



JACEK BORATYŃSKI

EUROVIA POLSKA S.A.
jacek.boratyński@eurovia.pl



ARTUR KOSTRZEWA

EUROVIA POLSKA S.A.
artur.kostrzewa@eurovia.pl



PIOTR PRZEDPEŁSKI

EUROVIA POLSKA S.A.
piotr.przedpelski@eurovia.pl

B_{\min} w mieszankach mineralno-asfaltowych oraz dokładność oznaczania lepiszcza rozpuszczalnego metodą ekstrakcji

Od momentu wprowadzenia do stosowania w Polsce Norm Europejskich serii PN-EN 13108-x oraz PN-EN 12697-x, nie ustalono definicji określającej co to jest minimalna zawartość lepiszcza B_{\min} . Wspomniane normy nie zawierają precyzyjnego określenia, co należy rozumieć i jak należy określać tę właściwość. Wymagania Techniczne WT-2 (zarówno wydanie 2008 jak i 2010), również nie zawierały takiej definicji, co prowadziło i nadal prowadzi do licznych nieporozumień, najczęściej w trakcie oceny produkowanych mieszanek mineralno-asfaltowych (mma). W niniejszym artykule autorzy starają się odpowiedzieć, co oznacza minimalna zawartość lepiszcza B_{\min} w świetle zapisów Norm Europejskich, jak należy interpretować to wymaganie w trakcie kontroli mma oraz które czynniki mają wpływ na określenie zawartości lepiszcza, metodą ekstrakcji, w produkowanych mma.

Minimalna zawartość lepiszcza B_{\min} w świetle zapisów Norm Europejskich

Norma PN-EN 13108-1 [7] w punkcie 5.31.3 Zawartość lepiszcza stanowi:

„Minimalną zawartość lepiszcza w składzie docelowym należy wybrać z kategorii podanych w tabeli 13. Wymagania dotyczące lepiszcza należy skorygować, mnożąc przez współczynnik:

$$\alpha = 2,650/\rho_a$$

w którym:

ρ_a – pozorny ciężar właściwy w megagramach na metr sześcienny (Mg/m^3), określony na podstawie średniej ważonej całej frakcji kruszywowej zgodnie z EN 1097-6

UWAGA: Zawartość lepiszcza obejmuje również lepiszcze w destrukcie asfaltowym i asfalt naturalny, jeżeli są stosowane.”

Z tego zapisu wynika, że podana w wymaganiach zawartość minimalna lepiszcza B_{\min} dotyczy mieszanki mineralnej o gęstości $2,650 \text{ Mg}/\text{m}^3$.

Producent mma musi deklarować zawartość lepiszcza B_{\min} obliczoną z zastosowaniem współczynnika korekcyjnego α .

Z przytoczonego powyżej zapisu normy nie wynika jednak czy chodzi o lepiszcze zadozowane wagowo w trakcie produkcji, czy może o lepiszcze rozpuszczalne, które uda się określić metodą ekstrakcji w trakcie kontroli produkcji. Z wartej na końcu zdania uwagi dowiadujemy się, że jeżeli producent stosuje jakiegokolwiek dodatki zawierające lepiszcze, np. granulaty asfaltowy, asfalt naturalny, stabilizator mastyksu w postaci granulatu z lepiszczem asfaltowym, powinien uwzględnić wprowadzaną z dodatkiem ilość lepiszcza w deklarowanym składzie docelowym. Również w tym przypadku nie wiemy jak należy określić zawartość lepiszcza w dodatkach. Lepiszcz wprowadzane z dodatkami możemy oznaczyć różnymi metodami:

- na podstawie ekstrakcji lepiszcza przy pomocy rozpuszczalników organicznych,
- metoda spalania,
- na podstawie składu procentowego podanego przez producenta (w przypadku np.: stabilizatora mastyksu),
- inną metodą analityczną.

W celu znalezienia odpowiedzi na pytanie „jak prawidłowo deklarować zawartość lepiszcza B_{\min} ?” autorzy artykułu postanowili prześledzić zapisy innych powiązanych norm serii PN-EN 12697-x i PN-EN 13108-x.

Istotne wskazówki w definicjach sposobów deklarowania składu mma znajdujemy w normie PN-EN 13108-1.

Punkt „3.1.10 wejściowy skład mieszanki – przedstawienie składu pod względem materiałów składowych, krzywej uziarnienia i procentowej zawartości lepiszcza w stosunku do mieszanki mineralno-asfaltowej.

UWAGA: zazwyczaj będzie to wynik walidacji projektu laboratoryjnego mieszanki.”

Punkt „3.1.11 wyjściowy skład mieszanki – przedstawienie składu mieszanki pod względem materiałów składowych, uśrednionych wyników uziarnienia oraz zawartość lepiszcza rozpuszczalnego (*podkreślenie autorów*), oznaczonego laboratoryjnie.

UWAGA: zazwyczaj będzie to wynik walidacji produkcji.”

Na podstawie treści powyższych punktów można wywnioskować, że sposób określania zawartości lepiszcza uzależniony jest od sposobu deklarowania składu mieszanki i sposobu walidacji w procesie badania typu wg normy PN-EN 13108-20 [10].

Zgodnie z zapisami normy [10] przewidziano trzy rodzaje przeprowadzenia walidacji mieszanki:

1. walidację laboratoryjną,
2. walidację produkcyjną,
3. walidację mieszaną.

Określenie zawartości B_{\min} w badaniu typu przeprowadzonym metodą walidacji laboratoryjnej

Sposób postępowania w metodzie walidacji laboratoryjnej polega na:

1. opracowaniu teoretycznej recepty laboratoryjnej mieszanki mineralnej (mm) na podstawie przesiewów kruszyw, stosując obliczenia matematyczne w celu uzyskania krzywej uziarnienia mm mieszczącej się między punktami granicznymi.
2. wykonaniu serii zarobów laboratoryjnych z różną zawartością asfaltu i określeniu cech objętościowych (zawartość wolnych przestrzeni, wolna przestrzeń niewypełniona lepiszczem, wypełnienie wolnych przestrzeni lepiszczem) wytworzonych mma.
3. wykonaniu serii testów właściwości funkcjonalnych zaprojektowanej mma w celu wykazania zgodności zaprojektowanej mma z wymaganiami specyfikacji technicznej.
4. opracowaniu sprawozdania z badania typu z podaniem **składu wejściowego** mma.

Przy zastosowaniu metody walidacji laboratoryjnej w badaniu typu, deklarowanie zawartości lepiszcza B_{\min} polega na podaniu kategorii zawartości lepiszcza, które byłoby zadozowane do mm o gęstości referencyjnej 2,65 Mg/m³. W przypadku, gdy gęstość mm jest inna niż 2,65 Mg/m³, producent deklaruje kategorię B_{\min} , obliczoną z zastosowaniem współczynnika korekcyjnego α . Na przykład, jeżeli zadozowano do mma 4,6%(m/m) lepiszcza, ale gęstość mm wynosi 3,00 Mg/m³ to współczynnik korekcyjny α wynosi 0,88 (2,65/3,00). Produkowana mma w takim przypadku spełnia wymagania kategorii $B_{\min} = 5,2$ (5,2*0,88 = 4,58%(m/m)) i taka kategoria powinna być deklarowana w deklaracji właściwości użytkowych wyrobu. Brytyjski dokument aplikacyjny [5] w punkcie 4.3 „Binder content”, podaje wzór na obliczanie deklarowanej w deklaracji CE zawartości lepiszcza B_{\min} :

$$B_{\min \text{ declared}} = \frac{\rho_b \times B_{\min \text{ target}}}{2,650} \quad (1)$$

w którym:

ρ_b – oznaczona gęstość mieszanki mineralnej, w Mg/m³, zgodnie z normą EN 1097-6

$B_{\min \text{ target}}$ – zadozowana zawartość lepiszcza.

Dla przykładu opisanego powyżej obliczenie deklarowanego przez producenta B_{\min} wyglądałoby następująco:

$$B_{\min \text{ declared}} = \frac{3,00 \times 4,6}{2,650} = 5,2 \quad (2)$$

Kategorie zawartości lepiszcza podane są w normie [9], co 0,2%(m/m), tak więc jeżeli zawartość lepiszcza wynosiła np.: 5,2%(m/m) producent deklaruje kategorię $B_{\min} = 5,2$ (m/m) (do mm o gęstości 2,65 Mg/m³), jeżeli natomiast zadozowana ilość wynosiła 5,3%(m/m) (do mm o gęstości 2,65 Mg/m³) należy zadeklarować również zawartość lepiszcza wynikają-

cą z kategorii $B_{\min} = 5,2$ (m/m), albo z kategorii $B_{\min} = 5,4$ (m/m).

Należy zaznaczyć, że producent deklaruje prowadzenie procesu produkcji przy ustawieniu nie mniejszym niż deklarowana zawartość lepiszcza. Stosowanie w produkcji dodatków w postaci granulatu asfaltowego, asfaltu naturalnego, stabilizatora z dodatkiem lepiszcza itp. będzie stanowiło problem w precyzyjnym określeniu lepiszcza wprowadzanego z dodatkiem. Należy dążyć do określenia ilości lepiszcza w dodatku jak najdokładniejszą metodą. Deklarując zawartość B_{\min} w produkowanej mma, uwzględniać należy odchyłki lepiszcza zawartego w dodatku, które mogą mieć wpływ na ogólną sumaryczną zawartość lepiszcza w finalnej mma.

Zadeklarowana zawartość lepiszcza B_{\min} w badaniu typu przeprowadzonego metodą walidacji laboratoryjnej jest zawartością lepiszcza zadozowanego wagowo do mieszanki mineralnej, w postaci lepiszcza podstawowego jak również lepiszcza wprowadzonego z dodatkami.

Należy podkreślić, że zawartość ta nie jest równoznaczna z ilością lepiszcza rozpuszczalnego, określonego metodą ekstrakcji na próbce wyprodukowanej mma. Właściwą metodą weryfikacji i określenia ilości zadozowanego lepiszcza może być między innymi wydruk z rejestratora wagi lepiszcza na wytwórni mieszanek mineralno-asfaltowych (wmma).

Wagi lepiszcza montowane w wmma są urządzeniami o dużej dokładności i muszą być wyposażone w świadectwa wzorcowania, wskazujące takie cechy jak błąd ważenia, rozrzut i niepewność rozszerzoną.

Przykład świadectwa wzorcowania wagi lepiszcza w wytwórni mma pokazuje fot. 1.

Przykład świadectwa wzorcowania wagi kruszywa w wytwórni mma pokazuje fot. 2.

Na podstawie danych opisanych w świadectwie wzorcowania, można oszacować dokładność dozowania lepiszcza do mieszanki mineralnej, a tym samym oznaczyć tolerancję zawartości lepiszcza w mma w trakcie produkcji w wytwórni.

Tabela 1. Przykład obliczonej dokładności dozowania lepiszcza do mieszanki mineralnej w wytwórni mma

Wielkość zarobu	2000 kg
Ustawienie wagi lepiszcza	92,0 kg (4,6%(m/m) w stosunku do mma)
Niepewność rozszerzona przy k = 2 (poziom ufności 95%) dla wagi lepiszcza	± 0,082 kg
Przedział rzeczywistych wartości dla ustawienia wagi lepiszcza 92,0 kg (poziom ufności 95%)	od 91,918 kg do 92,082 kg
Ustawienie wagi kruszywa	1908,0 kg
Niepewność rozszerzona przy k = 2 (poziom ufności 95%) dla wagi kruszywa	± 8,2 kg
Przedział rzeczywistych wartości dla ustawienia wagi kruszywa 1908 kg (poziom ufności 95%)	od 1899,8 kg do 1916,2 kg
Przedział rzeczywistej zawartości lepiszcza w mma przy uwzględnieniu odchyłek wag lepiszcza i kruszywa w zarobie 2000 kg	od 4,58%(m/m) do 4,62%(m/m)

LABORATORIUM WZORCUJĄCE
FIRMY
GDAŃSKIE USŁUGI METROLOGICZNE Spółka z o.o.
ul. Zaczna 31, 80-283 Gdańsk
tel/fax +48 58 341-71-94 www.gum.com.pl

ŚWIADECTWO WZORCOWANIA

Data wydania: 26 marca 2012r. Nr świadectwa Gum/012.2/12 Strona 1/2

PRZEDMIOT WZORCOWANIA Wytwórnia Masy Bitumicznej; producent: AMMANN; znak fabryczny: AED9101A-AI; nr fabryczny: 93699; nr ewidencyjny: waga bitum.
Charakterystyka wagi:
Max 165 kg
Min 2 kg
d = 0,1 kg

ZGŁASZAJĄCY Eurovia Polska S.A 55-040 Kobierzyce, ul. Szwedzka 5

UŻYTKOWNIK Eurovia Polska S.A WMB TORUŃ 87-100 Toruń, ul. Równinna 34

METODA WZORCOWANIA IW/01 - "Wzorcowanie wag nieautomatycznych" z dnia 12.02.2009 r. wyd. 3.


WARUNKI ŚRODOWISKOWE Temperatura { 9,1 + 9,4 } °C
Wilgotność { 63,3 + 64,2 } %

DATA WYKONANIA WZORCOWANIA 21 marca 2012r.

SPÓJNOŚĆ POMIAROWA Wyniki wzorcowania wagi zostały odniesione do państwowego wzorca jednostki miary masy stosując:
wzorce masy 8 x 25kg nr fabr.: 001 do 006, oraz od 1g do 500g nr fabr.: 040/05

WYNIKI WZORCOWANIA Podano na stronie 2 niniejszego świadectwa wraz z wartościami niepewności pomiaru.

NIEPEWNOŚĆ POMIARU Niepewność pomiaru została określona zgodnie z dokumentem EA-4/02. Podane wartości niepewności stanowią niepewności rozszerzone przy poziomie ufności 95% i współczynniku rozszerzenia k = 2

 Kierownik Laboratorium
mgr inż. Bogdan Siemieniuk

Niniejsze świadectwo może być kopiowane tylko w całości

ŚWIADECTWO WZORCOWANIA wydane przez: Laboratorium Wzorujące firmy Gdańskie Usługi Metrologiczne Sp. z o.o. ul. Zaczna 31, 80-283 Gdańsk

Data wydania: 26 marca 2012r. Nr świadectwa Gum/012.2/12 Strona 2/2

WYNIKI WZORCOWANIA Wyniki przeprowadzonego wzorcowania przedstawiono poniżej:

Obciążenie	Błąd (max)	Max rozrzut	Niepewność rozszerzona przy k=2
m	g	R max	g
0	0,009	0,000	0,082
50	0,000	0,000	0,082
75	0,001	0,000	0,082
100	0,000	0,000	0,082
125	-0,020	0,000	0,082
150	-0,019	0,000	0,082

Wykonała: *Siemieniuk*
Maciej Siemieniuk

Sprawdził: *Siemieniuk*
mgr inż. Bogdan Siemieniuk

Fot. 1. Przykład świadectwa wzorcowania wagi lepszczą wytwórni mieszanek mineralno-asfaltowych (fot. J. Boratyński)

LABORATORIUM WZORCUJĄCE
FIRMY
GDAŃSKIE USŁUGI METROLOGICZNE Spółka z o.o.
ul. Zaczna 31, 80-283 Gdańsk
tel/fax +48 58 341-71-94 www.gum.com.pl

ŚWIADECTWO WZORCOWANIA

Data wydania: 26 marca 2012r. Nr świadectwa Gum/012.1/12 Strona 1/2

PRZEDMIOT WZORCOWANIA Wytwórnia Masy Bitumicznej; producent: AMMANN; znak fabryczny: AED9101A-AI; nr fabryczny: 90814; nr ewidencyjny: waga kruszywa.
Charakterystyka wagi:
Max 2000 kg
Min 20 kg
d = 10 kg

ZGŁASZAJĄCY Eurovia Polska S.A 55-040 Kobierzyce, ul. Szwedzka 5

UŻYTKOWNIK Eurovia Polska S.A WMB TORUŃ 87-100 Toruń, ul. Równinna 34

METODA WZORCOWANIA IW/01 - "Wzorcowanie wag nieautomatycznych" z dnia 12.02.2009 r. wyd. 3.


WARUNKI ŚRODOWISKOWE Temperatura { 8,8 + 9,3 } °C
Wilgotność { 62,0 + 64,4 } %

DATA WYKONANIA WZORCOWANIA 21 marca 2012r.

SPÓJNOŚĆ POMIAROWA Wyniki wzorcowania wagi zostały odniesione do państwowego wzorca jednostki miary masy stosując:
wzorce masy 56 x 25kg nr fabr.: 001 do 056, oraz od 1kg do 5kg nr fabr.: 131/05

WYNIKI WZORCOWANIA Podano na stronie 2 niniejszego świadectwa wraz z wartościami niepewności pomiaru.

NIEPEWNOŚĆ POMIARU Niepewność pomiaru została określona zgodnie z dokumentem EA-4/02. Podane wartości niepewności stanowią niepewności rozszerzone przy poziomie ufności 95% i współczynniku rozszerzenia k = 2

 Kierownik Laboratorium
mgr inż. Bogdan Siemieniuk

Niniejsze świadectwo może być kopiowane tylko w całości

ŚWIADECTWO WZORCOWANIA wydane przez: Laboratorium Wzorujące firmy Gdańskie Usługi Metrologiczne Sp. z o.o. ul. Zaczna 31, 80-283 Gdańsk

Data wydania: 26 marca 2012r. Nr świadectwa Gum/012.1/12 Strona 2/2

WYNIKI WZORCOWANIA Wyniki przeprowadzonego wzorcowania przedstawiono poniżej:

Obciążenie	Błąd (max)	Max rozrzut	Niepewność rozszerzona przy k=2
m	g	R max	g
0	0,0	0,0	8,2
200	0,0	0,0	8,2
400	-1,0	0,0	8,2
600	-1,0	0,0	8,2
800	-1,0	0,0	8,2
1000	-1,0	0,0	8,2
1200	-2,0	0,0	8,2
1400	-2,0	0,0	8,2

Wykonała: *Siemieniuk*
Maciej Siemieniuk

Sprawdził: *Siemieniuk*
mgr inż. Bogdan Siemieniuk

Fot. 2. Przykład świadectwa wzorcowania wagi kruszywa wytwórni mieszanek mineralno-asfaltowych (fot. J. Boratyński)

Jak wynika z powyższego przykładu, nowoczesne wytwórnie wyposażone w stale kalibrowane i kontrolowane wagi pozwalają dozować materiały składowe w sposób bardzo precyzyjny, szczególnie dotyczy to lepiszcza, którego dokładność dozowania do dwutonowego zarobu odbywa się z tolerancją $\pm 0,02\%$ (m/m) założonej wartości lepiszcza w mma. Dzięki tak dużej dokładności, wystarczającym narzędziem kontroli zawartości lepiszcza w mma mógłby być wydruk z rejestratora wytwórni mma, w którym podany wynik będzie obarczony wielokrotnie mniejszym błędem niż określanie lepiszcza metodą ekstrakcji.

Określenie zawartości B_{\min} w badaniu typu przeprowadzonym metodą walidacji produkcyjnej

Sposób postępowania w metodzie walidacji produkcyjnej:

1. Opracowanie teoretycznej recepty laboratoryjnej mieszanki mineralnej (mm) na podstawie przesiewów kruszyw, stosując obliczenia matematyczne w celu uzyskania orientacyjnej krzywej uziarnienia mm mieszczącej się między punktami granicznymi.
2. Wykonanie serii zarobów laboratoryjnych z różną zawartością asfaltu i wstępne określenie cech objętościowych (zawartość wolnych przestrzeni, wolna przestrzeń niewypełniona lepiszczem, wypełnienie wolnych przestrzeni lepiszczem) wytworzonej mma.

UWAGA: Punkty 1 i 2 można pominąć, jeżeli przeprowadza się ponowną walidację wstępnego badania typu po okresie ważności (5 lat wg PN-EN 13108-20), kiedy skład jest ustalony i sprawdzony, a głównym celem jest sprawdzenie deklarowanych właściwości mma. Ma to również zastosowanie wtedy, gdy producent korzysta z archiwalnych recept laboratoryjnych o sprawdzonym składzie i właściwościach mma.

3. Przeliczenie recepty laboratoryjnej z wybraną zawartością lepiszcza na receptę roboczą, zgodnie z zestawem sit stosowanych w sortowniku docelowej wytwórni mma.
4. Wykonanie zarobu w wytwórni mma.
5. Pobranie serii próbek mma do określenia zawartości lepiszcza i uziarnienia.
6. Oznaczenie w laboratorium wytwórni mma na serii próbek zawartości lepiszcza i uziarnienia, stosując metodę ekstrakcji.
7. Rozłożenie na przygotowanym placu i zagęszczenie mma przy zastosowaniu sprzętu używanego na budowie.
8. Pobranie próbek zagęszczonej mma, w postaci wyciętych płyt i/lub odwierconych rdzeni, do oznaczenia cech objętościowych (zawartość wolnych przestrzeni, wolna przestrzeń niewypełniona lepiszczem, wypełnienie wolnych przestrzeni lepiszczem) oraz przeprowadzenia badań właściwości funkcjonalnych wyprodukowanej i zagęszczonej mma.
9. Opracowanie sprawozdania z badania typu z podaniem składu wyjściowego mma.

W zastosowanej do badania typu walidacji produkcyjnej, określenie zawartości lepiszcza B_{\min} polega na deklarowaniu, określonej metodą ekstrakcji, ilości lepiszcza rozpuszczalnego.

Ilość lepiszcza rozpuszczalnego oznaczonego metodą ekstrakcji nie jest tożsama z ilością lepiszcza zadozowanego do produkcji mma.

Dokładność określania zawartości lepiszcza rozpuszczalnego metodą ekstrakcji

Przy oznaczaniu zawartości lepiszcza rozpuszczalnego metodą ekstrakcji należy mieć świadomość, które czynniki i w jakim stopniu mają wpływ na uzyskany wynik. Jest to bardzo istotne, ponieważ w codziennej praktyce bardzo często zdarza się, że producenci mma są niesłusznie posądzeni o dozowanie lepiszcza poniżej deklarowanych ilości. Bardzo często dopiero dogłębna analiza statystyczna wielu wyników ekstrakcji mma umożliwi w miarę dokładne oszacowanie ilości lepiszcza w badanej mma.

Do czynników mających największy wpływ na wynik oznaczenia lepiszcza rozpuszczalnego metodą ekstrakcji należy zaliczyć:

- pobór próbki do ekstrakcji,
- wydzielenie próbki laboratoryjnej,
- zdolność lepiszcza do wyekstrahowania z mma,
- temperatura, czas i intensywność prowadzenia procesu ekstrakcji lepiszcza z mma,
- rozpuszczalność lepiszcza w rozpuszczalniku.

W dalszej części artykułu zostaną omówione powyższe czynniki oraz ich wpływ na wynik badania zawartości lepiszcza rozpuszczalnego.

Zdolność lepiszcza do wyekstrahowania z mma

W pierwszej kolejności konieczne jest znalezienie odpowiedzi na pytanie, jak normy serii PN-EN-x definiują lepiszcze rozpuszczalne.

Zgodnie z definicjami podanymi w normie [7]:

- zawartość lepiszcza rozpuszczalnego jest to „ilość lepiszcza w próbce nie zawierającej wody i dająca się wyekstrahować z tej próbki, wyrażona w procentach masy”.
- zawartość lepiszcza nierozpuszczalnego jest to „ilość lepiszcza, która pozostaje na ziarnach kruszywa po ekstrakcji, wyrażona w procentach masy”.

Jak wynika z powyższych definicji, co potwierdza również praktyka, nie całe lepiszcze zawarte w mma ulega wyekstrahowaniu. Część lepiszcza zostaje rozpuszczona, ale część lepiszcza pozostaje uwięziona w mikroporach kruszywa.

Ilość lepiszcza zaabsorbowanego przez kruszywo można oznaczyć wg metody opisanej w normie [12] Załącznik B. Z tego załącznika możemy również uzyskać kilka istotnych informacji na temat absorpcji lepiszcza przez kruszywo:

- „Kruszywo jest uznane za nieporowate i nieabsorbcyjne, jeżeli jego porowatość jest mniejsza niż 0,5% (v/v).”
- „Kruszywo jest uznane za nieabsorbcyjne, jeżeli jego porowatość mieści się między 0,5% (v/v) a 1,5% (v/v)...”
- „Doświadczenie potwierdza, że przeciętna objętościowa absorpcja lepiszcza wynosi 1/3 objętości zewnętrznych (dostępnych) porów w kruszywie. Oznacza to, że porowatość rzędu 1,5% (v/v) będzie powodowała maksymalną absorpcję lepiszcza około 0,5% (v/v) lub 0,2% (m/m).”
- „Kruszywo jest uznane za absorbcyjne jeżeli jego porowatość przekracza 1,5% (v/v).”

Przykład absorpcji lepiszcza przez kruszywo przedstawia fot. 3.



Fot. 3. Absorpcja lepiszcza przez kruszywo w mma (fot. J. Boratyński)

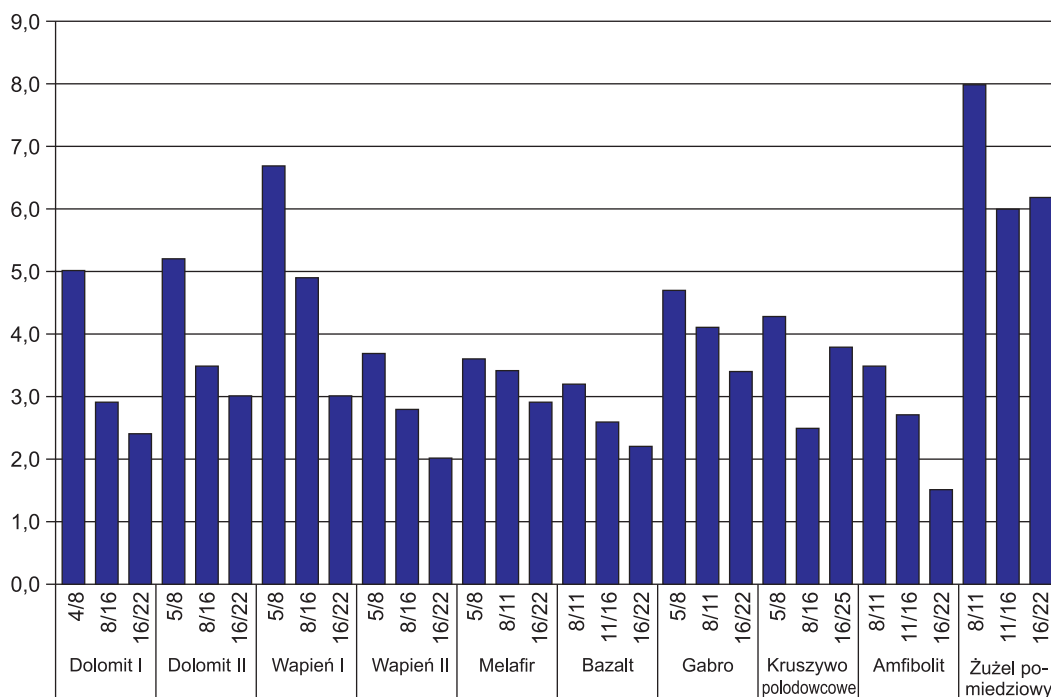
W Laboratorium Regionalnym EUROVIA POLSKA S.A. w Warszawie przeprowadzono badania porowatości kruszyw stosowanych powszechnie w Polsce do produkcji mma.

Wyniki zaprezentowano na rysunku 1.

Wyniki z przeprowadzonych badań kruszywa z jednego złoża wykazują różną porowatość w zależności od wielkości frakcji. Zaobserwowano pewną zależność porowatości od wielkości frakcji kruszywa. Im większa frakcja kruszywa, tym mniejsza porowatość. Zależność ta nie potwierdza się w odniesieniu do kruszywa sztucznego z żużli pomiedziowych i kruszywa polodowcowego.

Porowatość kruszyw mieści się w następujących granicach:

- wapień – 2,0% do 6,7% (v/v),
- dolomity – 2,4% do 5,2% (v/v),



Rys. 1. Porowatość kruszyw stosowanych w Polsce do produkcji mma

- melafir – 2,9% do 3,6% (v/v),
- bazalt – 2,2% do 3,2% (v/v),
- gabro – 3,4% do 4,7% (v/v),
- kruszywo polodowcowe – 2,5% do 4,3% (v/v),
- amfibolit – 1,5% do 3,5% (v/v),
- żużel pomiedziowy – 6,0% do 8,0% (v/v).

Zgodnie z informacjami podanymi w PN-EN 12697-5 Załącznik B, obliczona maksymalna absorpcja lepiszcza przez kruszywo będzie się mieścić w granicach:

- wapień – 0,3% do 0,9% (m/m),
- dolomity – 0,3% do 0,7% (m/m),
- melafir – 0,4% do 0,5% (m/m),
- bazalt – 0,3% do 0,4% (m/m),
- gabro – 0,4% do 0,6% (m/m),
- kruszywo polodowcowe – 0,3% do 0,6% (m/m),
- amfibolit – 0,2% do 0,5% (m/m),
- żużel pomiedziowy – 0,8% do 1,1% (m/m).

Na podstawie powyższego przykładu można stwierdzić, że zdecydowana większość kruszyw stosowanych w Polsce będzie w różnym stopniu absorbować lepiszcze. Część lepiszcza przeniknie do wnętrza porów kruszywa, a pozostała część będzie tworzyć otoczkę asfaltową ziaren kruszywa. Zjawisko to jest powszechnie znane w Stanach Zjednoczonych i opisane w metodzie Superpave [6] jako asfalt zaabsorbowany (ang. *Absorbed Asphalt*) i asfalt efektywny (ang. *Effective Asphalt Binder*). W zależności od stopnia zaabsorbowania przez kruszywo, rodzaju lepiszcza i jego właściwości oraz warunków ekstrakcji, proces ten będzie przebiegał mniej lub bardziej efektywnie, co będzie miało bezpośredni wpływ na wielkość błędu pomiarowego.

Rozpuszczalność lepiszcza, temperatura, czas i intensywność prowadzenia procesu ekstrakcji lepiszcza z mma

Zapis normy [7] w punkcie 5.2.3.3 stanowi: „Procedura wykonywania ekstrakcji powinna zapewniać, że lepiszcze rozpuszczalne nie pozostanie na powierzchni ziaren kruszywa i w całości zostanie wyekstrahowane.

UWAGA. W pewnych przypadkach może się zdarzyć, że trudno będzie rozpuścić lepiszcze przylegające do ziaren kruszywa (patrz rozdział A.4).”

W rozdziale A.4 czytamy m.in.: „Przy oznaczaniu całkowitej zawartości lepiszcza w mieszance, zawierającego składniki nierozpuszczalne należy uwzględnić tę część asfaltu, która nie rozpuszcza się w rozpuszczalniku.”

„Zaleca się, aby część nierozpuszczalną lepiszcza oznaczono na próbce le-

piszcza, które jest stosowane do produkcji mieszanki. Zaleca się, aby rozpuszczalność lepiszcza była oznaczona według EN 12592.”

Norma [11] definiuje rozpuszczalność lepiszcza jako „część materiału, która jest rozpuszczalna w określonym rozpuszczalniku.”

W Polsce spośród rozpuszczalników stosowanych do ekstrakcji lepiszcza z mma należy w szczególności wymienić czterochloroetylen o wzorze sumarycznym C_2Cl_4 . Jest to rozpuszczalnik o łatwej dostępności, charakteryzujący się stosunkowo najmniejszym działaniem szkodliwym dla zdrowia ludzkiego, powszechnie stosowany w laboratoriach drogowych.

Jak wskazują zapisy normy [7] i co potwierdza praktyka, niecała ilość lepiszcza jest rozpuszczalna w rozpuszczalnikach. Dotyczy to szczególnie polimeroasfaltów. Rozpuszczalność lepiszcza uzależniona jest od:

- składu lepiszcza w tym rodzaju i zawartości polimerów,
- ilości rozpuszczanego lepiszcza i ilości rozpuszczalnika,
- rodzaju zastosowanego rozpuszczalnika,
- temperatury rozpuszczalnika,
- powierzchni lepiszcza, która ma kontakt z rozpuszczalnikiem, która jest dostępna dla rozpuszczalnika.

Zazwyczaj części rozpuszczalne lepiszcza stanowią ponad 99% masy lepiszcza, tak więc zawartość części nierozpuszczalnych lepiszcza nie będzie miała znaczącego wpływu na wynik oznaczenia zawartości lepiszcza w mma metodą ekstrakcji. Przykładowo w próbce o masie 1000 gramów mieszanki SMA o zawartości lepiszcza 6,0%(m/m), zawartość części nierozpuszczalnych lepiszcza będzie wynosiła około 0,06%(m/m). Choć jest to wartość nieznaczna, jednak zalicza się do składników źródeł niepewności pomiarowej oznaczania zawartości lepiszcza metodą ekstrakcji.

W oznaczaniu zawartości lepiszcza metodą ekstrakcji, szczególnie istotny wpływ na wynik pomiaru, mają warunki prowadzenia procesu.

Stopień wyekstrahowania lepiszcza z mma uzależniony jest przede wszystkim od:

- porowatości kruszywa,
- rodzaju mma,
- rodzaju lepiszcza,
- wieku mma,
- zawartości lepiszcza,
- temperatury rozpuszczalnika,
- czasu płukania rozpuszczalnikiem mma,
- grubości otoczki lepiszcza na ziarnach mma,
- powierzchni lepiszcza dostępnej dla rozpuszczalnika,
- intensywności przepływu rozpuszczalnika.

W mma lepiszcze może być absorbowane przez kruszywo w różnym stopniu, w zależności od porowatości użytego kruszywa. Najwidoczniejszym tego efektem jest zmiana barwy wypełniacza wapiennego odzyskanego po procesie ekstrakcji lepiszcza. Porównanie barwy wypełniacza wapiennego stosowanego do produkcji mma i odzyskanego w procesie ekstrakcji pokazano na fotografii 4.

Warunki prowadzenia ekstrakcji mają bardzo duży wpływ na stopień wyekstrahowania lepiszcza zaabsorbowanego przez kruszywo. Całkowite wyekstrahowanie lepiszcza z mma wymagałoby wielogodzinnego oraz intensywnego



Fot. 4. Porównanie barwy wypełniacza stosowanego do produkcji i wypełniacza odzyskanego w procesie ekstrakcji (fot. P. Przedpełski)

płukania podgrzanym rozpuszczalnikiem, co w warunkach prowadzenia stałej produkcji w wytwórni mma jest niemożliwe do spełnienia.

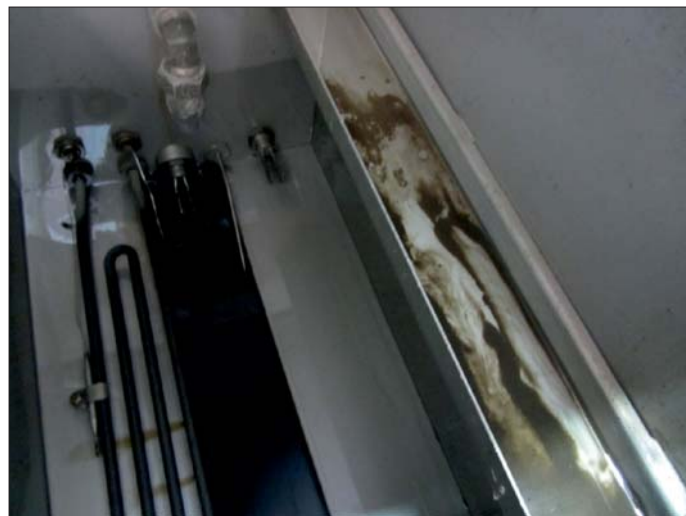
Również czas płukania rozpuszczalnikiem powinien być dostosowany do rodzaju analizowanej mma. W zależności od ilości lepiszcza oraz wypełniacza w badanej mma, proces płukania i odwirowywania wypełniacza powinien być indywidualnie dopasowany do rodzaju mma.

Mieszanki bogate w lepiszcze, jak mieszanki typu SMA, wymagają dłuższego i intensywniejszego procesu płukania niż np. mma typu beton asfaltowy. Natomiast mieszanki takie jak asfalt lany (MA) wymagają długotrwałego płukania rozpuszczalnikiem z małą intensywnością przepływu, w celu uniknięcia wyrzucania odwirowywanej frakcji wypełniaczowej, która w dużych ilościach gromadzi się w gilzie wirówki ekstraktora.

Efekt zbyt intensywnego płukania i wyrzucania z gilzy wirówki frakcji wypełniaczowej widoczny jest w postaci gromadzenia się jej w rynience doprowadzającej ekstrakt lepiszcza do kurka spustu, za pomocą którego odbiera się ekstrakt do odzysku lepiszcza. Sytuację taką prezentuje fotografia 5.

Najczęściej spotykaną sytuacją w laboratoriach drogowych jest stosowanie jednego zaprogramowanego ustawienia do wszystkich rodzajów badanych mma.

Wszystkie opisane powyżej czynniki mają istotny wpływ na końcowy wynik oznaczenia zawartości lepiszcza w mma



Fot. 5. Gromadzenie frakcji wypełniaczowej w rynience ekstraktora (fot. P. Przedpełski)

i wpływają na wielkość błędów pomiarowych. Składniki wpływają na niepewność pomiarową wynikającą ze słabych stron procedury ekstrakcji lepiszcza z mma. Należy dodać, że na wielkość błędów pomiarowych mają również bardzo duży wpływ wszelkie czynności wykonywane podczas poboru próbki reprezentatywnej w wytwórni mma lub na budowie oraz sposób wydzielenia próbki laboratoryjnej (kwartowanie), jak również metody postępowania z mma w czasie między procesami przygotowania do ekstrakcji.

Pobór próbki do ekstrakcji i wydzielenie próbki laboratoryjnej

Spośród kluczowych elementów poboru i wydzielenia próbki laboratoryjnej wpływających w największym stopniu na wynik końcowy oznaczenia lepiszcza, należy wymienić:

- metodę pobrania mma po produkcji,
- rodzaj pobieranej mma,
- wielkość próbki,
- oprzyrządowanie do poboru próbek,
- rodzaj pojemnika na próbkę,
- czas transportu do laboratorium,
- temperatura w czasie transportu,
- jeżeli istnieje konieczność – sposób i czas podgrzewania próbki przed kwartowaniem,
- oprzyrządowanie stosowane przy kwartowaniu próbki i wydzieleniu próbki laboratoryjnej.

W trakcie poboru próbki reprezentatywnej w wytwórni mma lub na budowie, jak i w trakcie wydzielenia próbki laboratoryjnej, na przyrządach oraz pojemnikach służących do pobierania i przechowywania próbek pozostaje pewna ilość mastyksu, czyli mieszaniny lepiszcza i wypełniacza. Są to ilości niewielkie, ale ponieważ składnikiem mastyksu jest w dużej mierze lepiszcze, jest to kolejny składnik, który wpływa na błąd pomiaru oznaczania zawartości lepiszcza w mma.

Pomimo coraz nowszych konstrukcji urządzeń do ekstrakcji stosowanych w laboratoriach drogowych, nie jest możliwe

wyeliminowanie wszystkich błędów mających istotny wpływ na wynik określania zawartości lepiszcza w badanej mma.

Określenie wielkości błędów pomiarowych przy oznaczaniu zawartości lepiszcza metodą ekstrakcji

W celu określenia wielkości błędów pomiarowych przy oznaczaniu zawartości lepiszcza metodą ekstrakcji, autorzy postanowili utworzyć budżet niepewności pomiarowej, uwzględniający wszystkie czynniki mające wpływ na ostateczny wynik badania. Jako badany materiał, na podstawie którego opracowano budżet niepewności cząstkowych, posłużyła próbka mieszanki SMA.

W warunkach badania założono, że próbki mma zostały pobrane prawidłowo, prawidłowo dostarczone, próbka analityczna została prawidłowo wydzielona, a proces ekstrakcji nie był zakłócony czynnikami zewnętrznymi (np. spadki napięcia sieci elektrycznej, spadek ciśnienia wody lub wzrost temperatury wody w chłodnicy skraplacza rozpuszczalnika).

W budżecie niepewności pomiarowej oznaczania zawartości lepiszcza rozpuszczalnego w metodzie ekstrakcji uwzględniono wszystkie czynniki mające wpływ na końcowe wyniki pomiaru, tj.:

- niedokładność naważania składników w wytwórni mma,
- utrata lepiszcza związana ze standardowym traktowaniem próbki od postaci próbki pojedynczej do postaci próbki analitycznej,
- spływność lepiszcza,
- części nierozpuszczalne lepiszcza,
- niedokładność ważenia próbki analitycznej.

Podczas pobierania i przygotowywania próbki mma do badania ekstrakcji pewna część lepiszcza zostaje utracona poprzez przyleganie do przyrządów (szufla/topata, pojemnik na próbkę, rozdzielacz/krzyżak do kwartowania). Na podstawie uproszczonego testu (fot. 6, 7, 8.) określono ilość mastyksu, a następnie lepiszcza traconego pozostałego na przyrządach (miska, szpatułka).



Fot. 6. Masa miski i szpatułki (fot. P. Przedpeński)



Fot. 7. Masa miski i szpatułki z próbką mma (fot. P. Przedpeński)

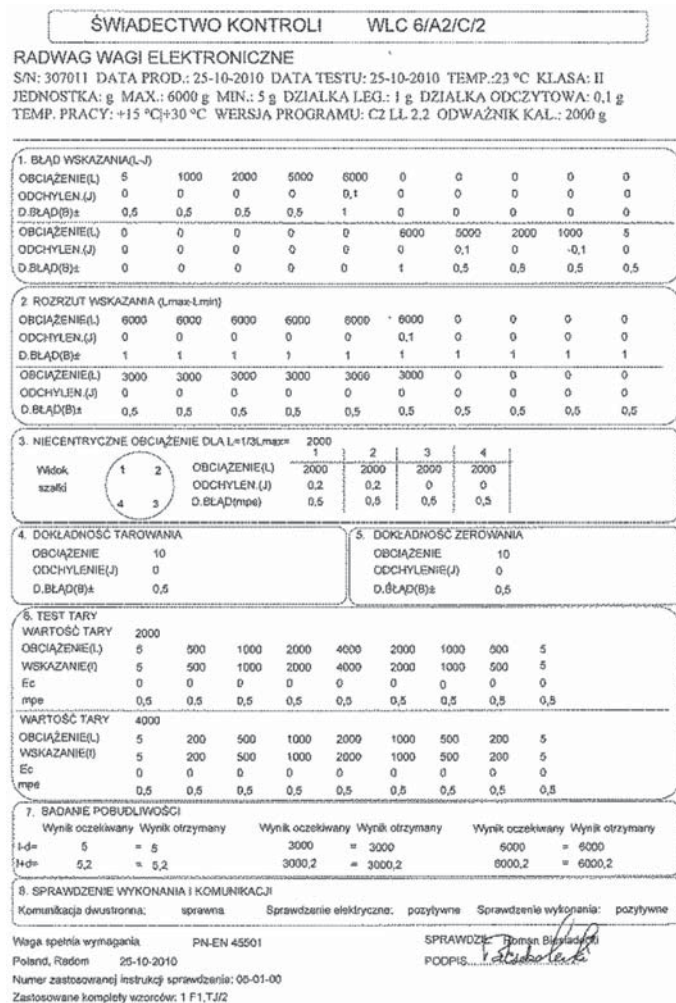


Fot. 8. Masa miski i szpatułki po usunięciu próbki mma (fot. P. Przedpeński)

W analizowanym przykładzie odnotowano utratę masy próbki mma 5,6 g. Materiałem pozostałym na przyrządach jest mastyks, w którym zawartość lepiszcza wynosi około 40%(m/m). Stąd oszacowana ilość utraconego lepiszcza z próbki została określona na 2,2 g, co w przeliczeniu na udział lepiszcza w mma daje utratę 0,2% (m/m).

Kolejnym aspektem jest utrata lepiszcza związana ze spływnością mastyksu, co jest bardzo istotne zwłaszcza przy badaniu mieszanek mastyksowo-grysowych. Zgodnie z przyjętymi wymaganiami spływność mastyksu z mieszanek SMA nie powinna przekraczać 0,3%(m/m). Efekt spływności występuje najczęściej w zakresie 0,1–0,2% masy badanej próbki (transportowanej partii) mma, co przy założeniu zawartości lepiszcza w mastyksie 40% spowoduje jego utratę w mma rzędu 0,1% (m/m).

Każde urządzenie pomiarowe, w tym wagi laboratoryjne wykorzystywane do określania mas próbek charakteryzują się pewną dokładnością [1, 2, 3, 13]. W przypadku ekstrakcji lepiszcza masy próbek powinny być określone z dokładnością 0,05%(m/m). Na fotografii 9. przedstawiono świadectwo kontroli typowej wagi laboratoryjnej z podziałką elementarną (d) 0,1 g.



Fot. 9. Przykład świadectwa kontroli wagi laboratoryjnej (fot. A. Kostrzewa)

Poniżej przedstawiono obliczenia niepewności (u_w) pomiaru masy (1000 g) przy zastosowaniu ww. wagi przy uwzględnieniu wszystkich elementów na niego wpływających, tj.:

- powtarzalność wskazań wagi określona jako odchylenie standardowe (s) kilku serii pomiarów,
- niepewność działki elementarnej wagi określona jako $\frac{d}{2\sqrt{3}}$ gdzie „d” to działka odczytowa wagi,
- błąd wskazania wagi określona jako $\frac{b}{\sqrt{3}}$, w którym „b” to błąd wskazania,
- niepewność wyznaczenia błędów wskazań wagi określona jako $\frac{s}{2}$.

$$u_w = \sqrt{s^2 + \frac{d^2}{2\sqrt{3}} + \frac{b^2}{\sqrt{3}} + \frac{s^2}{2}} = \pm 0,3g \Rightarrow \text{dokładność rozpa-}$$

trywanej wagi wynosi 0,03%(m/m) (3)

Niepewność rozszerzoną analizowanej wagi obliczono na podstawie wzoru:

$$U_w = k \cdot u_w = 2 \cdot 0,3g = \pm 0,6g \quad (4)$$

w którym:

k – współczynnik rozszerzenia (k = 2 co odpowiada poziomowi ufności 95%)

W tabeli 2. zastawiono przykład przedziału zawartości lepiszcza w mma przy uwzględnieniu niedokładności ważenia próbki analitycznej.

Tabela 2. Przedział zawartości lepiszcza w próbce mma uwzględniający niedokładność ważenia próbki analitycznej

Wielkość próbki analitycznej (6%/m lepiszcza)	1000 g
Niepewność rozszerzona przy k = 2 (poziom ufności 95%) dla wagi laboratoryjnej	± 0,6 g
Przedział rzeczywistych wartości dla wagi próbki analitycznej 1000 g (poziom ufności 95%)	od 999,4 g do 1000,6 g
Przedział rzeczywistych wartości dla wagi próbki analitycznej po ekstrakcji (poziom ufności 95%)	od 939,4 g do 940,6 g
Przedział rzeczywistych wartości wyekstrahowanego lepiszcza (poziom ufności 95%)	od 59,4 g do 60,6 g
Przedział zawartości lepiszcza w mma przy uwzględnieniu niedokładności wagi próbki analitycznej	od 5,9%(m/m) do 6,1%(m/m)

W tabeli 3. przedstawiono budżet niepewności pomiaru zawartości lepiszcza rozpuszczalnego w metodzie ekstrakcji przy ocenie składu mieszanek mineralno-asfaltowych.

Tabela 3. Budżet niepewności pomiaru zawartości lepiszcza rozpuszczalnego w metodzie ekstrakcji

Źródła niepewności cząstkowych	Niepewności cząstkowe zawartości lepiszcza asfaltowego w stosunku do masy mma – u_i [% (m/m)]
Dokładność wag kruszywa i lepiszcza wytwórni mma	0,02
Pobieranie próbek pojedynczych	0,2
Spływność lepiszcza	0,1
Połączenie próbek pojedynczych	0,2
Wydzielenie próbki analitycznej	0,2
Zawartość części nierozpuszczalnych asfaltu	0,06
Dokładność ważenia próbki analitycznej	0,1

Niepewność całkowita (u_{ekstr}) procedury określa się jako pierwiastek sumy kwadratów maksymalnych niepewności (błędów) ze wszystkich czynników (u_i) mających wpływ na wyniki końcowy badania.

$$u_{ekstr} = \sqrt{\sum_{i=1}^n u_i^2} = 0,4\% \text{ (m/m)} \quad (5)$$

Niepewność rozszerzona (U_{ekstr}) oznaczania zawartości lepiszcza w mma metodą ekstrakcji, w analizowanym przykładzie, przy poziomie ufności 95%, wyniesie zatem:

$$U_{ekstr} = k \cdot u_{ekstr} = 2 \cdot 0,4\% = 0,8\% \text{ (m/m)} \quad (6)$$

Należy podkreślić, że określone niepewności odnoszą się do pomiaru zawartości lepiszcza rozpuszczalnego i są częścią szerszego zagadnienia dotyczącego zawartości lepiszcza w mma.

Podsumowanie

W badaniu typu możemy spotkać się z dwoma określeniami: asfalt zadozowany i asfalt rozpuszczalny, w zależności od przyjętej procedury (walidacja laboratoryjna, walidacja produkcji). W przypadku, kiedy mamy do czynienia z walidacją laboratoryjną w badaniu typu, zawartość lepiszcza B_{min} deklaruje się, jako asfalt zadozowany, a przy walidacji produkcji deklaruje się B_{min} , jako średnią zawartość lepiszcza rozpuszczalnego. W obu tych przypadkach deklarowane B_{min} powinno zapewniać mma spełnienie deklarowanych przez producenta właściwości funkcjonalnych.

W normie na badanie typu [10] czytamy: „Badania właściwości na próbkach przygotowanych i zagęszczonych w laboratorium będą często dawały wyniki różne od wyników badań na próbkach z wytwórni i zagęszczonych na budowie. Należy to wziąć pod uwagę w specyfikacjach, należy zadbać o porównywanie wyników z odpowiednimi wartościami”. Powyższy zapis normy europejskiej wskazuje na istotę podejścia do oceny właściwości mieszanek mineralno-asfaltowych. Dokładność metod badawczych oraz ocena „tej samej” mieszanki na podstawie próbek pochodzących z różnego okresu jej istnienia dają często znaczny rozrzut wyników.

Ocena wbudowanych nawierzchni drogowych z mma na podstawie porównywania zawartości lepiszcza rozpuszczalnego w metodzie ekstrakcji (z różnych próbek: ze skrzyni samochodu, ze ślimaka rozkładarki, pobranych z niezagęszczonej warstwy, pobranych poprzez wycinanie lub wiercenie) do B_{min} deklarowanego w badaniu typu przeprowadzonego walidacją laboratoryjną może dawać wyniki o znacznym stopniu rozbieżności. Istotnymi czynnikami jest tutaj wspomniana już absorpcja kruszywa oraz starzenie lepiszcza asfaltowego, które poza czynnikami związanymi z procedurą badawczą mogą istotnie wpływać na wynik zawartości lepiszcza rozpuszczalnego.

Zawartość lepiszcza w mieszance mineralno-asfaltowej powinna być jednoznacznie określona w badaniu typu i zadozowana do zarobu w procesie produkcji, zgodnie z deklarowaną wartością. Zawartość lepiszcza rozpuszczalnego oznaczona w metodzie ekstrakcji na etapie produkcji mma nie świadczy o właściwościach funkcjonalnych rozpatrywanej warstwy i nie może być podstawą do oceny jej przydatno-

ści zastosowania w konstrukcji nawierzchni drogowej. Również rozliczanie wykonawców z zawartości lepiszcza we wbudowywanych mma na podstawie badań kontrolnych, musi bezwzględnie uwzględniać niepewność pomiarową metody ekstrakcji. Przyjęcie niewłaściwych tolerancji, po przekroczeniu których następują potrącenia za niewłaściwą zawartość lepiszcza, będzie bardzo często prowadzić do sytuacji, w której wykonawcy będą zmuszeni zapłacić za rzeczywistą (właściwą) ilość lepiszcza zadozowaną do mma i „dopłacić” za błąd pomiarowy metody ekstrakcji.

Bibliografia

- [2] B. Piątek, *Pomiar czasu – Niepewność metody badawczej*
- [3] Materiał szkoleniowy – Walidacja i niepewność metod badawczych, PCBC S.A., Q-Consulting&Q-Management Ltd.
- [4] Mix design methods for Asphalt Concrete and other Hot-Mix Types – Asphalt Institute, Manual Series No. 2 (MS-2), Sixth Edition
- [5] PD 6691:2007 *Guidance on the use of BS EN 13108 Bituminous mixtures – Material specifications*
- [6] *Superpave Mix Design – Asphalt Institute, Superpave Series No. 2 (SP-2), Third Edition*
- [7] PN-EN 12697-1 Metody badań mieszanek mineralno-asfaltowych na gorąco Część 1: Zawartość lepiszcza rozpuszczalnego
- [8] PN-EN 12697-28 Metody badań mieszanek mineralno-asfaltowych na gorąco Część 28: Przygotowanie próbek do oznaczania zawartości lepiszcza, zawartości wody i uziarnienia
- [9] PN-EN 13108-1 Mieszanki mineralno-asfaltowe wymagania Część: 1 Beton asfaltowy
- [10] PN-EN 13108-20 Mieszanki mineralno-asfaltowe wymagania Część: 20 Badanie Typu
- [11] PN-EN 12592 – Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Oznaczanie rozpuszczalności
- [12] PN-EN 12697-5 Metody badań mieszanek mineralno-asfaltowych na gorąco – Część 5 Metody oznaczania gęstości
- [13] http://www.radwag.com/e-sklep/pliki/artykuly/niepewnosc_pomiaru_masy.pdf ■

KOMUNIKAT

W dniach 7–8 października 2013 r.
w Akademii Górniczo-Hutniczej
w Krakowie odbędzie się Seminarium

Ochrona środowiska przed hałasem – ekrany w ochronie akustycznej środowiska

Szczegółowa informacja na stronie
www.drogownictwo.sitk.org