
INNOVHUB
STAZIONI SPERIMENTALI PER L'INDUSTRIA

1

Prova Interlaboratorio "Bitume"
2017-2018

Davide Faedo
Exacta+Optech Labcenter
San Prospero MO, 10 aprile 2019

Prova Interlaboratorio Bitume 2017-2018

Prova organizzata da UNICHIM su committenza di SITEB

Partecipanti	Anno	Iscritti	Partecipanti
BITU-1	2017/2018	27	93 %
BITU-2			100 %

Materiale

Per entrambe le prove è stato distribuito un bitume tradizionale (EN 12591)

Table 1 — Paving grade bitumen specifications for grades from 20 × 0,1 mm to 220 × 0,1 mm penetration —
Properties applying to all paving grade bitumen listed in this table

Property	Test method	Unit	20/30	30/45	35/50	40/60	50/70	70/100	100/150	160/220
Penetration at 25 °C	EN 1426	0,1 mm	20 to 30	30 to 45	35 to 50	40 to 60	50 to 70	70 to 100	100 to 150	160 to 220
Softening point	EN 1427	°C	55 to 63	52 to 60	50 to 58	48 to 56	46 to 54	43 to 51	39 to 47	35 to 43

BITU-1 BITU-2

Prova Interlaboratorio Bitume 2017-2018

Parametri

PARAMETRO	METODO
PENETRAZIONE A 25 °C	EN 1426
PUNTO DI RAMMOLLIMENTO	EN 1427
PUNTO DI ROTTURA FRAASS	EN 12593
PUNTO DI INFIAMMABILITÀ	EN ISO 2592
SOLUBILITÀ	EN 12592
RESISTENZA ALL'INDURIMENTO - VARIAZIONE IN MASSA - PENETRAZIONE RESIDUA A 25 °C - AUMENTO PUNTO DI RAMMOLLIMENTO	EN 12607-1
VISCOSITÀ DINAMICA A 60 °C	EN 12596 EN 13302 EN 13702
VISCOSITÀ CINEMATICA A 135 °C	EN 12595
VISCOSITÀ DINAMICA A 135 °C	EN 13302 EN 13702

Prova Interlaboratorio Bitume 2017-2018

Requisiti di omogeneità e di stabilità del materiale

- su 10 aliquote (omogeneità) e 3 aliquote (stabilità)
- parametri scelti: “Penetrazione a 25 °C” (EN 1426) e “Punto di rammollimento” (EN 1427).
- prove in doppio
- In accordo alla ISO 13528 il materiale viene considerato omogeneo se lo scarto tipo intercampione è sufficiente piccolo rispetto allo scarto tipo assegnato:

$$s_s \leq 0,3 \sigma_{pt}$$

- i controlli analitici sono stati effettuati:
 - BITU-1: dal laboratorio incaricato della preparazione dei materiali
 - BITU-2: ENI S.p.A. Downstream R&D, S. Donato Milanese

Prova Interlaboratorio Bitume 2017-2018

Parametro	Metodo	UM	BITU-1	BITU-2	Valutazione della prestazione ?
Penetrazione a 25 °C	EN 1426	0,1 mm Rrel	53,3 4,5	85,8 2,0	SI (σ_{pt} della prova)
Punto di rammollimento	EN 1427	°C Rrel	49,29 1,1	45,83 1,0	SI
Punto di rottura FRAASS	EN 12593	°C Rrel	-10,2 1,4	-13,1 0,3	SI
Punto di infiammabilità	EN ISO 2592	°C Rrel	323,8 5,2	- -	NO (pochi dati o troppo dispersi)
Solubilità	EN 12592	% (m/m) Rrel	- -	- -	NO (6 dati)

Rrel: R prova / R metodo

Prova Interlaboratorio Bitume 2017-2018

Parametro	Metodo	UM	BITU-1	BITU-2	Valutazione della prestazione ?
Resistenza all'indurimento: Variazione in massa	EN 12607-1	% Rrel	-0,058 1,8	-0,055 1,1	SI
Resistenza all'indurimento: Penetrazione residua a 25 °C		% Rrel	59,6 0,7	54,1 1,1	SI
Resistenza all'indurimento: Aumento punto di rammollimento		°C Rrel	5,34 0,9	5,71 1,6	SI

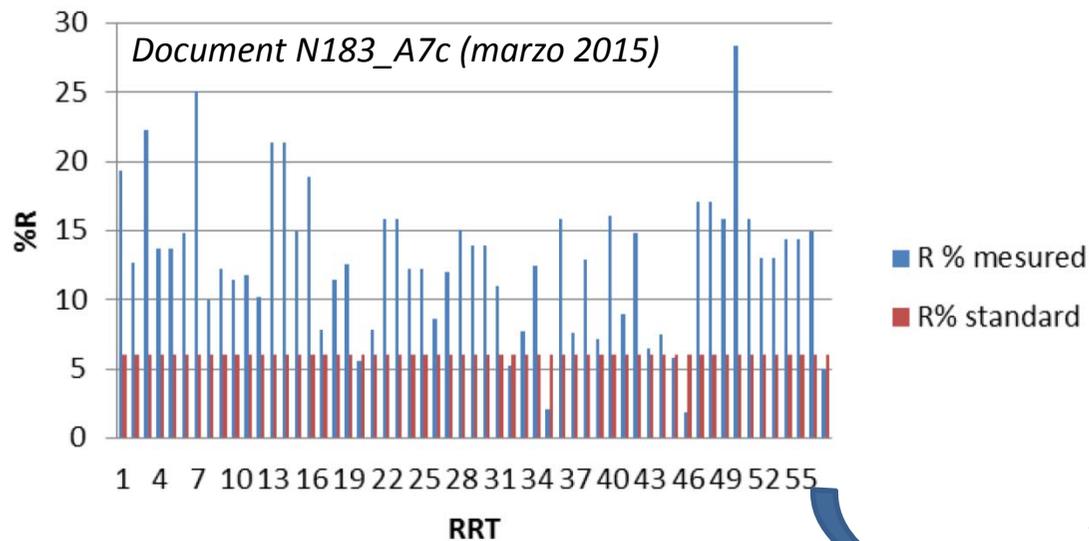
Rrel: $R \text{ prova} / R \text{ metodo}$

Prova Interlaboratorio Bitume 2017-2018

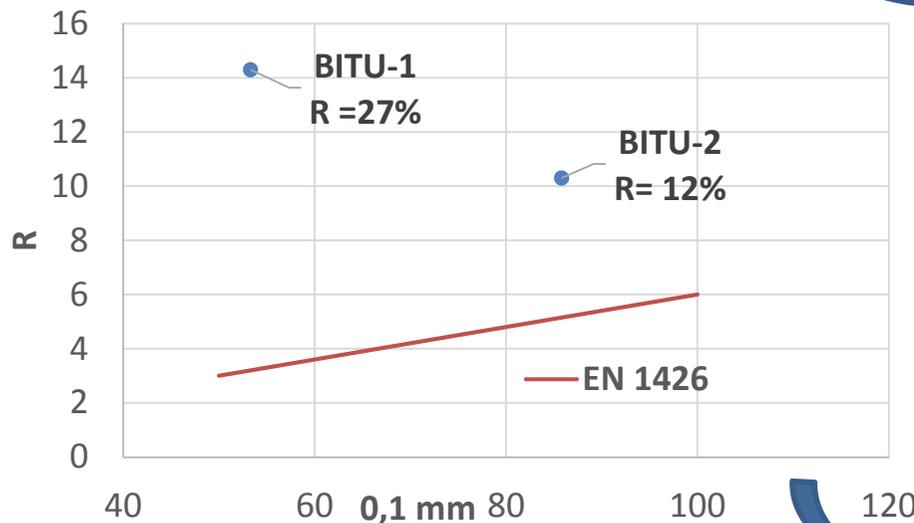
Parametro	Metodo	UM	BITU-1	BITU-2	Valutazione della prestazione ?
Viscosità dinamica a 60 °C	EN 12596	Pa s Rrel	- -	- -	NO (pochi dati)
Viscosità dinamica a 60 °C	EN 13302	Pa s Rrel	- -	- -	NO (pochi dati)
Viscosità dinamica a 60 °C	EN 13702	Pa s Rrel	- -	- -	NO (pochi dati)
Viscosità cinematica a 135 °C	EN 12595	mm ² /s Rrel	- -	- -	NO (pochi dati)
Viscosità dinamica a 135 °C	EN 13302	mPa s Rrel	- -	- -	NO (pochi dati)
Viscosità dinamica a 135 °C	EN 13702	mPa s Rrel	- -	- -	NO (pochi dati)

Rrel: R prova / R metodo

EN 1426, Confronto dati di precisione



Un' indagine condotta dal CEN/TC 336 ha messo in luce una evidente discrepanza tra i dati di Riproducibilità pubblicati e quelli realmente raggiunti in diversi PT a livello europeo: la riproducibilità effettivamente raggiungibile è 2 - 4 volte maggiore di quella prevista dalla norma stessa

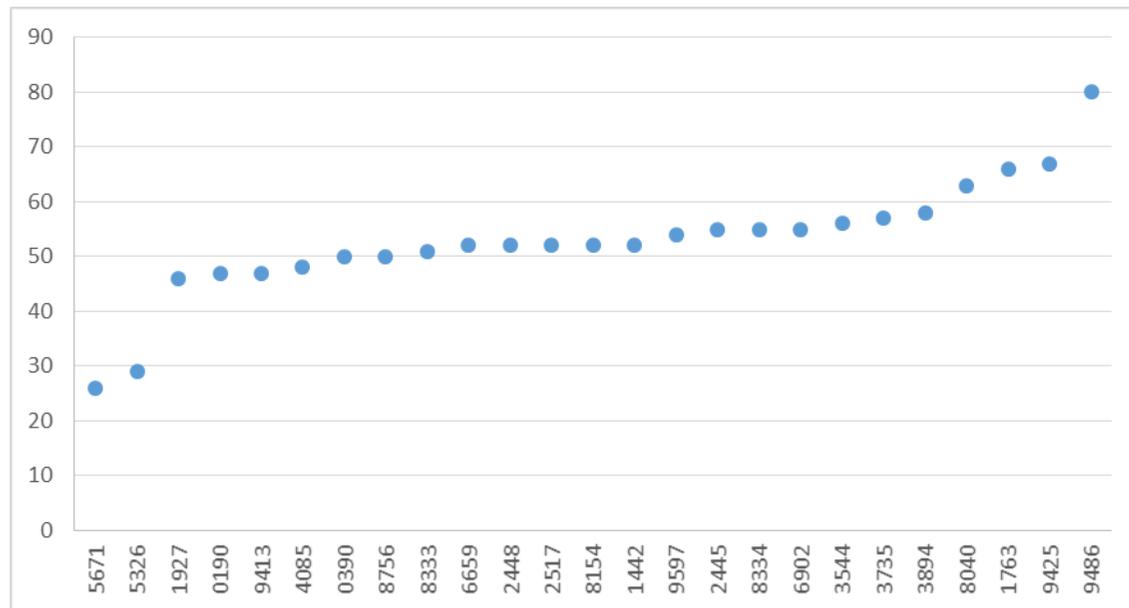


Per entrambe le prove abbiamo confermato quanto osservato a livello europeo, netto miglioramento con la BITU-2.

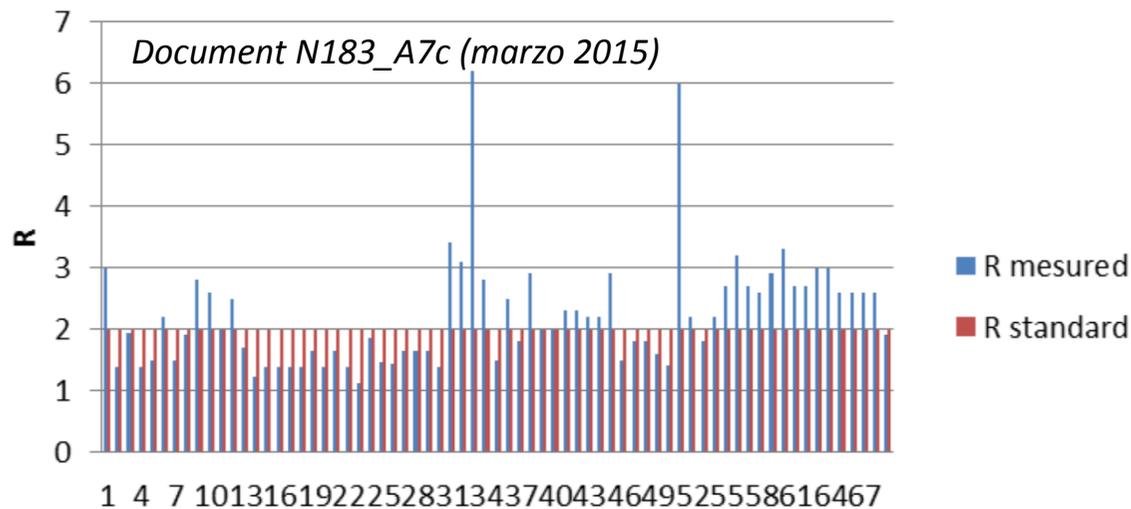
EN 1426, BITU-1

Codice	Risultato	z score	Segnale
2445	55	0,34	-
3735	57	0,74	-
9425	67	2,71	W
5671	26	-5,37	A
8040	63	1,92	-
1763	66	2,51	W
6659	52	-0,25	-
1927	46	-1,43	-
5326	29	-4,78	A
9597	54	0,15	-
3894	58	0,94	-
8333	51	-0,44	-
9486	80	5,27	A
2448	52	-0,25	-
0190	47	-1,23	-
3544	56	0,54	-
8334	55	0,34	-
0390	50	-0,64	-
2517	52	-0,25	-
8154	52	-0,25	-
8756	50	-0,64	-
6902	55	0,34	-
4085	48	-1,04	-
9413	47	-1,23	-
1442	52	-0,25	-

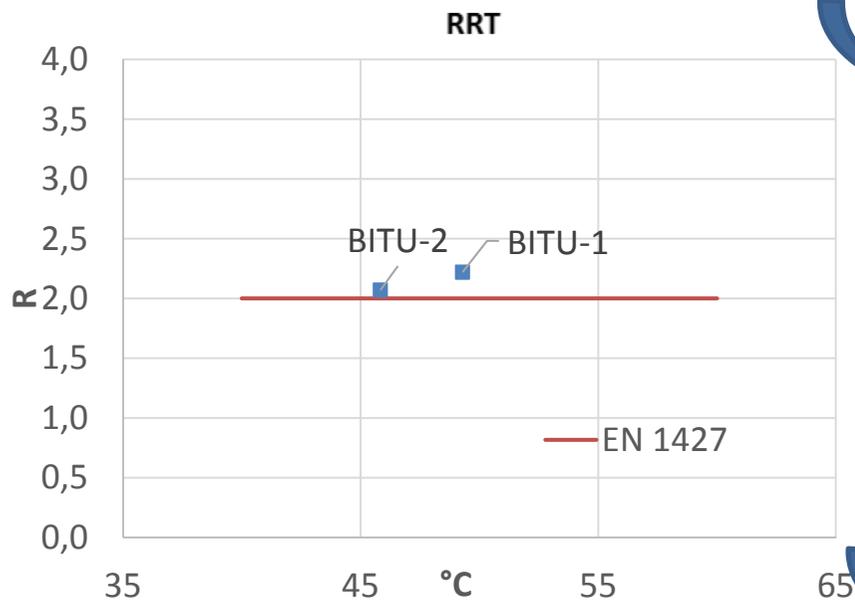
Valore assegnato, x_{pt}	53,3
Incertezza del valore assegnato, $u(x_{pt})$	1,4
Numero di risultati, p	22
Scarto tipo assegnato, σ_{pt}	5,1



EN 1427, Confronto dati di precisione



Nel caso del punto di rammollimento, la precisione osservata nei PT presi in esame è abbastanza in linea con la precisione pubblicata, anche se permangono criticità.



Per entrambe le prove abbiamo confermato quanto osservato a livello europeo.

BITU 2019

- I primi due cicli effettuati nel 2018 sono stati soddisfacenti, sia per quanto riguarda il numero di iscritti, che per la qualità dei risultati ottenuti
- Alcuni aspetti necessitano un miglioramento:
 - la conduzione delle attività subappaltate (preparazione dei materiali di prova e controlli analitici per verifiche dell'omogeneità e stabilità del materiale)
 - la percentuale di parametri elaborati
- Obiettivo 2019 è risolvere le criticità a partire dal prossimo ciclo (BITU-3), per poter estendere l'accreditamento di UNICHIM alla ISO 17043 anche per la prova BITU

BITU 2019

- Criticità: 14 parametri, di cui solo per il 43% è stato possibile effettuare l'elaborazione nei primi due cicli

Nel 2019 la prova verrà allineata ai criteri generali adottati dalla Sezione Prove Interlaboratorio di UNICHIM (analogo processo in corso su tutte le prove inerenti i prodotti petroliferi):

- dove possibile, eliminare l'associazione parametro/metodo aggregando i risultati in un unico set di dati;
- di conseguenza definire un metodo di riferimento per la valutazione della prestazione, ovvero per la definizione dello scarto tipo assegnato (σ_{pt}) ed eventualmente per la definizione del valore assegnato (x_{pt});
- se non è disponibile uno scarto tipo del metodo di riferimento, definire uno scarto tipo per percezione oppure ricavarlo dai dati dei cicli precedenti (non utilizzare lo scarto tipo della prova).

BITU 2019

PARAMETRO	METODO
PENETRAZIONE A 25 °C	EN 1426
PUNTO DI RAMMOLLIMENTO	EN 1427
PUNTO DI ROTTURA FRAASS	EN 12593
PUNTO DI INFIAMMABILITÀ	EN ISO 2592
SOLUBILITÀ	EN 12592
RESISTENZA ALL'INDURIMENTO - VARIAZIONE IN MASSA - PENETRAZIONE RESIDUA A 25 °C - AUMENTO PUNTO DI RAMMOLLIMENTO	EN 12607-1
VISCOSITÀ DINAMICA A 60 °C	EN 12596 EN 13302 EN 13702
VISCOSITÀ CINEMATICA A 135 °C	EN 12595
VISCOSITÀ DINAMICA A 135 °C	EN 13302 EN 13702

Verranno aggregati i risultati in un unico set di dati

Il metodo di riferimento per la valutazione della prestazione, verrà indicato nel file ISTRU, in ogni caso la problematica è relativa in quanto:

- per le viscosità dinamiche a 135°C le riproducibilità dei due metodi sono uguali (15%)
- per le viscosità dinamiche a 60°C le riproducibilità dei tre metodi sono molto simili (12-15%)

Simulazione aggregazione, viscosità dinamica a 135 °C

EN 13302

Codice	Risultato	z score	Segnale
0175	294	-	-
1895	316	-	-
4042	325	-	-
2435	242	-	-
7320	280	-	-
0317	0,320	-	-
0795	305	-	-
5124	290	-	-

EN 13702

Codice	Risultato	z score	Segnale
3400	270	-	-
0175	445	-	-
1895	309	-	-
8702	260	-	-
5041	275	-	-
9102	0,410	-	-

Codice	Risultato	z' score	Segnale
3400	270	-1,01	-
0175	294	0,26	-
1895	316	1,42	-
4042	325	1,90	-
2435	242	-2,49	W
8702	260	-1,54	-
7320	280	-0,48	-
0317	320	1,64	-
0795	305	0,84	-
5124	290	0,05	-
5041	275	-0,75	-
9102	410	6,40	A

Nota: dati BITU-2, sono stati volutamente corretti i dati espressi con un'unità di misura diversa da quella richiesta

BITU 2019

Tempistica

Apertura iscrizioni: inizio marzo

Chiusura iscrizioni: fine marzo

Prova	Ricezione campioni	Trasmissione risultati	Emissione RdP
BITU-3	Inizio maggio	fine maggio	fine giugno
BITU-4	inizio settembre	fine settembre	fine ottobre

BITU 2019

- Aggiunta la determinazione della densità secondo il metodo EN 15326
- Aggiunta la EN 14770:2012 - Determinazione del modulo complesso di elasticità e dell'angolo di fase - Reometro dinamico di elasticità/scorrimento (DSR)
- In occasione del secondo ciclo verrà distribuito anche un bitume modificato come prodotto di “test” al di fuori della prova ufficiale UNICHIM: verrà poi aggiunto in modo formale nel 2020.

Pianificazione prova 2019

Bitume modificato

PARAMETRO	METODO
PENETRAZIONE A 25 °C	EN 1426
PUNTO DI RAMMOLLIMENTO	EN 1427
PUNTO DI ROTTURA FRAASS	EN 12593
PUNTO DI INFIAMMABILITÀ	EN ISO 2592
PROVA A CICLI RIPETUTI A CARICO COSTANTE E RECUPERO (MSCRT)	EN 16659
PUNTO DI INFIAMMABILITÀ	EN ISO 2592
RESISTENZA ALL'INDURIMENTO (VARIAZIONE IN MASSA)	EN 12607-1
CARATTERISTICHE A TRAZIONE DEL BITUME MODIFICATO ("FORCE DUCTILITY")	EN 13589
RITORNO ELASTICO DI UN BITUME MODIFICATO	EN 13398
STABILITÀ ALLO STOCCAGGIO DI BITUMI MODIFICATI	EN 13399

Per ulteriori informazioni

Davide Faedo

Tel. 02 8515 3516

davide.faedo@mi.camcom.it

www.innovhub-ssi.it