

Sideaineen talteenoton, haihdutuksen ja tunkeuma-arvon tutkiminen vanhasta päällysteestä. SFS-EN 12697-3

1 Johdanto

Tutkimus käsittelee testausmenetelmästandardin SFS-EN 12697-3 Bitumin talteenotto, haihdutusmenetelmää. Asfaltin uusiokäytön voimakkaan lisääntymisen johdosta vanhan päällysteen sideaineen ominaisuudet on tunnettava tarkkaan. Keskeinen ominaisuus vanhassa päällysteessä on bitumin tunkeuma-arvo (bitumin vanheneminen). Se määritetään uuttamalla bitumi vanhasta massasta, eristämällä bitumi liuottimesta ja tutkimalla eristetty bitumi. Vaihtoehtoisesti eristetystä bitumista on mahdollista tutkia myös pehmenemispiste tai viskositeetti. Tämä tutkimus käsittelee vain tunkeuma-arvon muutoksella tarkasteltua bitumin vanhenemistä.

Kokonaisprosessi näytekappaleiden esikäsittelystä bitumin tunkeuma-arvon mittaukseen on monivaiheinen. Se sisältää useita vaiheita, joissa päällystenäytteen sideaineen ominaisuudet voivat muuttua. Standardin menetelmäkuvaus antaa myös paljon vapauksia kokonaisprosessin eri vaiheille.

2 Tavoite

Johtuen standardin antamista vapauksista tutkimuksen tarkoitus oli löytää kriittiset työvaiheet, joissa sideaineen ominaisuudet saattavat muuttua. Eri tavoilla tehdyt esikäsittely- ja tutkimusvaiheet saattavat vääristää sideaineen tunkeuma-arvoa molempiin suuntiin. Tutkimustulosten perusteella oli tavoitteena laatia yksiselitteinen esikäsittely- ja menetelmäohje. Ohje sisältää tarkat ajat, lämpötilat ja näytteen säilytystavat eri työvaiheille.

Tämän lisäksi tutkittiin mahdollisuutta mitata tunkeuma-arvo hieman erilaisilla näyteastioilla. Standardin työvaiheissa on myös kohtia, jotka koetaan vaikeaksi ja osittain mahdottomaksi toteuttaa käytännössä. Näihin työvaiheisiin haettiin korvaavia työtapoja ja verrattiin lopputulosta standardin ohjeistukseen. Tämän lisäksi tutkimuksessa haettiin tietoa siitä, missä prosessin kohdissa bitumi on herkin vanhenemaan. Tavoitteena oli myös löytää vähiten bitumia vanhentava säilytystapa tilanteeseen, jossa näytettä ei pystytä tutkimaan heti. Kaikki tutkimukset teki Lemminkäinen Infra Oy:n Keskuslaboratorio ja Destia Oy:n laboratorio.

3 Tutkimukset ja tulokset

Seuraavana on esitetty tehdyt tutkimukset tuloksineen. Kaikissa alla olevissa tulostaulukoissa olevat rinnakkaisnäytteet on jaettu samasta bitumierästä

samaan aikaan. Näin ollen jokaisen yksittäisen taulukon rinnakkaisnäytteet ovat keskenään homogeenisia.

3.1 Tunkeuma-astian ja temperointiajan sekä vesihauteen lämpötilan vaikutus

Tunkeuma-astian valinnalla tutkittiin mahdollisuutta käyttää kaltevaseinäisiä alumiinifolioastioita tunkeuma-arvon mittauksessa. Tehtiin kahdeksan rinnakkaisnäytettä, joista neljä tutkittiin standardin mukaisilla metalliastioilla ja neljä kaltevilla alumiinifolioastioilla. Lisäksi tutkittiin temperointiajan vaikutusta. Menetelmästandardi antaa tämän kovuusluokan bituminäytteille 60-90 minuutin temperointiajat huoneenlämmössä sekä vesihauteessa. Tutkittiin, onko yli 60 minuutin temperointiajoille tarvetta. Testin tulokset on esitetty taulukossa 1.

Taulukko 1. Erilaisten tunkeuma-astioiden ja temperointiaikojen vertailu

	Lieriö (60 min)	Kalteva (60 min)	Lieriö (90 min)	Kalteva (90 min)
Tunkeuma (0,1 mm)	76	77	75	76
	76	75	74	75

Todettiin, että tämän kovuusluokan bitumeilla yli 60 minuutin temperointiajoille ei ole tarvetta. Tämän lisäksi testi osoitti, että kaltevaseinäiset alumiinifolioastiat sopivat tunkeuma-arvon määrittämiseen.

Vesihauteen lämpötilan vaikutusta tutkittiin kahdessa erässä, jossa vesihauteen lämpötilaa muutettiin hieman standardin asettamasta lämpötilasta molempiin suuntiin. Taulukkojen 2 ja 3 tuloksista haluttiin saada tietoa siitä, kuinka paljon tunkeuma-arvo muuttuu, jos hauteen lämpötila poikkeaa standardin antamasta lämpötilasta. Testillä selvitettiin tilannetta, jossa mahdollisesti hieman epätarkka hauteenlämmitin jää alle tai ylittää asetetun lämpötilan.

Taulukko 2. Vesihauteen lämpötilan muutokset

Lämpötila (°C)	24	24	25	25	26	26
Tunkeuma (0,1 mm)	64	63	71	70	77	77
Tunkeuma (0,1 mm)	62	62	68	69	76	76

Taulukko 3. Vesihauteen lämpötilan muutokset

Lämpötila (°C)	24,5	24,5	24,5	25	25	25	25,5	25,5	25,5
Tunkeuma (0,1mm)	68	68	67	70	71	71	73	73	72

Vesihauteen lämpötilan vaikutuskokeissa todettiin, että hauteen tulee pysyä standardin vaatiman $\pm 0,1^\circ\text{C}$ sisällä tavoitelämpötilasta.

3.2 Liottimen haihdutuksen vaikutus

Liuottimen (metyleenikloridi) haihdutuksen vaikutusta sideaineen tunkeuma-arvoon (SFS-EN 1426) tutkittiin mittaamalla sideaineen tunkeuma ennen kuin näyte (bitumi) liuotettiin metyleeniin ja haihdutettiin. Haihdutus tehtiin seuraavana päivänä liuotuksesta. Haihdutuksen jälkeen mitattiin uudestaan tunkeuma-arvo. Testin tulokset on esitetty taulukossa 4.

Taulukko 4. Pelkän haihduttimen vaikutus

Näyte nro.	Alkutunkeuma (0,1 mm)	Haihdutuksen jälkeen (0,1 mm)	Ero (%)
1	72	71	1
2	72	62	14
3	72	66	8
4	72	64	11
5	71	64	10
6	71	61	14
7	71	70	1
8	67	58	13
9	70	61	13
10	71	70	1
11	70	61	13
12	67	58	13

Testituloksissa oli epäsystemaattista hajontaa, johon ei löydetty syytä. Näytteen esikäsittelyt ja haihdutusasetukset pysyivät samoina jokaiselle näytteelle.

3.3 Haihdutusprosessin vaikutus

Haihdutusprosessien vaikutuksen tutkimuksessa oli tarkoitus verrata SFS-EN menetelmään yleisesti käytössä olevaan PANK-menetelmään. PANK 1003-menetelmäohje eroaa SFS-EN-menetelmästä haihdutusajan, lämpötilan ja alipaineen osalta. Tämän lisäksi tutkittiin muita kokemukseräisesti hyväksi todettuja haihdutusmenetelmiä. Menettelyt ja tulokset on esitetty taulukoissa 5-7.

Taulukko 5. Erilaisten alipaineiden vaikutus

Lämpötila (°C)	Paineet (mbar)			Aika (min)
	350	150	30	
45	350	150	30	60
150	170	150	275	30
175	95	30	200	20
Tunkeuma (0,1 mm)				
	62	59	62	

Taulukko 6. PANK 1003-ohjeen mukaista haihdutusohjelmaa verrattiin yhteen kokemuseräisesti hyväksi todettuun haihdutusohjelmaan.

PANK 1003 Lämpötila (°C)	Paine (mBar)	Aika (min)	Kokemuseräinen ohjelma Lämpötila (°C)	Paine (mBar)	Aika (min)
115	850	120	45	350	60
115	160	10	150	150	30
145	25	20	170	30	20
Tunkeuma (0,1 mm)	68		Tunkeuma (0,1 mm)	65	
	65			64	

Taulukko 7. SFS EN-standardin haihdutusohjelmaa verrattiin yhteen kokemuseräisesti hyväksi todettuun haihdutusohjelmaan.

SFS-EN 12697-3 Lämpötila (°C)	Paine (mBar)	Aika (min)	Kokemuseräinen ohjelma Lämpötila (°C)	Paine (mBar)	Aika (min)
45	850	100	45	350	60
150	80*	20	150	150	30
			175	95	20
Tunkeuma (0,1 mm)	81		Tunkeuma (0,1 mm)	81	

*Alipainepumpun teho ei riittänyt saavuttamaan standardin vaatimaa 13 mBar:n alipainetta tavoiteajassa

PANK-menetelmän mukainen haihdutusprosessi havaittiin toimivaksi, kun sitä verrattiin SFS-EN-menetelmään. Tämän lisäksi yllä olevissa tuloksissa esitetyt muut kokemuseräisesti hyväksi todetut haihdutusmenetelmät havaittiin yhtä lailla toimiviksi.

3.4 Lämmityskertojen vaikutus sideaineen tunkeuma-arvoon

Tavallisesti päällysteen suunnitteluun liittyvissä laboratoriotöissä on käytössä 3 litran bitumiannoksia. Testissä tutkittiin, kuinka monta kertaa lämmitettynä nämä bituminäytteet ovat käyttökelpoisia. Lämmityssykliden aikana bitumi säilytettiin kannellisessa astiassa. Lämmityssyklit olivat 160 °C / 4h, jonka jälkeen viilennys takaisin huoneen lämpöön. Tämä toistetaan kolme kertaa. Lisäksi tehtiin kolmen vuorokauden mittainen kuumasäilytys. Menettelyt ja tulokset on esitetty taulukoissa 8 ja 9.

Taulukko 8. Lämmityssykliden vaikutukset

Alkutunkeuma (0,1 mm)	72
1. Sykli (0,1 mm)	71
2. Sykli (0,1 mm)	70
3. Sykli (0,1 mm)	71

Taulukko 9. Pitkäaikainen kuumasäilytys (160 °C)

Mittausaika	Tunkeuma (0,1 mm)	Tunkeuma (0,1 mm)
0 h	72	52
72 h	60	
96 h		39

Tulosten mukaan bitumi kestää vähintään kolme lämmityssykliä, mutta pitkäaikaista yhtämittaista kuumana pitämistä on syytä välttää (pienet näyteastiat).

3.5 Oikean esikäsitteilyprosessin määrittäminen

Oikean esikäsitteilyprosessin määrittämiseksi valmistettiin asfalttilaatta, josta porattiin ja sahattiin 35 mm paksuja ja 100 mm halkaisijaltaan olevia asfalttinäytteitä. Päälystenäytteille tehtiin erilaiset uunikäsittelyt simuloiden remix-poranäytteiden pehmenystä ennen bitumin uuttamista. Tämän jälkeen jokainen näyte kävi läpi saman haihdutusprosessin ja tunkeuma-arvon määrittämisen. Testikuvaukset ja tulokset on esitetty taulukoissa 9 ja 10.

Taulukko 9. Erilaiset uunikäsittelyt

	80 °C / 30 min	125 °C / 30 min	125 °C / 15 min	150 °C / 15 min	125 °C / 90 min	125 °C *
Tunkeuma (0,1 mm)	46	47	45	46	44	
	47	47	47	47	45	41

* Poranäytteet olivat uunissa ensin 30 minuuttia, jonka jälkeen "murusteltuna" vielä 60 minuuttia

Taulukko 10. Erilaiset uunikäsittelyt

Tunkeuma (0,1 mm)	120°C / 30min	120°C / *
	58	53
Tunkeuma (0,1 mm)	125°C / 30min	125°C / *
	45	42

* Poranäytteet olivat uunissa ensin 30 minuuttia, jonka jälkeen "murusteltuna" vielä 60 minuuttia

Lisäksi tehtiin vanhennuksia myös tiivistämättömälle asfalttimassalle.

Taulukko 11. Vanhennus: 2 x 2 h / 125 °C

	Vanhentamaton	Vanhennettu
Tunkeuma (0,1 mm)	56	42
	70	52

Taulukko 12. Vanhennus: 1 x 4 h / 170 °C

	Vanhentamaton	Vanhennettu
Tunkeuma (0,1 mm)	38	16
	49	23

Tiivistämättömälle asfalttimassalle tehtiin myös vanhennus pelkässä huoneenlämmössä. Testillä haluttiin selvittää, miten pitkäaikainen säilytys huoneenlämmössä vanhentaa sideainetta.

Taulukko 13. Tiivistämättömän massan vanheneminen huoneenlämpötilassa

Alkutunk. (0,1 mm)	16 pv:n ikäinen	90 pv:n ikäinen
56	51	38
70	60	49

Jokaisesta oikean esikäsittelyprosessin määrittämistestin tuloksista oli selvästi havaittavissa, että tutkittavan näytteen on pysyttävä kokonaisuunipehmennyksen ajan. Irtonaisen massan bitumi vanhenee selvästi jo huoneenlämmössä eikä pitäisi olla näin säilytettyinä useita päiviä.

3.6 Sideaineen säilyminen liuenneena metyleenin

Testissä tutkittiin metyleeniin liunneen sideaineen vanhenemista. Tällä simuloidaan laboratorion toimintaa tilanteessa, jossa näytettä ei pystytä tutkimaan samana päivänä. Ensimmäinen näyte tutkittiin heti, kun sideaine oli kokonaan liennut metyleeniin.

Taulukko 14. Metyleenisäilytyksen jälkeiset tunkeumat (0,1 mm)

0 Vrk	71	70	67	72	72
1 Vrk	70	61	58		
2 Vrk	68	58	62		
3 Vrk	65			62	60
4 Vrk	69		60		

4 Johtopäätökset

Tutkimus osoitti kokonaisuudessaan sen, että standardin antamat vapaudet niin näytteen esikäsittelyssä, kuin haihdutusprosessissakin heikensivät lopputuloksena saatavan tunkeuma-arvon edustavuutta. Vääränlaisella haihdutusprosessilla näytteeseen on mahdollista jäädä metyleenijäämiä, minkä vuoksi tunkeuma-arvo on suurempi kuin pitäisi. Toinen mahdollinen ongelma prosessissa on vääränlainen esikäsittelytekniikka, jolla sideaine vanhenee laboratoriossa ennen tunkeuma-arvon mittausta. Tämä ilmenee lopputuloksessa liian kovana bitumin tunkeuma-arvona.

Tulosten kohdassa 3.1 tutkittiin standardin antaman temperointiajan vaikutusta. Standardi antaa huoneilma- ja vesihaudetemperointiin 60-90 minuutin vaihteluvälin. Tutkimuksessa todettiin, että 60 minuutin temperointiaika on riittävä tämän kovuusluokan bitumeille, jossa on

käytettävä standardin määräämiä astiatilavuuksia. Tutkimus osoitti myös sen, että hieman kaltevilla seinillä varustetut kevyemmät alumiinifolioastiat sopivat hyvin tunkeuman määrittämiseen.

Vesihäuteen lämpötila tulee tarkastaa ennen jokaista tunkeumamittausta. Standardi antaa tarkan vaihteluvälin, jossa häute saa olla, eli tutkimuksen mukaisia heittoja ei normaalioloissa tapahdu. Tulosten kohdan 3.1 taulukot 2 ja 3 osoittavat sen, että suuremmat heitot vaikuttavat jo ratkaisevasti tulokseen.

Yksin haihdutusvaihe on prosessi, johon standardi antaa tietyn toimintatavan, mutta huomiokohdassa (Note) tarjoaa vapaudet poiketa siitä. Standardissa kuvailtu toimintatapa on myös käytännössä hankala toteuttaa. Ensimmäisessä vaiheessa alipaine on useassa tapauksessa riittämätön standardin kokonaisaika vaatimukseen varsinkin, kun liuotinta on talteenotettuna yli 1000 ml. Tästä seuraa se, että standardin määräämä maksimitislaus aika väistämättä ylittyy. Myös standardin määräämä liuotinseoksen maksimimäärä tislauksessa on hankala havaita. Tämän lisäksi LIOY:n tapauksessa alipainepumpun teho ei riittänyt toisen vaiheen alussa saamaan tarvittavaa alipainetta standardin määrääjässä.

Kokonaisuudessaan haihdutusprosessista voidaan päätellä se, että mikäli haihdutus pysyy kokonaisuutensa kahdessa tunnissa, niin yksittäiset alipaineet ja lämpötilat eivät ole määräävä tekijä. Todettiin, että PANK-ohjeen mukainen haihdutus on selvästi paremmin toimiva tapa kuin SFS-EN-standardin ohje. Tämän haihdutusprosessin tuloksia verrattiin eräisiin muihin käytössä oleviin haihdutustapoihin ja todettiin, että ne toimivat yhtä hyvin. Kokemuseräisistä hyvistä toimintatavoista ei löytynyt haihdutusasetuksia, joilla olisi saatu poikkeava tulos.

Kun asetettiin tietyt lämpötilat, vaiheajat ja alipaineet sekä tehtiin homogeenisille bituminäytteille pelkkä haihdutuskäsittely, ei saatu siltikään täysin yhteneviä tuloksia. Taulukosta 3.2 voidaan päätellä, että pelkkä haihdutus voi aiheuttaa 70/100 bitumiluokassa noin 15 prosentin eron. Kun toistoja tehtiin useita, havaittiin, että vanhenemista ei välttämättä tapahdu ollenkaan tai se on 0-15 prosentin välissä. Poikkeavat tulokset mitä ilmeisimmin johtuvat joistain tuntemattomista tekijöistä, joita haihdutuksen aikana esiintyy.

Metyleenijäämiä on mahdollista olla jäljellä haihdutuksen jälkeen joissain tilanteissa, vaikka haihdutusprosessi on ollut sama. Testeissä alkuperäinen sideaineen ja liuotimen määrä pyrittiin vakioimaan, mutta silti päädyttiin hajanaisiin tuloksiin. Koska pelkän haihdutuksen vaikutus on tämä, on erityisesti kiinnitettävä huomiota siihen, että kaikki muut työvaiheet ovat vakioituja eivätkä lisää mahdollisia lisämuutoksia bitumin tunkeuma-arvossa.

Kohdassa 3.4 taulukko 8 todettiin, että kolmen kilon bitumiannoksia pystyy lämmittämään ja viilentämään kolme kertaa, minkä jälkeen ne ovat vielä

edustavia. Taulukon 9 mukaan todettiin kuitenkin, että yhtäjaksoinen kolmen vuorokauden kuumakäsittely vanhentaa sideainetta.

Suurin virhelähde on selvästi näytteen esikäsittely, mikä sisältää porattujen päällystenäytteiden kappaleitiheyden määrittämisen ja pehmennyksen ennen bitumin eristystä. Kohdan 3.5 tuloksista havaittiin selvästi se, että uunipehmenys on tehtävä siten, että poranäyte pysyy kokonaisuena koko uunilämmityksen ajan. Päätelmä on erittäin looginen, koska tällöin tiiviissä palassa sideaine on kosketuksissa ilman kanssa huomattavasti pienemmällä pinta-alalla. Itse näytteen tutkimisen kannalta tämä tarkoittaa sitä, että kappaleitiheydessä käytetyn vesipunnituksen jälkeen näytteet on kuivattava paineilmalla tai kuivauskaapissa ennen uunipehmenystä. Tällä tavoin uuniaika määräytyy vain sideaineen pehmenemiseen tarvittavasta ajasta eikä veden poistattamisesta näytteen tyhjättilasta.

Taulukoissa 11 ja 12 tutkittiin myös radikaalimpia vanhennuksia tiivistämättömille näytteille. Tuloksista havaittiin, että tässä muodossa näytteitä ei voi esikäsittelyssä käyttää. Tehtiin myös tutkimus tiivistämättömien näytteiden säilymisestä huoneenlämmössä. Taulukon 13 tuloksista voidaan havaita, että jo kahden viikon jälkeen tunkeuma-arvo on pudonnut merkittävästi.

Yksi merkittävä kohta laboratoriotoininnan kannalta on näytteen lyhytaikainen säilyttäminen. Kohdassa 3.4 todettiin, että näyte säilyy liuenneena metyleeniin edustavana vielä ainakin kolme vuorokautta. Tällöin tulee sulkea astia, ettei liuotin pääse haihtumaan säilytyksen aikana.