSR prom., %	89									
Desv.est., %	6.4									
G	1.775	1.302	0.828	0.039	0.118	0.434	0.592	0.670	0.749	1.380
G crit. 95%	2.290									
Gd sup	0.330									
Gd inf.	0.662									
Gd crit. 95%	0.186									

TABLA 3. Estudio de valores aberrantes en los resultados de ITSR según Grubbs.

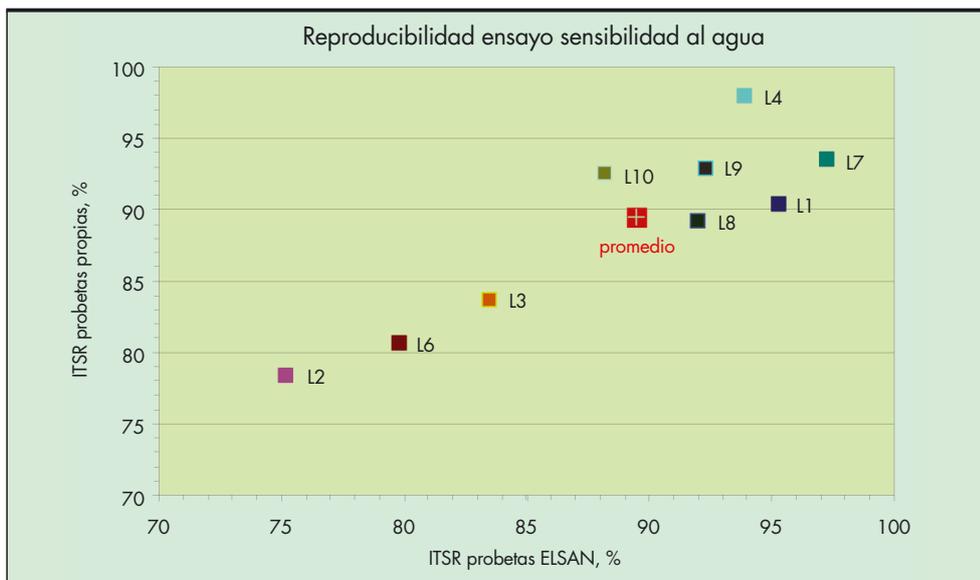


FIGURA 2. Reproducibilidad inter-laboratorios en ensayo de sensibilidad al agua.

TABLA 4. Desviación estándar inter-laboratorios y coeficiente de variación de las ITSR.

	Desv. Est. Inter-lab ejercicio, %	Desv. Est. Inter-lab UNE-EN 12697-12, %	C.V., %
Probetas compactadas por ELSAN	7.9	8	9
Probetas compactadas por cada laboratorio	6.4	8	7

	Suma de cuadrados	G.L.	Media cuadrática	F	F crit.	p-valor
Entre grupos	0.8	1	0.8	0.01	4.41	0.90
Intra grupos	928.2	18	51.6			
Total (corr.)	929.0	19	52.4			

TABLA 5. ANOVA simple para sensibilidad al agua de probetas ya compactadas y compactadas por cada laboratorio.

En la Tabla 5 se muestra el ANOVA realizado con EXCEL® donde se descompone la varianza de densidades propias en dos componentes: un componente entre grupos y un componente dentro de los grupos. El F-ratio, que en este caso es igual a 0,01, es el cociente de la estimación entre grupos y la estimación dentro de los grupos. Puesto que el p-valor del test F es superior o igual a 0,05, se acepta la hipótesis nula y puede afirmarse que no hay diferencia estadísticamente significativa entre las densidades medias obtenidas en probetas ya compactadas y las compactadas por cada laboratorio, con un 95,0% de probabilidad.

Si consideramos, en base a lo anterior, que los dos grupos de probetas, las compactadas por ELSAN y las compactadas por cada laboratorio con compactadores distintos son iguales, se pueden determinar exactamente las desviaciones estándar de repetibilidad (s_r), interlaboratorios (s_L), y la combinación aditiva de ambas, que es la verdadera reproducibilidad (s_R). Los cálculos se han realizado mediante las expresiones indicadas en los apartados 7.4.4 y 7.4.5 de la norma UNE 82009-2, para $p = 10$, $n = 2$ y $q = 1$. Los valores obtenidos para ambas mezclas se presentan en la Tabla 6. También se incluyen en esta tabla los límites de repetibilidad (r) y reproducibilidad (R) del método con un nivel de probabilidad del 95%, según el apartado 4.1.2 de la norma UNE 82009-6.

Los límites de repetibilidad y reproducibilidad del método (r y R) se calculan según UNE 82009-6, multiplicando los valores de s_r y s_R por 2,8. R es el valor que debería acompañar como valor de incertidumbre de cualquier resultado individual realizado por un laboratorio de los participantes de este estudio, para poder asegurar con un 95% de probabilidad que el

valor verdadero se encuentra en ese intervalo. En este caso, los valores de r y R son inferiores a los valores de referencia indicados en la norma de ensayo UNE EN 12697-12 para un ensayo interlaboratorios realizado en Estados Unidos, y también muy inferiores a los de la antigua norma NLT-162 ($r = 17\%$ y $R = 51\%$).

Por último, la evaluación de la capacidad técnica de cada laboratorio se realiza normalmente por medio de la puntuación Z-score, que se calcula a partir de la fórmula: $Z = (x-m)/s_L$, donde x es el valor de ITSr, en %, obtenido por cada laboratorio participante, m es el valor asignado, en este caso el valor promedio, y s_L es la desviación estándar interlaboratorios. La interpretación que se da a Z es la siguiente: si el valor absoluto de Z es menor de 2, el resultado del laboratorio se considera satisfactorio, si se encuentra entre 2 y 3 se considera bajo sospecha y si excede el valor de 3 se considera insatisfactorio. Como se aprecia en la Tabla 6, puede considerarse que todos los laboratorios han obtenido resultados satisfactorios en la determinación de ITSr.

4.2. ENSAYO DE DENSIDAD APARENTE GEOMÉTRICA

Los resultados de la determinación de densidad aparente geométrica, según UNE-EN 12697-6, se muestran en la Tabla 7 y en la Figura 3. En primer lugar, se aplicó el criterio de Cochran a las series de seis probetas iguales, siendo precisa la eliminación de un valor aberrante del L1 en la serie correspondiente a probetas compactadas por cada laboratorio, que es la que presenta una menor repetibilidad.

Con los valores promedio de cada serie se aplicó el criterio de Grubbs de la forma indicada anteriormente, resultando to-

Laboratorio	L1	L2	L3	L4	L5	L6	L7	L8	L9	L10	
ITSr, %	Muestra 1	90	78	84	98	94	81	94	89	93	92
	Muestra 2	95	75	84	94	100	80	97	92	92	88
Promedio, %	93	77	84	96	97	81	96	91	93	90	
Z-score	0.4	1.9	0.9	0.9	1.0	1.3	0.9	0.1	0.4	0.0	
s_r , %	3,5	2,1	0,0	2,8	4,2	0,7	2,1	2,1	0,7	2,8	
Promedio ejercicio, %	90										
s_r , %	2.5										
s_L , %	7.0										
s_R , %	7.1										
	Ensayo interlaboratorio					Valor orientativo UNE-EN 12697-12					
r, %	7					15					
R, %	20					23					

TABLA 6. Estimación del límite de reproducibilidad del método UNE-EN 12697-12.

Laboratorio	L1	L2	L3	L4	L5	L6	L7	L8	L9	L10
Densidad de la mezcla en probetas compactadas por ELSAN										
n	6	6	6	6	6	6	6	6	6	6
Promedio, kg/m ³	2024	2011	2017	2025	2028	2012	2027	2012	2016	1988
si, kg/m ³	16.3	16.8	21.3	14.4	20.5	7.4	20.4	22.7	19.7	12.3
s ²	265	284	452	206	847	55	415	517	389	151
C	0.236									
C crit 95%	0.303									
Densidad de la mezcla en probetas compactadas por cada laboratorio										
n	5	6	6	6	6	6	6	6	6	6
Promedio, kg/m ³	2030	2034	2001	2023	2000	2035	2025	2030	2003	1996
si, kg/m ³	20,7	20,5	13,4	7,8	3,5	8,5	4,1	10,3	9,5	18,3
s ²	427	417	179	60	12	71	16	105	90	336
C	0.249									
C crit 95%	0.303									

TABLA 7. Estudio de valores aberrantes en las series de densidad según Cochran.

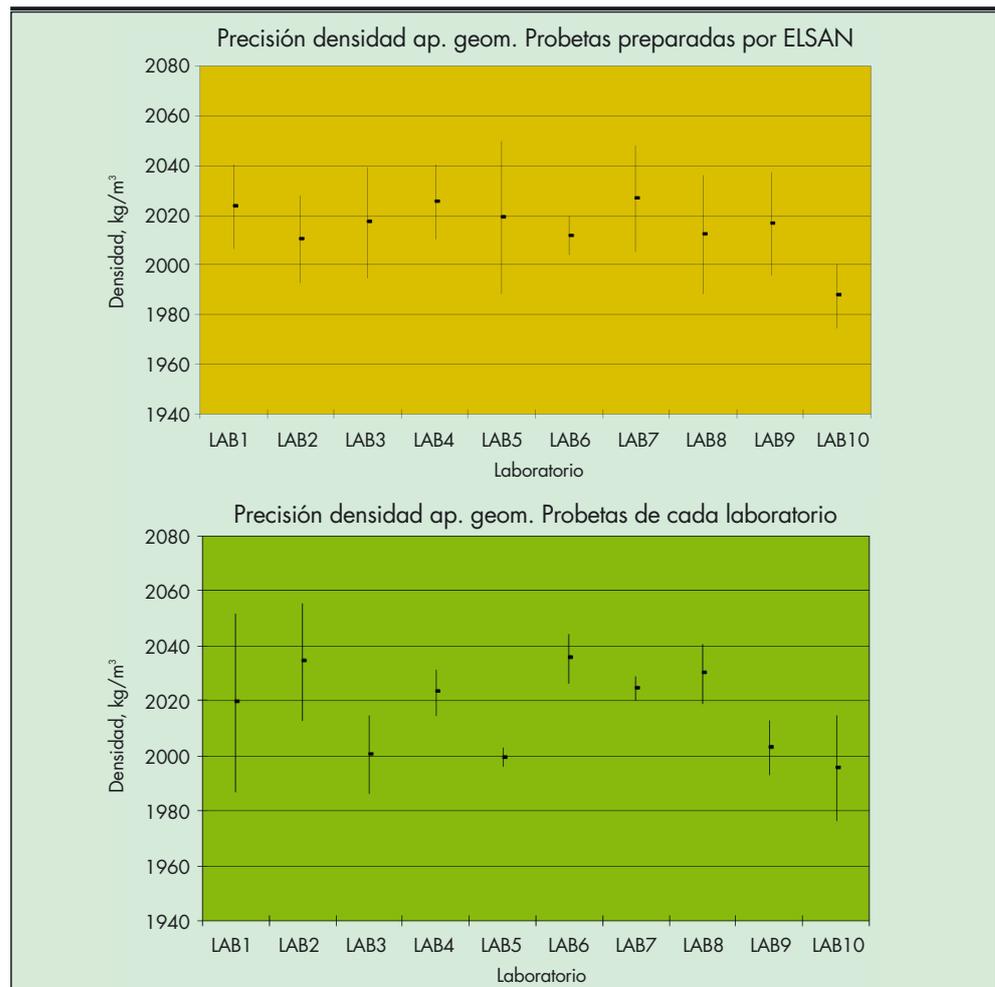


FIGURA 3. Densidad aparente geométrica según UNE-EN 12697-6.

EJERCICIO ESPAÑOL INTERLABORATORIOS SOBRE EL ENSAYO DE SENSIBILIDAD AL AGUA DE MEZCLAS BITUMINOSAS

Laboratorio	L1	L2	L3	L4	L5	L6	L7	L8	L9	L10
Densidad de la mezcla en probetas compactadas por ELSAN										
Densidad, kg/m ³	2024	2011	2017	2025	2028	2012	2027	2012	2016	1988*
Prom.ejerc., kg/m ³	2016									
Desv.est, kg/m ³	11									
G	0.797	0.374	0.167	0.887	0.347	0.284	1.067	0.284	0.122	2.445
G crit 95%	2.290									
G crit 99%	2.482									
Gd sup	0.733									
Gd inf.	0.210									
Gd crit 95%	0.186									
Densidad de la mezcla en probetas compactadas por cada laboratorio										
Densidad, kg/m ³	2030	2034	2001	2023	2000	2035	2025	2030	2003	1996
Prom.ejerc., kg/m ³	2017									
Desv.est, kg/m ³	16									
G	0.781	1.031	1.060	0.345	1.122	1.112	0.438	0.781	0.904	1.403
G crit 95%	2.290									
G crit 99%	2.482									
Gd sup	0.553									
Gd inf.	0.680									
Gd crit 95%	0.186									

TABLA 8. Estudio de valores aberrantes en los resultados de densidad según Grubbs.

dos los valores aceptables, aunque el resultado del L10 habría de calificarlo como “extraño”, según se indica en la Tabla 8.

La reproducibilidad inter-laboratorios se representa en la Figura 4, donde se observa que los valores obtenidos por nueve

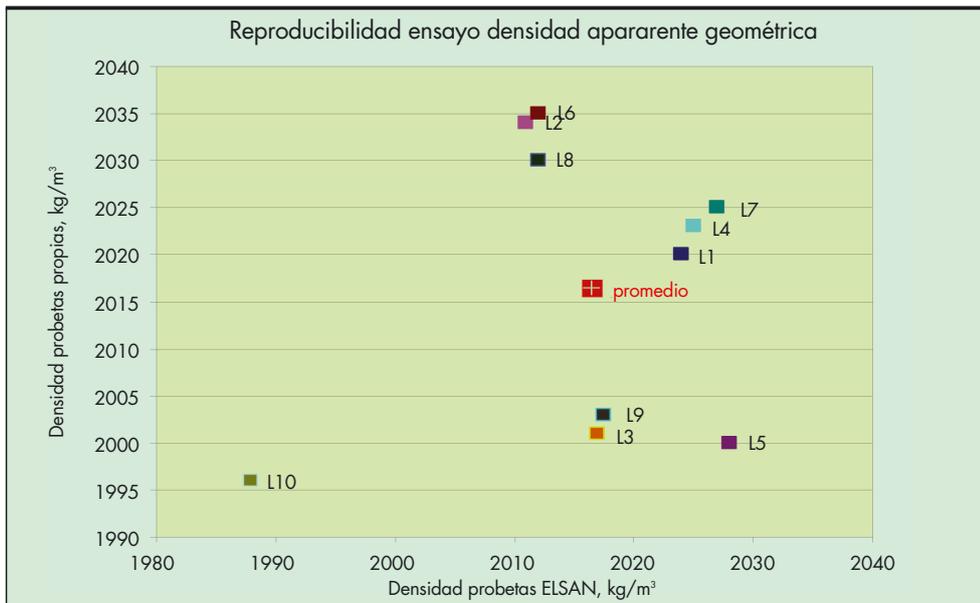


FIGURA 4. Reproducibilidad inter-laboratorios en el ensayo de densidad aparente geométrica.

Laboratorio	L1	L2	L3	L4	L5	L6	L7	L8	L9	L10
Densidad de la mezcla en probetas compactadas por ELSAN										
Densidad, kg/m ³	2024	2011	2017	2025	2028	2012	2027	2012	2016	1988*
Prom.ejerc., kg/m ³	2016									
s _i , kg/m ³	16.3	16.8	21.3	14.4	20.5	7.4	20.4	22.7	19.7	12.3
Z-score	0.9	0.5	0.1	1.0	1.3	0.4	1.2	0.4	0.0	3.0
s _r , kg/m ³	17.7									
s _L , kg/m ³	9.3									
s _R , kg/m ³	20.0									
	Ensayo interlaboratorio					Valor informativo UNE-EN 12697-6*				
r, kg/m ³	50					25				
R, kg/m ³	56					39				
Densidad de la mezcla en probetas compactadas por cada laboratorio										
Densidad, kg/m ³	2030	2034	2001	2023	2000	2035	2025	2030	2003	1996
Prom.ejerc., kg/m ³	2017									
s _i , kg/m ³	20.7	20.5	13.4	7.8	3.5	8.5	4.1	10.3	9.5	18.3
Z-score	0.9	1.2	1.1	0.4	1.2	1.2	0.5	0.9	1.0	1.4
s _r , kg/m ³	12.9									
s _L , kg/m ³	14.8									
s _R , kg/m ³	19.6									
	Ensayo interlaboratorio					Valor informativo UNE-EN 12697-6*				
r, kg/m ³	36					24				
R, kg/m ³	55					39				
*: calculados según las expresiones indicadas en los apartados 11.1 y 11.2 de la norma UNE-EN 12697-6 para el método de superficie saturada seca, para una mezcla PA-16.										

TABLA 9. Estimación del límite de reproducibilidad del método de densidad aparente geométrica UNE-EN 12697-6, procedimiento D.

de los diez laboratorios se distribuyen alrededor del valor promedio, mientras que el valor correspondiente al L10, aunque no se considera aberrante estadísticamente, parece afectado de un sesgo importante.

Esto queda confirmado en la evaluación de la capacidad técnica de cada laboratorio mediante el factor Z, cuyo valor indica que los resultados del laboratorio L10 se encuentran bajo sospecha, como puede verse en la Tabla 9.

Los cálculos de los valores medios y desviaciones típicas de repetibilidad (s_r) y reproducibilidad (s_R) se realizan mediante las expresiones indicadas en los apartados 7.4.4 y 7.4.5 de la norma UNE 82009-2, para p = 10, n = 5 ó 6 y q = 1. Los valores obtenidos para ambas series de probetas se presentan en la Tabla 9.

A pesar de ser un método muy sencillo, los resultados de repetibilidad y reproducibilidad de la densidad aparente obtenida por el método geométrico resultan peores que los valores informativos indicados en la norma para el método de densidad por superficie saturada seca, que es más laborioso. Esto podría ser debido a la irregularidad de las dimensiones en altura y diámetro de las probetas, lo que podría requerir

de una medida más rigurosa de esas dimensiones en el laboratorio.

Es preciso señalar que, para las mezclas bituminosas en caliente, este valor de reproducibilidad en la densidad geométrica podría suponer unas diferencias entre laboratorios de hasta un 2% en el cálculo del porcentaje de huecos en mezcla.

Por último, se realizó un análisis estadístico de la varianza ANOVA de un factor para tratar de determinar si la compactación tiene una influencia significativa en el resultado del ensayo de densidad aparente geométrica. Este análisis se llevó a cabo en los mismos términos que el realizado para la ITSR.

En la Tabla 10 se descompone la varianza de densidades propias en dos componentes: un componente entre grupos y un componente dentro de los grupos. El p-valor resulta superior a 0,05, por lo que no hay diferencia estadísticamente significativa entre las densidades medias obtenidas en probetas ya compactadas y compactadas por cada laboratorio, con un 95,0% de probabilidad, lo que indica que la etapa de compactación no influye significativamente en el resultado.

TABLA 10. ANOVA simple para densidad de probetas ya compactadas y compactadas por cada laboratorio.

	Suma de cuadrados	G.L.	Media cuadrática	F	F crit.	p-valor
Entre grupos	14.45	1	14.45	0.07	4.41	0.79
Intra grupos	3480.1	18	193.34			
Total (corr.)	3494.55	19	207.79			

5. CONCLUSIONES

De acuerdo con los resultados de los ensayos y del estudio estadístico realizado para evaluar la precisión de los ensayos de sensibilidad al agua y de densidad aparente geométrica exigidos en la nueva normativa de mezclas bituminosas, pueden establecerse las siguientes conclusiones:

1. El estudio estadístico de resultados de sensibilidad al agua muestra que no es necesaria la eliminación de ningún valor aberrante en los resultados de los diez laboratorios participantes, siendo la repetibilidad de los resultados de RTI mejor que la indicada en la norma de ensayo.
2. La reproducibilidad de los ensayos de ITSR es mejor en la serie de probetas compactadas por cada laboratorio que en la serie de probetas compactadas por ELSAN, lo que indica que en este ensayo no influye tanto el proceso de compactación como los de acondicionamiento y rotura de las probetas.
3. Aunque estadísticamente no se estima la necesidad de eliminar valores aberrantes en el ensayo de sensibilidad al agua, existe una notable dispersión de resultados entre los laboratorios, y al eliminar valores extremos no se observa gran variación en el valor promedio, lo que indica que el método es muy sensible a las particularidades de cada laboratorio.
4. En cualquier caso, los resultados de los límites de repetibilidad y reproducibilidad obtenidos son mejores que los valores de referencia indicados en la norma de ensayo, y también mejores que los de la antigua norma NLT-162.
5. En el ensayo de densidad aparente geométrica, los resultados de los diez laboratorios presentan una mayor dispersión en las probetas fabricadas por cada uno de ellos, lo que indica que en este ensayo, y como ya se ha puesto de manifiesto en otros ejercicios interlaboratorios, es importante la sistemática de la preparación y compactación de las probetas.
6. A pesar de ser un ensayo más sencillo, la repetibilidad y reproducibilidad obtenidas en el ensayo de densidad geométrica son peores que las indicadas en la norma para el método de densidad por superficie saturada seca.
7. Conviene señalar que la reproducibilidad obtenida en el ensayo de densidad geométrica podría traducirse en una variación del resultado de contenido de huecos en mezcla de hasta un $\pm 2\%$ entre los resultados de dos laboratorios distintos.
8. En definitiva, se demuestra que, al igual que en otros ensayos de mezclas bituminosas, los ensayos de sensibilidad al agua y densidad aparente geométrica resultan ser, en general, poco robustos, requiriendo de un control riguroso de todo el proceso y del equipamiento del ensayo. Es por ello muy conveniente seguir realizando ensayos interlaboratorios con carácter periódico.

6. BIBLIOGRAFÍA Y NORMAS PARA CONSULTA

Rubio, B. “Las nuevas normas de ensayo de mezclas UNE-EN 12697”. Jornada Mezclas bituminosas el Mercado CE, Zaragoza octubre 2007.

Marrón, J.O., Rubio B. y Pérez, F.J. “Ensayo español interlaboratorios de pista”. Ingeniería Civil, Vol. 154, Pág. 59-70, Junio 2009.

Wernimont, G.T. “Use of Statistics to Develop and Evaluate Analytical Methods” AOAC International, Arlington, Virginia (USA), 1993.

Perruchet C. y Priel, M. “Estimación de la incertidumbre. Medidas y ensayos” AENOR, 2000.

Orden Circular 24/2008 sobre el Pliegos de Prescripciones Técnicas Generales para obras de carreteras y puentes. Artículo 543: Mezclas bituminosas para capas de rodadura, mezclas drenantes y discontinuas. Ministerio de Fomento, 2008.

UNE-EN 13108-2. Mezclas bituminosas. Especificaciones de materiales. Parte 2: Mezclas bituminosas para capas delgadas.

UNE-EN 13108-7. Mezclas bituminosas. Especificaciones de materiales. Parte 7: Mezclas bituminosas drenantes.

UNE-EN 13108-20. Mezclas bituminosas. Especificaciones de materiales. Parte 20: Ensayos de tipo.

UNE-EN 12697-6. Mezclas bituminosas. Métodos de ensayo para mezclas bituminosas en caliente. Parte 6: Determinación de la densidad aparente de probetas bituminosas por el método hidrostático.

UNE-EN 12697-8. Mezclas bituminosas. Métodos de ensayo para mezclas bituminosas en caliente. Parte 6: Determinación del contenido de huecos en las probetas bituminosas.

UNE-EN 12697-12. Mezclas bituminosas. Métodos de ensayo para mezclas bituminosas en caliente. Parte 12: Determinación de la sensibilidad al agua de las probetas de mezcla bituminosa.

UNE-EN 12697-23. Mezclas bituminosas. Métodos de ensayo para mezclas bituminosas en caliente. Parte 23: Determinación de la resistencia a la tracción indirecta de probetas bituminosas.

UNE-EN 12697-30. Mezclas bituminosas. Métodos de ensayo para mezclas bituminosas en caliente. Parte 30: Preparación de la muestra con compactador de impactos.

UNE 82009. Exactitud (veracidad y precisión) de resultados y métodos de medición. Parte 2: Método básico para la determinación de la repetibilidad y reproducibilidad de un método de medición normalizado. Parte 6: Utilización en la práctica de los valores de exactitud.

Norma NLT-162/01 Efecto del agua sobre la cohesión de las mezclas bituminosas compactadas (ensayo de inmersión-compresión), CEDEX, Ministerio de Fomento.

7. AGRADECIMIENTOS

Los autores desean expresar su gratitud a las empresas y organismos participantes: CAMPEZO, CEDEX, CEMOSA, CIESM INTEVÍA, ELSAN, INTROMAC, JUNTA CASTILLA Y LEÓN, PROAS, REPSOL y SORIGUÉ.