



SPRAWOZDANIE

Wdrożenie normy europejskiej na kationowe emulsje asfaltowe oraz wdrożenie metod badań kationowych emulsji asfaltowych według 7 norm PN-EN oraz opracowanie „Poradnika Laboranta Drogowego - kationowe emulsje asfaltowe”

Temat Nr TN-243

Zlecniodawca: Generalna Dyrekcja Dróg Krajowych i Autostrad
ul. Żelazna 59, 00 – 958 Warszawa

Umowa: Nr 2177/2008 z 06.08.2008 r.

Kierownik Tematu - dr inż. Zenon Szczepaniak
Opracowali: dr inż. Zenon Szczepaniak
mgr Paweł Skierczyński

Kierownik Zakładu Technologii Nawierzchni

prof. dr hab. inż. Dariusz Sybilski

Warszawa, marzec 2010

SPIS TREŚCI

1 ZESTAWIENIE I PRZEGLĄD NORM NA METODY BADAŃ ŁĄCZNIE Z DOTYCHCZAS STOSOWANYMI METODAMI BADAŃ WG WARUNKÓW TECHNICZNYCH "KATIONOWE EMULSJE ASFALTOWE EMA-99" (ZADANIE 1)	6
1.1 Wprowadzenie	6
1.2 Zestawienie norm związanych	7
1.3 Przegląd norm na metody badań	9
1.4 Porównanie metod badań zawartych w EmA-99 z metodami opisanymi w nowych normach	9
1.5 Produkcja emulsji w kraju	15
2 ANALIZA DOKUMENTÓW APLIKACYJNYCH FRANCUSKICH I NIEMIECKICH	16
2.1 Projekt krajowego dokumentu aplikacyjnego francuskiego	16
2.2 Francuski załącznik krajowy do normy emulsyjnej	27
2.3 Projekt krajowego dokumentu aplikacyjnego niemieckiego	29
3 PRZEPROWADZENIE WALIDACJI METODY OZNACZANIA CZASU WYPŁYWU EMULSJI WG PN-EN 12846, Z UŻYCIEM 3 RODZAJÓW KATIONOWYCH EMULSJI ASFALTOWYCH. OKREŚLENIE POWTARZALNOŚCI OZNACZENIA DLA KUBKÓW 2 MM I 4 MM W TEMPERATURZE 40°C ORAZ PORÓWNANIE Z DOTYCHCZASOWYM OZNACZENIEM W KUBKU 4 MM W TEMPERATURZE 20°C. W RAMACH BADAŃ CZASU WYPŁYWU (LEPKOŚCI) WG PN-EN 12846 OPRACOWANIE METODY WZORCOWANIA I SPRAWDZANIA KUBKÓW WYPŁYWOWYCH (ZADANIE 2)	40
3.1 Badania czasu wypływu emulsji asfaltowych z kubków BTA 2 mm i 4 mm	40
3.2 Wzorcowanie i sprawdzanie kubków wypływowych BTA 2 mm i 4 mm	45
4 PRZEPROWADZENIE PRÓB WALIDACJI METODY OCENY WPŁYWU WODY NA ADHEZJĘ LEPISZCZA WG PN-EN 13614, PORÓWNANIE Z METODĄ STOSOWANĄ W EMA-99 I USTALENIE KORELACJI (ZADANIE 2)	47
4.1 Wprowadzenie	47
4.2 Opracowanie procedury wykonawczej	48
4.3 Porównanie metod badań zawartych w EmA-99 z metodami opisanymi w nowych normach	53
4.4 Badania przyczepności przez zanurzenie w wodzie	54
5 PRZEPROWADZENIE WALIDACJI METODY OZNACZANIA ROZPADU EMULSJI WG PN-EN 13075-1 I PN-EN 12848 Z UŻYCIEM DWÓCH TYPÓW PIASKU. PRZEPROWADZENIE BADAŃ MIĘDZY LABORATORYJNYCH Z PARTNERAMI KRAJOWYMI W MOŻLIWYM DO PRZEPROWADZENIA ZAKRESIE. W RAMACH BADAŃ INDEKSU ROZPADU EMULSJI ASFALTOWYCH WG PN-EN 13075-1 PRZEPROWADZENIE PORÓWNANIA DWÓCH TYPÓW PIASKÓW I WYBÓR JEDNEGO Z NICH DO STOSOWANIA W KRAJU (ZADANIE 2)	56
5.1 Wprowadzenie	56
5.2 Badania indeksu rozpadu na piasku Forshammer	56
5.3 Badanie indeksu rozpadu na piasku Sikaisol	62
5.4 Wyznaczenie współczynnika korekcyjnego	66
5.5 Badania rozpadu na cemencie wg PN-EN 12848	67
6 PRZEPROWADZENIE WALIDACJI METODY OZNACZANIA POZOSTAŁOŚCI NA SICIE EMULSJI ASFALTOWYCH SZYBKO ROZPADOWYCH (ZADANIE 2)	72
7 PRZEPROWADZENIE WALIDACJI METODY OZNACZENIA ZAWARTOŚCI ASFALTU W EMULSJI WG PN-EN 1428 I PRZEPROWADZENIE PORÓWNANIA WPŁYWU NA WYNIKI OZNACZEŃ DWÓCH RODZAJÓW ZESTAWÓW DO DESTYLACJI	

DOPUSZCZONYCH PRZEZ NORMĘ. PORÓWNANIE Z METODĄ WAGOWĄ OPISANĄ W EMA 99 (ZADANIE 3).....	79
7.1 Wprowadzenie	79
7.2 Walidacja metody oznaczania wody w emulsji wg PN-EN 1428.....	79
7.3 Porównanie metody oznaczania lepiscza w emulsji wg PN-EN 1428 z metodą wagową wg EmA-99	84
 8 PRZEPROWADZENIE WALIDACJI METODY OZNACZENIA SEDYMENTACJI WG PN EN 12847 I PORÓWNANIE JEJ Z METODĄ OPISANĄ W EMA-99. OKREŚLENIE POWTARZALNOŚCI OZNACZEŃ DLA 2 TYPÓW EMULSJI (ZADANIE 3)	86
8.1 Wprowadzenie	86
8.2 Walidacja metody sedymentacji emulsji wg PN-EN 12847	86
8.3 Porównanie metody oznaczania sedymentacji emulsji wg PN-EN 12846 i wg EmA-99.....	89
 9 WYKONANIE MIĘDZY LABORATORYJNYCH PORÓWNAWCZYCH BADAŃ, W MOŻLIWYM DO PRZEPROWADZENIA ZAKRESIE, CO NAJMNIEJ TRZECH PODSTAWOWYCH METOD OZNACZANIA WŁAŚCIWOŚCI EMULSJI (ZADANIE 3).....	92
 10 OKREŚLENIE NIEPEWNOŚCI POMIARÓW WYKONANYCH WALIDOWANYMI METODAMI (ZADANIE 3)	93
 11 ANALIZA UZYSKANYCH WYNIKÓW BADAŃ I UWZGLĘDNIENIE ICH W OPRACOWANYM PROJEKCIE PORADNIKA LABORANTA DROGOWEGO (ZADANIE 3)	94
 12 ZEBRANIE WYNIKÓW BADAŃ MIĘDZY LABORATORYJNYCH, OKREŚLENIE ODTWARZALNOŚCI OZNACZEŃ I OBRÓBKA STATYSTYCZNA DANYCH (ZADANIE 4)	95
12.1 Wprowadzenie	95
12.2 Precyzja metody oznaczania wody w emulsji wg PN-EN 1428.....	95
12.3 Precyzja metody oznaczania indeksu rozpadu emulsji wg PN-EN 13075-1	97
 13 ZORGANIZOWANIE SZKOLENIA PRACOWNIKÓW LABORATORIÓW DROGOWYCH GDDKiA W ZAKRESIE WYKONYWANIA BADAŃ METODAMI ZGODNYMI Z AKTUALNYMI POLSKIMI NORMAMI (ZADANIE 4)	100
 14 OPRACOWANIE OSTATECZNEJ WERSJI PORADNIKA LABORANTA DROGOWEGO (ZADANIE 4)	100

Cel i program pracy

Cel pracy

Celem pracy jest wdrożenie nowej normy polskiej PN-EN 13808:2005 „Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Zasady specyfikacji kationowych emulsji asfaltowych” (oryg.) oraz 7 norm związanych na metody badań emulsji asfaltowych.

Realizując cel pracy zostały zwalidowane metody badań emulsji asfaltowych poprzez ustalenie szczegółów wykonawczych, określona powtarzalność, odtwarzalność i niepewność poszczególnych oznaczeń oraz przeprowadzone badania międzylaboratoryjne. Wyniki tych badań zostały wykorzystane do uszczegółowienia załącznika krajowego do PN-EN 13808:2005 i do opracowania Poradnika Laboranta Drogowego - kationowe emulsje asfaltowe.

Praca była podzielona na 4 zadania wykonywane w ciągu półtora roku. W okresie tym prace normalizacyjne nad normami posunęły się naprzód i konieczna była aktualizacja szeregu danych, co też wykonano uzupełniając w czwartym zadaniu.

Program pracy

Zgodnie z programem praca składała się z czterech zadań:

Zadanie 1: termin: 30 listopada 2008 r.

- 1) Zestawienie i przegląd wszystkich norm na metody badań z dotychczas stosowanymi metodami badań wg Warunków Technicznych "Kationowe emulsje asfaltowe EmA-99".
- 2) Analiza dokumentów aplikacyjnych francuskich i niemieckich.
- 3) Przeprowadzenie walidacji metody oznaczania czasu wypływu emulsji wg PN-EN 12846, z użyciem 3 rodzajów kationowych emulsji asfaltowych. Określenie powtarzalności oznaczenia dla kubków 2 mm i 4 mm w temperaturze 40°C oraz porównanie z dotychczasowym oznaczeniem w kubku 4 mm w temperaturze 20°C. W ramach badań czasu wypływu (lepkości) wg PN-EN 12846 opracowanie metody wzorcowania i sprawdzania kubków wypływowych.

Zadanie 2: termin: 30 czerwca 2009 r.

- 1) Przeprowadzenie prób walidacji metody oceny wpływu wody na adhezję lepiszcza wg PN-EN 13614 i porównanie z metodą stosowaną w EmA-99 i ustalenie korelacji.
- 2) Przeprowadzenie walidacji metody oznaczania rozpadu emulsji wg PN-EN 13075-1 i PN-EN 12848 z użyciem dwóch typów piasku. Przeprowadzenie badań międzylaboratoryjnych z partnerami krajowymi w możliwym do przeprowadzenia zakresie. W ramach badań indeksu rozpadu emulsji asfaltowych wg PN-EN 13075-1 przeprowadzenie porównania dwóch typów piasków i wybór jednego z nich do stosowania w kraju.
- 3) Przeprowadzenie walidacji metody oznaczania pozostałości na sicie emulsji asfaltowych szybko rozpadowych.

Zadanie 3: termin: 30 listopada 2009 r.

- 1) Przeprowadzenie walidacji metody oznaczania zawartości asfaltu w emulsji wg PN-EN 1428 i przeprowadzenie porównanie wpływu na wyniki oznaczeń dwóch rodzajów zestawów do destylacji dopuszczonych przez normę. Porównanie z metodą wagową opisaną w EmA 99.
- 2) Przeprowadzenie walidacji metody oznaczania sedymentacji wg PN EN 12847 i porównanie jej z metodą opisaną w EmA 99. Określenie powtarzalności oznaczeń dla 2 typów emulsji.
- 3) Wykonanie między laboratoryjnych porównawczych badań, w możliwym do przeprowadzenia zakresie, co najmniej trzech podstawowych metod oznaczania właściwości emulsji.
- 4) Określenie niepewności pomiarów wykonanych walidowanymi metodami.

- 5) Analiza uzyskanych wyników badań i uwzględnienie ich w opracowanym projekcie Poradnika Laboranta Drogowego.

Zadanie 4 termin: 31 marzec 2010 r.

- 1) Zebranie wyników z badań między laboratoryjnych, określenie odtwarzalności oznaczeń i obróbka statystyczna danych.
- 2) Zorganizowanie szkolenia pracowników Laboratoriów Drogowych GDDKiA w zakresie wykonywania badań metodami zgodnymi z aktualnymi Polskimi Normami.
- 3) Opracowanie ostatecznej wersji Poradnika Laboranta Drogowego.

1 Zestawienie i przegląd norm na metody badań łącznie z dotychczas stosowanymi metodami badań wg Warunków Technicznych "Kationowe emulsje asfaltowe EmA-99" (Zadanie 1)

1.1 Wprowadzenie

Kationowe emulsje asfaltowe są jednym z podstawowych lepiszczy asfaltowych stosowanych szeroko w budowie i utrzymaniu dróg. Właściwości emulsji asfaltowych zależą od szeregu parametrów, m.in. od: rodzaju użytego asfaltu, zawartości asfaltu oraz rodzaju i ilości użytego emulgatora.

W technologiach robót drogowych najczęściej stosowane są emulsje o zawartości asfaltu od 50 % do 70 % m/m. Różnorodność właściwości emulsji związana z możliwością stosowania emulgatorów i asfaltów o różnych właściwościach, w tym także modyfikowanych polimerami, powodują, że są one wykorzystane w wielu technologiach robót drogowych (1).

Podstawowym obszarem zastosowania emulsji asfaltowych są roboty utrzymaniowe, do których zaliczamy powierzchniowe utrwalanie, slurry surfacing (cienkie warstwy na zimno) i naprawy cząstkowe

Zużycie emulsji w innych zastosowaniach ma ciągle tendencję rosnącą. Przy budowie nowych dróg emulsję asfaltową wykorzystuje się najczęściej do złączania warstw konstrukcji nawierzchni. Natomiast największym, dotąd nie w pełni wykorzystanym polem zastosowań są mieszanki mineralno-emulsyjne przeznaczone głównie na drogi lokalne i drogi o niższych kategoriach ruchu np. KR1, KR2 wg Katalogu (2).

W przypadku dróg gruntowych o nawierzchni żwirowej, żuźlowej, piaskowej stabilizacja emulsją asfaltową przynosi nadspodziewanie dobre efekty, lepsze niż przy stabilizacji cementem i jest tańsza niż układanie warstwy betonu asfaltowego na gorąco.

Rozszerzanie pola zastosowań emulsji asfaltowych nie ma na celu zastąpienia technologii na gorąco. Co prawda, próby takie są prowadzone i opracowane są technologie wytwarzania i układania warstw na zimno o porównywalnej wytrzymałości do warstw na gorąco, ale ze względu na trudności techniczne i dość wysoką cenę nie przyjęły się w szerszym zakresie.

W sytuacji braku polskich norm w zakresie wymagań i metod badań stosowane są od 1999 r. opracowane przez IBDiM „Warunki Techniczne” (3). Od 1994 r. stosowana była poprzednia wersja Warunków (4). Zgodnie z tym opracowaniem drogowe kationowe emulsje asfaltowe dzieli się na klasy: K1, K2, K3 i K4 w zależności od wartości indeksu rozpadu.

Klasy K1-50, K1-60, K1-65 i K1-70 to emulsje szybko rozpadowe. Liczby 50, 60, 65 i 70 oznaczają przeciętną procentową zawartość lepiszcza asfaltowego w emulsji. Emulsje te charakteryzują się krótkim czasem rozpadu po zetknięciu lepiszcza z nawierzchnią drogi i kruszywem. Są stosowane do powierzchniowych utrwaleń, robót utrzymaniowych i złączania warstw nawierzchni.

Emulsja klasy K1-50 jest przeznaczona do złączania warstw asfaltowych i do wytwarzania powłok ochronnych. Emulsja klasy K1-70 przeważnie jest stosowana w temperaturze 75-85°C w zależności od lepkości emulsji i stosowanego sprzętu. Pozostałe emulsje klasy K1 można stosować w temperaturze otoczenia lub ogrzane do maksimum 80°C w zależności od zaleceń producenta.

Klasa K2 to emulsje średniorozpadowe. Są to emulsje o zwolnionym czasie rozpadu, aby umożliwić wymieszanie z kruszywem o uziarnieniu > 2 mm i pełne otoczenie ziaren przed rozpadem emulsji. Są stosowane w temperaturze otoczenia lub ogrzane zgodnie z zaleceniem producenta. Stosuje je się głównie do otaczania grysów i stabilizacji nawierzchni dróg żwirowych. Także do złączania warstw i w remonterach wykonujących naprawy cząstkowe nawierzchni. Do klasy K2 zaliczamy także emulsje olejowo-asfaltowe stosowane do mieszanek mineralno-bitumicznych do napraw nawierzchni na zimno.

Klasa K3 to emulsje wolnorozpadowe. Są to emulsje o tak zwolnionym czasie rozpadu, że możliwe jest otoczenie mieszanki mineralnej o pełnym uziarnieniu. Są stosowane do

recyklingu na zimno, do mieszanek mineralno-emulsyjnych, do cienkich warstw na zimno (np. slurry seal) i do stabilizacji nawierzchni dróg gruntowych, żwirowych i żużlowych.

Klasa K4 - emulsje nadstabilne. Są to emulsje o bardzo zwolnionym czasie rozpadu, który określany jest próbą stabilności na cemencie. Służą do wykonywania mieszanek mineralno-emulsyjnych, mineralno-cementowo-emulsyjnych, do recyklingu z zastosowaniem cementu oraz do stabilizacji dróg gruntowych, żwirowych i żużlowych, a także do złączania wszystkich rodzajów warstw nawierzchni.

W opracowanej przez Komitet Techniczny CEN/TC336 normie emulsyjnej EN 13808:2005 sklasyfikowano w odmienny sposób emulsje asfaltowe. Wprowadzono klasy dla poszczególnych właściwości emulsji rozszerzając w ten sposób liczbę odmian. Nadmiar danych zaciemnia obraz całości zagadnienia. Stąd konieczne jest stopniowe wprowadzenie nowej terminologii na bazie dotychczas stosowanej. Dotychczas stosowana terminologia i metody badań będą używane co najmniej do końca roku 2012, czyli do czasu wygaśnięcia terminów ważności aprobat technicznych wydanych przed końcem okresu dostosowawczego określonego w PN-EN 13808:2005.

W PN-EN 13808:2005 powołano szereg norm, w tym na metody badań, które w znacznej części różnią się od dotychczas stosowanych. Wybrano 7 norm, które wymagają wdrożenia poprzez wykonanie walidacji nowej aparatury i metod oznaczania.

1.2 Zestawienie norm związanych

Poniżej w tablicy 1 zamieszczono spis norm związanych bezpośrednio lub pośrednio z technologiami produkcji i stosowania kationowych emulsji asfaltowych. Pogrubioną czcionką zaznaczono normy, które będą dalej przedmiotem szczegółowych rozważań. Spis aktualizowano 1 lutego 2010 r.

Tablica 1 Polskie Normy związane z badaniem właściwości emulsji asfaltowych i asfaltów

Lp.	Numer normy	Tytuł normy
1.	PN-EN 58:2009	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Pobieranie próbek lepiszczy asfaltowych
2.	PN-EN 1425:2002/A1:2006	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Ocena organoleptyczna (oryg.)
3.	PN-EN 1426:2009	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Oznaczanie penetracji igłą
4.	PN-EN 1427:2009	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Oznaczanie temperatury mięknięcia – Metoda Pierścień i Kula
5.	PN-EN 1428:2009	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Oznaczenie zawartości wody w emulsjach asfaltowych - Metoda destylacji azeotropowej
6.	PN-EN 1429:2009	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Oznaczanie pozostałości na sicie emulsji asfaltowych oraz trwałości podczas magazynowania metodą pozostałości na sicie (oryg.)
7.	PN-EN 1430:2009	Asfalty i produkty asfaltowe – Oznaczanie polarności cząstek w emulsjach asfaltowych (oryg.)
8.	PN-EN 1431:2009	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Oznaczanie zawartości asfaltu i olejów destylacyjnych w emulsjach asfaltowych

Lp.	Numer normy	Tytuł normy
		metodą destylacji
9.	PN-EN 12591:2009	Asfalty i lepiszcza asfaltowe - Wymagania dla asfaltów drogowych (<i>oryg.</i>)
10.	PN-EN 12594:2009	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Przygotowanie próbek do badań
11.	PN-EN 12595:2009	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Oznaczanie lepkości kinematycznej
12.	PN-EN 12596:2009	Asfalty i lepiszcza asfaltowe - Oznaczanie lepkości dynamicznej metodą próżniowej kapilary
13.	PN-EN 12597:2003	Asfalty i produkty asfaltowe – Terminologia
14.	PN-EN 12846:2009	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Oznaczanie czasu wypływu emulsji asfaltowych lepkościomierzem wypływowym (<i>oryg.</i>)
15.	PN-EN 12847:2009	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Oznaczanie sedymentacji emulsji asfaltowych (<i>oryg.</i>)
16.	PN-EN 12848:2009	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Oznaczanie stabilności emulsji asfaltowych w mieszaninie z cementem (<i>oryg.</i>)
17.	PN-EN 12849:2009	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Oznaczanie zdolności emulsji asfaltowych do penetracji (<i>oryg.</i>)
18.	PN-EN 12850:2009	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Oznaczanie wartości pH emulsji asfaltowych (<i>oryg.</i>)
19.	PN-EN 13074:2009	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Oznaczanie lepiszczy z emulsji asfaltowych przez odparowanie
20.	PN-EN 13075-1:2009	Asfalty i lepiszcza asfaltowe Badanie rozpadu – Część 1: Oznaczanie indeksu rozpadu kationowych emulsji asfaltowych, metoda z wypełniaczem mineralnym (<i>oryg.</i>)
21.	PN-EN 13075-2:2003	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Badanie rozpadu – Część 2: Oznaczanie czasu mieszania kationowych emulsji asfaltowych (<i>oryg.</i>)
22.	PN-EN 13357:2003	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Oznaczanie czasu spływania asfaltów upłynnionych rozpuszczalnikiem naftowym lub fluksantem (<i>oryg.</i>)
23.	PN-EN 13398:2009	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Oznaczanie nawrotu sprężystego asfaltów modyfikowanych
24.	PN-EN 13587:2005	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Oznaczanie ciągliwości lepiszczy asfaltowych metodą rozciągania (<i>oryg.</i>)
25.	PN-EN 13588:2009	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Oznaczanie kohezji lepiszczy asfaltowych metodą testu z wahadłowego
26.	PN-EN 13589:2008	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Oznaczanie siły rozciągania asfaltów modyfikowanych, metoda z duktylometrem (<i>oryg.</i>)
27.	PN-EN 13614:2005	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Oznaczanie przyczepności emulsji bitumicznych poprzez zanurzenie w wodzie – Metoda z kruszywem (<i>oryg.</i>)
28.	PN-EN 13703:2009	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Oznaczanie energii odkształcenia
29.	PN-EN 13808:2005	Asfalty i lepiszcza asfaltowe- Zasady specyfikacji kationowych emulsji asfaltowych (<i>oryg.</i>)
30.	PN-EN 14023:2009	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Zasady klasyfikacji asfaltów modyfikowanych polimerami

Lp.	Numer normy	Tytuł normy
31.	PN-EN 14733:2005	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Emulsje asfaltowe, asfalty fluksowane i asfalty upłynnione – Zakładowa Kontrola Produkcji
32.	PN-EN 14769:2006	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Przyśpieszone starzenie długoterminowe metodą pojemnika starzenia ciśnieniowego PAV (<i>oryg.</i>)
33.	PN-EN 14895:2009	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Stabilizacja lepiszczy z emulsji asfaltowych lub asfaltów upłynnionych i fluksowanych
34.	PN-EN 14896:2006	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Oznaczanie lepkości dynamicznej emulsji asfaltowych – Lepkościomierz z trzpieniem obrotowym (<i>oryg.</i>)

1.3 Przegląd norm na metody badań

Od lat pięćdziesiątych XX wieku nie było żadnej polskiej normy ani przedmiotowej, ani na metody badań. Ten brak w krajowej normalizacji w zakresie drogowych emulsji asfaltowych spowodowany był niewłaściwym podziałem kompetencji pomiędzy Zespołami Polskiego Komitetu Normalizacyjnego. Drogowe emulsje asfaltowe nie znajdują się w Zespole Budownictwa, lecz w Zespole Chemii. Opracowana w 1993 r., na zlecenie Generalnej Dyrekcji Dróg Publicznych, przez IBDiM, norma emulsyjna została zatrzymana przez ówczesną Normalizacyjną Komisję Problemową NKP nr 222 i nie ujrzała światła dziennego.

W jej miejsce zostały opracowane „Warunki Techniczne Kationowe emulsje asfaltowe EmA-99”, w których zawarto wymagania i opisano metody badań emulsji asfaltowych. Dokument ten stał się jednocześnie podstawą do udzielania aprobat technicznych jako ZUAT (Zasady Udzielania Aprobat Technicznych) i pomimo upływu czasu jest stosowany do dziś. Aktualnie nie są opracowywane krajowe normy, lecz wprowadzane do stosowania, normy europejskie metodą tłumaczenia tzn. strona tytułowa jest w języku polskim, zaś cała norma w języku angielskim. Następnie są stopniowo tłumaczone na język polski, w ramach Komitetu Technicznego nr 222, który przejął kompetencje od NKP nr 222. Po reorganizacji KT 222 i silnym zaangażowaniu producentów emulsji i stowarzyszenia PSWNA przetłumaczono i poddano obróbce normalizacyjnej kilkanaście norm poczynając od przedmiotowych, przez normy na metody badań, do norm związanych. Wersje polskojęzyczne ukazały się w 2009 r.

W Komitecie Norm Europejskich (CEN) normy emulsyjne opracowywane są w Komitecie Technicznym TC 336, w Grupie Roboczej WG 2/3. Wcześniej był to Komitet TC 19, teraz nieistniejący. Prace w CEN nad opracowaniem i ustanowieniem norm emulsyjnych zostały praktycznie zakończone w 2007 r. Już w 2006 r., rozpoczęto prace nad poprawianiem norm już opracowanych. I tak pakiet 6 norm na metody badań emulsji asfaltowych opublikowanych na początku 2009 r. po przetłumaczeniu na język polski, został już w połowie roku unieważniony i zastąpiony nowymi, zmienionymi, nietłumaczonymi jeszcze normami oznaczonymi „(*oryg.*)”.

1.4 Porównanie metod badań zawartych w EmA-99 z metodami opisanymi w nowych normach

Nowe oznakowanie emulsji asfaltowych wg PN- EN 13808 podano w tablicy 2.

Tablica 2 Oznaczenie skrótowe rodzajów emulsji wg PN-EN 13808, uzupełnione o krajowe symbole (ostatni wiersz)

Pozycja w oznaczeniu	Oznaczenie	Objaśnienie	Numer normy
1	C	Kationowa emulsja asfaltowa	PN-EN 1430 (ładunek cząstek)
2 i 3	Liczba dwucyfrowa	Zawartość lepiszcza, %(m/m) - emulsje bez upłynniacza: liczba = 100 – zawartość wody, - emulsje z upłynniaczem: liczba = pozostałość po destylacji	PN-EN 1428 (zawartość wody) lub PN-EN 1431 (odzyskane lepiszcze i olej podestylacyjny)
4 lub 4 i 5 lub 4,5 i 6	B P F	Określenie rodzaju lepiszcza: - asfalt drogowy - z dodatkiem polimeru - z dodatkiem upłynniacza (ponad 2 %)	PN-EN 12591 (Wymagania wobec asfaltów drogowych) PN-EN 14023 (Wymagania wobec asfaltów modyfikowanych polimerami). Polimer może być dodany przed, podczas lub po emulgacji.
5 lub 6, lub 7 (jeśli dotyczy)	1–7	Klasa indeksu rozpadu	PN-EN 13075-1 (indeks rozpadu)
Uzupełnienie krajowe	-ZM -RC -PU -CWZ -ME -R	- do złączania warstw - do remontów cząstkowych - do powierzchniowych utwaleń - do cienkich warstw na zimno - do mieszanek mineralno- emulsyjnych - do mieszanek mineralno- cementowo-emulsyjnych (m-c-e)	-

W tablicy 3 zestawiono porównanie nowych oznaczeń wg PN-EN 13808 z dotychczas stosowanymi oznaczeniami emulsji asfaltowych zgodnymi z Warunkami Technicznymi EmA-99.

Tablica 3 Przykładowe zestawienie nowych oznaczeń wybranych emulsji asfaltowych, zgodnych z PN-EN 13808 i dotychczas używanych w Polsce wg EmA-99

Oznaczenie zgodne z PN-EN 13808	Dotychczas stosowane w oznaczenia wg EmA-99	Rodzaj emulsji i jej przeznaczenie
C 60 B 3 ZM C 60 B 4 ZM C 60 B 5 ZM	K1-60 K2-60 K3-60	kationowe emulsje asfaltowe do złączania warstw konstrukcji nawierzchni
C 60 BP 4 ZM	K1-60 MP (SBS lub SBR) K1-60 ML (SBR)	kationowe emulsje asfaltowe modyfikowane polimerami do złączania warstw konstrukcji nawierzchni
C 65 B 4 RC C 60 B 4 RC	K1-65, K2-65 K1-60	kationowe emulsje asfaltowe do remontów cząstkowych
C 69 B 3 PU C 65 B 3 PU	K1-70 K1-65	kationowe emulsje asfaltowe do powierzchniowych utwaleń
C 69 BP 3 PU C 65 BP 3 PU	K1-70 MP (SBS lub SBR), ML (SBR) K1-65 MP (SBS), ML (SBR)	kationowe emulsje asfaltowe modyfikowane polimerami do powierzchniowych utwaleń
C 65 BP 5 CWZ C 60 BP 5 CWZ C 60 B 5 CWZ	K1-65 ML (SBR) K1-60 ML (SBR) K3-60	kationowe emulsje asfaltowe do wytwarzania cienkich warstw asfaltowych układanych na zimno
C 65 B 5 ME C 60 B 5 ME C60 B 0 ME	K3 65 K3-60 K4-60	kationowe emulsje asfaltowe do wytwarzania mieszanek mineralno-emulsyjnych, do złączania warstw konstrukcji nawierzchni

Oznaczenie zgodne z PN-EN 13808	Dotychczas stosowane w oznaczenia wg EmA-99	Rodzaj emulsji i jej przeznaczenie
C 60 B 5 R C 60 B 0 R	K3-60 K4-60	kationowe emulsje asfaltowe do wytwarzania mieszanek mineralno-cementowo-emulsyjnych, do złączania warstw konstrukcji nawierzchni

W tablicy 4 podano metody badań i wymagania dla niemodyfikowanych emulsji asfaltowych zawarte w Wymaganiach Technicznych EmA-99.

W tablicy 5 podano metody klasy właściwości kationowych emulsji asfaltowych zawarte w PN-EN 13808.

Tablica 4 Właściwości drogowych emulsji kationowych niemodyfikowanych wg EmA-99

OZNACZENIA	KLASA EMULSJI						
Badane właściwości	Szybkorozpadowe				Średnio-rozpadowe	Wolno-rozpadowe	Nadstabilne
	K1-50	K1-60	K1-65	K1-70	K2	K3	K4
Zawartość lepiszcza, %	45 - 55	58 - 62	63 - 67	68 - 72	50 - 70	54 - 66	54 - 66
Lepkość wg Englera, °E	< 3	3 - 15	> 6		> 3	> 3	> 2
Lepkość BTA ϕ 4 mm, s				> 9	< 15	< 15	< 18
Jednorodność, % # 0,50 mm	< 0,10	< 0,10	< 0,10	< 0,10	< 0,10	< 0,10	< 0,10
Jednorodność, % # 0,16 mm	< 0,25	< 0,25	< 0,25	< 0,25	< 0,25	< 0,25	< 0,25
Sedymentacja, %	$\leq$ 8,0	$\leq$ 5,0	$\leq$ 5,0	$\leq$ 5,0	$\leq$ 5,0	$\leq$ 5,0	$\leq$ 5,0
Przyczepność do kruszywa, %	$\geq$ 85	$\geq$ 85	$\geq$ 85	$\geq$ 85	$\geq$ 85	$\geq$ 85	$\geq$ 85
Indeks rozpadu, g/100g	< 90	< 90	< 90	< 90	80 - 130	> 120	-
Stabilność na cemencie, g							< 2,0

Tablica 5 – Właściwości techniczne i klasy właściwości kationowych emulsji asfaltowych

Klasy właściwości kationowych emulsji asfaltowych												
Właściwości techniczne	EN odniesienia	Jednos- tka	Klasa 0	Klasa 1 ^a	Klasa 2	Klasa 3	Klasa 4	Klasa 5	Klasa 6	Klasa 7	Klasa 8	Klasa 9
Właściwości organoleptyczne	EN 1425	-	NPD	TBR	-	-	-	-	-	-	-	-
Polarność cząstek	EN 1430	-	-	-	dodatnia	-	-	-	-	-	-	-
Indeks rozpadu	EN 13075-1	-	NPD	TBR	≤ 80	50 do 100	70 do 130	120 do 180	170 do 230	≥ 220	-	-
Stabilność podczas mieszania z cementem	EN 12848	g	NPD	TBR	≤ 2	> 2	-	-	-	-	-	-
Czas mieszalności	EN 13075-2	s	NPD	TBR	≥ 180	≥ 300	-	-	-	-	-	-
Zdolność do penetracji	EN 12849	min	NPD	TBR	-	-	-	-	-	-	-	-
Zawartość lepiszcza ^b (poprzez oznaczanie zawartości wody)	EN 1428	% (m/m)	NPD	TBR	38 do 42	48 do 52	53 do 57	58 do 62	63 do 67	65 do 69	67 do 71	≥ 70
Zawartość lepiszcza pozostałego po destylacji ^c	EN 1431	% (m/m)	NPD	TBR	≥ 38	≥ 48	≥ 53	≥ 58	≥ 63	≥ 65	≥ 67	≥ 70
Zawartość oleju podestylacyjnego ^d	EN 1431	% (m/m)	NPD	TBR	≤ 2,0	≤ 3,0	≤ 5,0	≤ 8,0	≤ 10,0	5-15	> 15	—
Czas wypływu Ø 2 mm w 40 °C	EN 12846	s	NPD	TBR	≤ 20	15 do 45	35 do 80	70 do 130	-	-	-	-
Czas wypływu Ø 4 mm w 40 °C	EN 12846	s	NPD	TBR	-	-	-	-	10 do 45	30 do 70	50 do 100	-
Czas wypływu Ø 4 mm w 50 °C	EN 12846	s	NPD	TBR	-	-	-	-	-	-	-	25 do 50
Lepkość dynamiczna w 40 °C	EN 14896	mPa s	NPD	TBR	DV	-	-	-	-	-	-	-
Pozostałość na sicie	EN 1429											
sito 0,5 mm		% (m/m)	NPD	TBR	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,5	-	-	-	-	
sito 0,16 mm		% (m/m)	NPD	TBR	≤ 0,25	≤ 0,5	-	-	-	-	-	
Pozostałość na sicie (7 dni magazynowania)	EN 1429											
Sito 0,50 mm		% (m/m)	NPD	TBR	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,5	-	-	-	-	
Sedymentacja (po 7 dniach magazynowania)	EN 12847	% (m/m)	NPD	TBR	≤ 5	≤ 10	-	-	-	-	-	
Adhezja	EN 13614	% pokrycia powierz- chni	NPD	TBR	≥ 75	≥ 90						

Tablica 5 (ciąg dalszy) – Właściwości techniczne i klasy właściwości kationowych emulsji asfaltowych

UWAGA Niektóre modyfikowane kationowe emulsje asfaltowe o wysokiej lepkości nie są trwale i/lub stwarzają trudność w operowaniu nimi w temperaturze pokojowej. W konsekwencji zalecane jest przechowywanie tych emulsji w temperaturze wyższej niż 50 °C w czasie pomiędzy pobraniem a badaniem próbek. Dodatkowo zaleca się, aby badania laboratoryjne emulsji modyfikowanych były przeprowadzane w takim czasie, w którym emulsje są stabilne.

- ^a Klasa 1, TBR, nie może być zastosowana do wystawionej, zgodnie z obowiązującym prawem, deklaracji zgodności i do znakowania.
- ^b Zawartość lepiszcza w emulsji, oznaczona metodą opisaną w EN 1428, powinna być określana jako [100 - zawartość wody.]
- ^c Zawartość lepiszcza oznaczonego metodą destylacyjną opisaną w EN 1431 powinna być wyrażona jako procent masowy lepiszcza pozostałego po destylacji + procent masowy oleju oddestylowanego].
- ^d Zawartość oleju podestylacyjnego *m* wyrażona procentem masowym może być oznaczona dla dużych ilości rozpuszczalnika po oznaczeniu gęstości zgodnie z EN ISO 3838 oraz po oznaczeniu procentowego udziału objętościowego w destylacie otrzymanym zgodnie z EN 1431. Jeżeli oznaczenie gęstości nie jest możliwe tą metodą, można przyjąć wartość 0,850.

W tablicy 6 zestawiono porównanie 7 dotychczasowych metod badań wg EmA-99 z metodami wprowadzanymi przez nowe normy.

Tablica 6 Porównanie metod badań

Właściwości emulsji wg EN 13808	Metody badań wg PN-EN	Jednos- tki	Właściwości emulsji wg EmA-99	Metody Badań wg EmA-99
Indeks rozpadu	13075-1	g/100g	Indeks rozpadu	p. 5.10
Stabilność na cemencie	12848	g	Stabilność na cemencie	p. 5.11
Zawartość lepiszcza (z oznaczenia wody)	1428	% (m/m)	Zawartość lepiszcza (z oznaczenia wody)	p. 5.2
-	-	s	Czas wypływu 4 mm w 20°C	p. 5.5
Czas wypływu 2 mm w 40°C	12846	s	-	-
Czas wypływu 4 mm w 40°C	12846	s	-	-
Pozostałość na sicie - 0,50 mm - 0,16 mm	1429	% (m/m)	Pozostałość na sicie - 0,50 mm - 0,16 mm	p. 5.6
Pozostałość na sicie po 7 dniach	1429	% (m/m)	-	-
-	-	-	Sedymentacja po 5 dniach	p. 5.8
Tendencja do rozwarstwiania po 7 dniach	12847	% (m/m)	-	-
Przyczepność przez odmywanie wodą	13614	%	-	-
-	-	%	Przyczepność do kruszywa	p. 5.9
Rodzaj asfaltu				
Właściwości pozostałości - PiK, - Penetracja	1427 1426	°C 0,1 mm	Tylko emulsje modyfikowane	

Największa różnica jest widoczna w klasyfikacji rodzajów emulsji. Zniknął podział na emulsje szybko, średnio, wolnorozpadowe i nadstabilne. Związane to jest ze zmianami w oznaczaniu m.in. indeksu rozpadu. Także podział ze względu na zawartość asfaltu jest drugoplanowy. Jako podstawę przyjęto kryterium zastosowania. Wydzielono 8 klas właściwości i podjęto próbę określenia wymagań dla każdego z nich. Klasa przestaje być przywiązana do jednego rodzaju emulsji. Klasa określa grupę właściwości. Na przykład emulsja C60 B 3 (kationowa szybko rozpadowa 60 % (m/m) asfaltu) ze względu na indeks rozpadu będzie w klasie 2, ze względu na zawartość asfaltu w klasie 5, ze względu na czas wypływu z kubka 2 mm w 40°C w klasie 2 itd.

Nowością jest uwzględnienie właściwości lepiszcza stosowanego do produkcji emulsji asfaltowych – określono 5 klas ze względu na wartość penetracji i 3 klasy ze względu na temperaturę mięknięcia. Niestety sposób przygotowania próbki do tego badania, poprzez destylację w temperaturze 215-260°C wg PN-EN 1431 i badanie pozostałości nie jest dokładny. Asfalt otrzymany jako pozostałość po destylacji, to nie jest ten sam asfalt, z którego wykonano emulsję. Więc informacja o penetracji i PiK tego asfaltu daje bardzo ograniczoną informację, na pewno nie informuje o rodzaju asfaltu użytego do wytworzenia emulsji. Asfalt po destylacji będzie miał zawsze penetrację niższą niż wyjściowy, co udowodnili przed laty badacze amerykańscy (5). Do szczególnie dużych różnic pomiędzy asfaltem wyjściowym a pozostałością po destylacji dochodzi w przypadku emulsji modyfikowanych.

Próba usunięcia tradycyjnego podziału emulsji asfaltowych według czasu czy jak ostatnio indeksu rozpadu nie jest chyba najzręczniejsza. Wprowadzi na wiele lat taki zamęt, że przeciętny odbiorca emulsji będzie musiał odbyć gruntowne przeszkolenie, aby połapać się która emulsja do czego służy. Miejmy jednak nadzieję, że poziom wiedzy krajowych producentów i odbiorców emulsji asfaltowych jest na tyle wysoki, że stopniowo wprowadzane zmiany nie sprawią im zbyt wiele kłopotów.

Normy na metody badań nie wprowadzają większych zmian, niemniej jednak pojawiają się w nich dość istotne modyfikacje dotąd stosowanych metod opisanych w EmA 99 (3). Takim przykładem może być wprowadzenie nowego alternatywnego materiału do oceny indeksu rozpadu obok stosowanego powszechnie piasku kwarcowego Sikaisol. Wprowadzono zmiany w metodach oznaczania poszczególnych właściwości emulsji asfaltowych wiążą się z koniecznością zakupu nowej aparatury.

Do oznaczania zawartości lepiszcza w emulsji asfaltowej pozostawiono metodę destylacji azeotropowej, zmieniono jednak kształt nasadki azeotropującej, dopuszczając jednak dotychczas stosowaną. W kraju stosowana jest do badania zawartości asfaltu w emulsjach asfaltowych metoda wagowa, prosta, szybka i dokładna w odniesieniu do emulsji nie zawierających upłynniacza. Konieczne będzie porównanie obu metod i ustalenie zakresu ich stosowalności.

W zakresie oznaczania lepkości emulsji metodami oznaczania czasu wypływu wprowadzono największe zmiany. W nowej normie zrezygnowano z oznaczania lepkości w lepkościomierzu Englera. Czas wypływu będzie mierzony w kubkach BTA w temperaturze 40°C stosując kubki o średnicy dyszy wypływowej 2 mm i 4 mm. Dotąd stosowany był tylko kubek ϕ 4mm i pomiar w temperaturze 20°C. Dostosowanie się do nowej normy będzie wymagało największego zachodu.

Oznaczenie pozostałości na sitach pozostawiono bez zmian w porównaniu z dotychczas stosowanym oznaczeniem jednorodności. Nie będzie konieczności zakupu nowego wyposażenia.

W zakresie oznaczenia sedymentacji nastąpiły istotne zmiany. Zmieniono wielkość cylindrów pomiarowych i metodykę postępowania znacznie ją komplikując, co jednak wpływa na uzyskanie bardziej wiarygodnych wyników. Metoda ta nie jest lubiana przez producentów, bowiem jest długotrwała i często wykazuje niespełnienie wymagań. Ewentualnie może być zastąpiona metodą oznaczania pozostałości na sicie po 7 dniach. W tym drugim przypadku

powstaje pytanie, czy po 7 dniach od wyprodukowania, czy po dowolnych 7 dniach w okresie trwałości emulsji.

Oznaczenie przyczepności przez odmywanie wodą wprowadzane normą jest kompletnie innym oznaczeniem i będzie wymagało długich prób nad walidacją tej metody. Po przeprowadzeniu prób będzie można zdecydować, którą metodę stosować w przyszłości. Ze wstępnych prób wynikają istotne zastrzeżenia do nowej metody.

Indeks rozpadu oznaczany będzie w podobny sposób, lecz zmieniono rodzaj piasku stosowanego do prób, co będzie wymagało przeprowadzeniu wielu prób po zakupieniu piasku Forshamer ze Szwecji. Zdecydowano ostatecznie o pozostaniu przy piasku SIKAISOL.

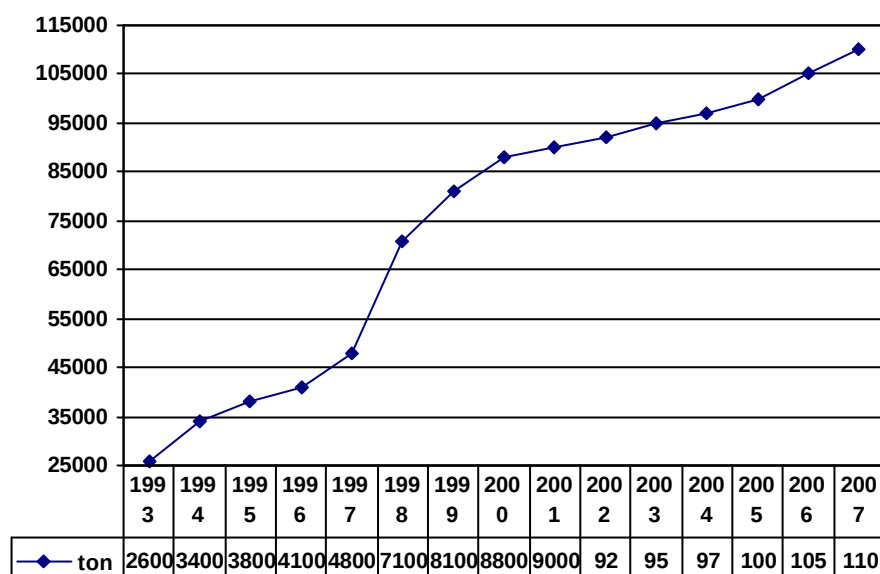
Stabilność na cemencie będzie oznaczana w podobny sposób jak dotychczas z uwzględnieniem niewielkich zmian.

1.5 Produkcja emulsji w kraju

Na terenie Polski istniało w 1992 roku 5 wytwórni emulsji asfaltowych, kiedy to Generalna Dyrekcja Dróg Publicznych wydała, podyktowany względami ekologicznymi, zakaz stosowania smół zwykłych i stabilizowanych,. W 1993 roku otwarto 5 następnych wytwórni, a od 2003 roku działa ich już około 22.

W latach 1993-2007 systematycznie rośnie produkcja i zużycie emulsji asfaltowych, co zilustrowano na rys. 1.

Ilość wyprodukowanej emulsji przypadającej średnio na jedną wytwórnię wynosi niewiele ponad 5 tys. ton rocznie.



Rys 1. Produkcja emulsji asfaltowych w Polsce w latach 1993-2007

Literatura

1. Bitumen Emulsions. General information applications, SFERB, Paris, 1991
2. Katalog nawierzchni podatnych i półsztywnych, IBDiM, 2000
3. Warunki Techniczne "Drogowe kationowe emulsje asfaltowe EmA-99", Seria I, Zeszyt 60, IBDiM, Warszawa 1999 r
4. Warunki Techniczne "Drogowe kationowe emulsje asfaltowe" Seria I, Zeszyt 47, IBDiM, Warszawa 1994 r
5. Distillation of polymer-modified asphalt emulsions, Joe W. Button,, First World Congress on Emulsion, vol. 3, 4-40/004, Paris, 1993

2 Analiza dokumentów aplikacyjnych francuskich i niemieckich

2.1 Projekt krajowego dokumentu aplikacyjnego francuskiego

Podobnie jak w kraju, także we Francji, ojczyźnie emulsji asfaltowych, w pierwszym etapie opracowano wymagania techniczne stanowiące krajowy dokument aplikacyjny.

Wymagania dotyczące emulsji zawarto w 8 tablicach, które podają dla poszczególnych zastosowań odpowiednie sugerowane charakterystyki.

W kolejnym etapie pozostawiono to opracowanie jako specyfikację techniczną i opracowano załącznik krajowy do EN 13808. W załączniku powrócono do utrwalonego od dziesięcioleci nazewnictwa i podziału emulsji na szybko-, średnio-, wolnorozpadowe i nadstabilne, co zilustrowano w kolejnej tablicy.

Podział emulsji z uwagi na zastosowanie może mieć krótką żywotność, bowiem obserwujemy szybki postęp w technologiach drogowych i mogą pojawić się nowe nie uwzględnione w wykazie zastosowania emulsji asfaltowych.

W kolejnych tablicach uwzględniono następujące zastosowania emulsji asfaltowych:

Tablica 7	Powierzchniowe utrwalenia (ESU)
Tablica 8 -	Naprawy cząstkowe
Tablica 9 -	Złączanie warstw konstrukcji nawierzchni
Tablica 10 -	Penetracja wgłębna i powierzchniowa
Tablica 11 -	Cienkie warstwy na zimno (ECF)
Tablica 12 -	Mieszanki mineralno-asfaltowe do magazynowania (EFS)
Tablica 13 -	Mieszanki m-c-e
Tablica 14 -	Mieszanki mineralno-emulsyjne (GE)

Tablice od 7 do 10 dotyczą zastosowań związanych ze skrapianiem, natomiast tablice od 11 do 14 dotyczą zastosowań mieszanek mineralno-asfaltowych.

Wymagania dotyczące specyfikacji asfaltu do produkcji emulsji po odparowaniu (EN 13074) stanowią przedmiot tablicy 15.

Wymagania dotyczące specyfikacji asfaltu do produkcji emulsji po odparowaniu (EN 13074) i poddane próbie stabilizacji (EN 895), po której ewentualnie odbyła się próba starzenia (EN 14769), stanowią przedmiot tablicy 16.

Każda z tych tablic przedstawia główne wymagania francuskie, za wyjątkiem parametrów, które są identyczne dla wszelkich emulsji kationowych, takich jak ocena organoleptyczna (EN 1425) czy ładunek cząstek asfaltu (EN 1430).

W tablicach znajdują się komórki zaznaczone na czarno, na szaro lub na białą. Klasa zalecana jest umieszczona w komórce zaznaczonej na czarno, klasy akceptowalne na szaro, zaś klasy niezalecane na białą.

Tablica 7 Klasy właściwości emulsji asfaltowych do powierzchniowych utrwaleń

Właściwość badana	Norma	Wymagania stawiane emulsjom asfaltowym									
		jednostka	Klasa 1	Klasa 2	Klasa 3	Klasa 4	Klasa 5	Klasa 6	Klasa 7	Klasa 8	Klasa 9
Indeks rozpadu	EN 13075-1	brak	TBR	≤ 80	50 do 100	70 do 130	120 do 180	170 do 230	≥ 220	-	-
Zawartość lepiszcza (miara zawartości wody)	EN 1428	% (m/m)	TBR	38 do 42	48 do 52	53 do 57	58 do 62	63 do 67	65 do 69	67 do 71	> 71
Zawartość destylatu olejowego	EN 1431	% (m/m)	TBR	≤ 2,0 [*]	≤ 3,0	≤ 5,0	≤ 8,0	≤ 10,0	5-15	> 15	-
Czas wypływu, 2 mm w 40°C	EN 12846	s	TBR	≤ 20	15 do 45	35 do 80	70 do 130	-	-	-	-
Czas wypływu, 4 mm w 40°C	EN 12846	s	TBR	-	-	-	-	10 do 45	30 do 70	50 do 100	-
Pozostałość na sicie	EN 1429										
Sito 0,5 mm		% (m/m)	TBR	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,5	-	-	-	-	
Sito 0,16 mm		% (m/m)	TBR	≤ 0,25	≤ 0,5	-	-	-	-	-	
Przyczepność	EN 13614	% couvert	TBR	≥ 75	≥ 90	-	-	-	-	-	
Składowalność	EN 1429										
Sito 0,5 mm		% (m/m)	TBR	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,5	-	-	-	-	
Lepkość dynamiczna przy 40°C	EN 14896	m Pa.s	TBR	DV	-	-	-	-	-	-	-

[*] Jeśli zawartość wynosi 0 %, producent powinien to zadeklarować

Tablica 8 Klasy właściwości emulsji asfaltowych stosowanych w remontach cząstkowych

Wymagania techniczne	Norma	Wymagania stawiane emulsjom asfaltowym								
		Jedn.	Klasa 1	Klasa 2	Klasa 3	Klasa 4	Klasa 5	Klasa 6	Klasa 7	Klasa 8
Indeks rozpadu	EN 13075-1	brak	TBR	≤ 80	50 do 100	70 do 130	120 do 180	170 do 230	≥ 220	-
Zawartość lepiszcza (miara zawartości wody)	EN 1428	% (m/m)	TBR	38 do 42	48 do 52	53 do 57	58 do 62	63 do 67	65 do 69	67 do 71
Zawartość destylatu olejowego	EN 1431	% (m/m)	TBR	≤ 2,0 [*]	≤ 3,0	≤ 5,0	≤ 8,0	≤ 10,0	5-15	> 15
Czas wypływu, 2 mm w 40°C	EN 12846	s	TBR	≤ 20	15 do 45	35 do 80	70 do 130	-	-	-
Czas wypływu, 4 mm w 40°C	EN 12846	s	TBR	-	-	-	-	10 do 45	30 do 70	50 do 100
Pozostałość na sicie	EN 1429									
Sito 0,5 mm		% (m/m)	TBR	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,5	-	-	-	-
Sito 0,16 mm		% (m/m)	TBR	≤ 0,25	≤ 0,5	-	-	-	-	-
Przyczepność	EN 13614	% couvert	TBR	≥ 75	≥ 90	-	-	-	-	-
Składowalność	EN 1429									
Sito 0,5 mm		% (m/m)	TBR	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,5	-	-	-	-
Lepkość dynamiczna przy 40°C	EN 14896	m Pa.s	TBR	DV	-	-	-	-	-	-

[*] Jeśli zawartość wynosi 0 %, producent powinien to zadeklarować

Tablica 9 Klasy właściwości emulsji asfaltowych do złączania warstw konstrukcyjnych nawierzchni

Właściwość badana	Wymagania stawiane emulsjom asfaltowym										
	Norma	Jedn.	Klasa 1	Klasa 2	Klasa 3	Klasa 4	Klasa 5	Klasa 6	Klasa 7	Klasa 8	Klasa 9
Indeks rozpadu	EN 13075-1	brak	TBR	≤ 80	50 do 100	70 do 130	120 do 180	170 do 230	≥ 220	-	-
Zawartość lepiszcza (miara zawartości wody)	EN 1428	% (m/m)	TBR	38 do 42	48 do 52	53 do 57	58 do 62	63 do 67	65 do 69	67 do 71	≥ 70
Zawartość destylatu olejowego	EN 1431	% (m/m)	TBR	≤ 2,0 (*)	≤ 3,0	≤ 5,0	≤ 8,0	≤ 10,0	5-15	> 15	-
Czas wypływu, 2 mm w 40°C	EN 12846	s	TBR	< 20	15 do 45	35 do 80	70 do 130	-	-	-	-
Czas wypływu. 4 mm w 40°C	EN 12846	s	TBR	-	-	-	-	10 do 45	30 do 70	50 do 100	-
Pozostałość na sicie: Sito 0,5 mm Sito 0,16 mm	EN 1429										
		% (m/m)	TBR	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,5	-	-	-	-	
		% (m/m)	TBR	≤ 0,25	≤ 0,5	-	-	-	-	-	
Składowalność	EN 1429										
Sito 0,5 mm		% (m/m)	TBR	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,5	-	-	-	-	
Lepkość dynamiczna przy 40°C	EN 14896	m Pa.s	TBR	DV	-	-	-	-	-	-	

[*] Jeśli zawartość wynosi 0 %, producent powinien to zadeklarować

Tablica 10 Klasy właściwości emulsji asfaltowych do penetracja wgłębnej i powierzchniowej [*]

Właściwość badana	Norma	Wymagania stawiane emulsjom asfaltowym							
		Jedn.	Klasa 1	Klasa 2	Klasa 3	Klasa 4	Klasa 5	Klasa 6	Klasa 7
Indeks rozpadu	EN 13075-1	brak	TBR	≤ 80	50 do 100	70 do 130	120 do 180	170 do 230	≥ 220
Zawartość lepiszcza (miara zawartości wody)	EN 1428	% (m/m)	TBR	38 do 42	48 do 52	53 do 57	58 do 62	63 do 67	65 do 69
Zawartość destylatu olejowego	EN 1431	% (m/m)	TBR	≤ 2,0	≤ 3,0	≤ 5,0	≤ 8,0	≤ 10,0	5-15
Czas wypływu, 2 mm w 40°C	EN 12846	s	TBR	≤ 20	15 do 45	35 do 80	70 do 130	-	-
Czas wypływu. 4 mm w 40°C	EN 1429								
Pozostałość na sicie		% (m/m)	TBR	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,5	-	-	-
Sito 0,5 mm		% (m/m)	TBR	≤ 0,25	≤ 0,5	-	-	-	-
Składowalność	EN 1429								
Sito 0,5 mm		% (m/m)	TBR	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,5	-	-	-
Lepkość dynamiczna przy 40°C	EN 14896	m Pa.s	TBR	DV	-	-	-	-	-

(*) Dla warstw materiałów stabilizowanych lepiszczami hydraulicznymi, należy sugerować, by producent podawał ph emulsji.

Tablica 11 Klasy właściwości emulsji asfaltowych do cienkich warstw na zimno [*]

Właściwość badana	Norma	Wymagania stawiane emulsjom asfaltowym							
		Jedn.	Klasa 1	Klasa 2	Klasa 3	Klasa 4	Klasa 5	Klasa 6	Klasa 7
Indeks rozpadu	EN 13075-1	brak	TBR	≤ 80	50 do 100	70 do 130	120 do	170 do 230	≥ 220
Zawartość lepiszcza (miara zawartości wody)	EN 1428	% (m/m)	TBR	38 do 42	48 do 52	53 do 57	58 do 62	63 do 67	65 do 69
Zawartość destylatu olejowego	EN 1431	% (m/m)	TBR	≤ 2,0 [*]	≤ 3,0	≤ 5,0	≤ 8,0	≤ 10,0	5 - 15
Czas wypływu, 2 mm przy 40°C	EN 12846	s	TBR	≤ 20	15 do 45	35 do 80	70 do 130	-	-
Czas wypływu, 4 mm przy 40°C	EN 12846	s	TBR	-	-	-	-	10 do 45	30 do 70
Pozostałość na sicie Sito 0,5 mm	EN 1429								
Składowalność		% (m/m)	TBR	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,5	-	-	-
		% (m/m)	TBR	≤ 0,25	≤ 0,5	-	-	-	-
Sito 0,5 mm	EN 1429								
Sito 0,5 mm		% (m/m)	TBR	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,5	-	-	-
Lepkość dynamiczna przy 40° C	EN 14896	m Pa.s	TBR	DV	-	-	-	-	-
Stabilność na cemencie	EN 12848	g	TBR	≤ 2	> 2	-	-	-	-

[*] Jeśli zawartość wynosi 0 %, producent powinien to zadeklarować

Tablica 12 Klasy właściwości emulsji asfaltowych do mieszanek mineralno-asfaltowych do magazynowania

Właściwość badana	Norma	Wymagania stawiane emulsjom asfaltowym									
		Jedn.	Klasa 1	Klasa 2	Klasa 3	Klasa 4	Klasa 5	Klasa 6	Klasa 7	Klasa 8	Klasa 9
Indeks rozpadu	EN 13075-1	brak	TBR	≤ 80	50 do 100	70 do 130	120 do 180	170 do 230	> 220	-	-
Zawartość lepiszcza (miara zawartości wody)	EN 1428	% (m/m)	TBR	38 do 42	48 do 52	53 do 57	58 do 62	63 do 67	65 do 69	67 do 71	≥ 70
Zawartość destylatu olejowego	EN 1431	% (m/m)	TBR	≤ 2,0	≤ 3,0	≤ 5,0	≤ 8,0	≤ 10,0	5-15	> 15 (*)	-
Czas wypływu 2 mm w 40°C	EN 12846	s	TBR	≤ 20	15 do 45	35 do 80	70 do 130	-	-	-	-
Czas wypływu 4 mm w 40°C	EN 12846	s	TBR	-	-	-	-	10 do 45	30 do 70	50 do 100	-
Pozostałość na sicie	EN 1429										
Sito 0,5 mm		% (m/m)	TBR	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,5	-	-	-	-	
Sito 0,16 mm		% (m/m)	TBR	≤ 0,25	≤ 0,5	-	-	-	-	-	
Przyczepność	EN 13614	%	TBR	≥ 75	≥ 90	-	-	-	-	-	
Składowalność	EN 1429										
Sito 0,5 mm		% (m/m)	TBR	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,5	-	-	-	-	
Lepkość dynamiczna przy 40°C	EN 14896	m Pa.s	TBR	DV	-	-	-	-	-	-	

(*) Jeżeli zawartość destylatu olejowego przekracza mocno 15 %, producent powinien to zadeklarować.

Tablica 13 Klasy właściwości emulsji asfaltowych do recyklingu na zimno (m-c-e)

Właściwość badana	Norma	Wymagania stawiane emulsjom asfaltowym								
		Jedn.	Klasa 1	Klasa 2	Klasa 3	Klasa 4	Klasa 5	Klasa 6	Klasa 7	Klasa 8
Indeks rozpadu	EN 13075-1	brak	TBR	≤ 80	50 do 100	70 do 130	120 do 180	170 do 230	≥ 220	-
Stabilność na cemencie	EN 12848	g	TBR	≤ 2	-	-	-	-	-	-
Zawartość lepiszcza (miara zawartości wody)	EN 1428	% (m/m)	TBR	38 do 42	48 do 52	53 do 57	58 do 62	63 do 67	65 do 69	67 do 71
Zawartość destylatu olejowego	EN 1431	% (m/m)	TBR	≤ 2,0 [*]	≤ 3,0	≤ 5,0	≤ 8,0	≤ 10,0	5-15	> 15
Czas wypływu 2 mm w 40°C	EN 12846	s	TBR	≤ 20	15 do 45	35 do 80	70 do 130	-	-	-
Pozostałość na sicie	EN 1429									
Sito 0,5 mm		% (m/m)	TBR	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,5	-	-	-	-
Sito 0,16 mm		% (m/m)	TBR	≤ 0,25	≤ 0,5	-	-	-	-	-
Składowalność	EN 1429									
Sito 0,5 mm		% (m/m)	TBR	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,5	-	-	-	-
Lepkość dynamiczna przy 40°C	EN 14896	m Pa.s	TBR	DV	-	-	-	-	-	-

[*] Jeśli zawartość wynosi 0 %, producent powinien to zadeklarować

Tablica 14 Klasy właściwości emulsji asfaltowych do mieszanek mineralno-emulsyjnych

Właściwość badana	Norma	Wymagania stawiane emulsjom asfaltowym								
		Jedn.	Klasa 1	Klasa 2	Klasa 3	Klasa 4	Klasa 5	Klasa 6	Klasa 7	Klasa 8
Indeks rozpadu	EN 13075-1	brak	TBR	≤ 80	50 do 100	70 do 130	120 do 180	170 do 230	≥ 220	-
Zawartość lepiszcza (miara zawartości wody)	EN 1428	% (m/m)	TBR	38 do 42	48 do 52	53 do 57	58 do 62	63 do 67	65 do 69	65 do 71
Zawartość destylatu olejowego	EN 1431	% (m/m)	TBR	≤ 2,0 [*]	≤ 3,0	≤ 5,0	≤ 8,0	≤ 10,0	5-15	> 15
Czas wypływu 2 mm przy 40°C	EN 12846	s	TBR	≤ 20	15 do 45	35 do 80	70 do 130	-	-	-
Pozostałość na sicie	EN 1429									
Sito 0,5 mm		%	TBR	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,5	-	-	-	-
Sito 0,16 mm		%	TBR	≤ 0,25	≤ 0,5	-	-	-	-	-
Przyczepność	EN 1429									
Składowalność		% (m/m)	TBR	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,5	-	-	-	-
Lepkość dynamiczna przy 40°C	EN 14896	m Pa.s	TBR	DV	-	-	-	-	-	-

[*] Jeśli zawartość wynosi 0 %, producent powinien to zadeklarować

Tablica 15 Klasy właściwości lepiszczy z odzysku po odparowaniu (EN 13074)

Właściwość badana	Norma	Jedn.	Wymagania stawiane emulsjom asfaltowym						
			Klasa 0 (*)	Klasa 2(**)	Klasa 3 (**)	Klasa 4 (**)	Klasa 5 (**)	Klasa 6 (**)	Klasa 7 (**)
Metoda odzysku : Przez odparowanie	EN 13074	—	—	—	—	—	—	—	—
Penetracja przy 25°C	EN 1426	0,1 mm	NPD	≤ 50	≤ 100	≤ 150	≤ 220	≤ 330	> 330 (***)
Temperatura mięknięcia	EN 1427	°C	NPD	≥ 55	≥ 50	≥ 43	≥ 39	≥ 35	≤ 35
Kohezja (wyłącznie dla emulsji zmodyfikowanych)									
Kohezji metodą testu wahadłowego	EN 13588	J/cm²	NPD	≥ 0,5	≥ 0,7	≥ 1,0	≥ 1,2	≥ 1,4	—

(*) Klasa 0 stosuje się do wszystkich emulsji, których zawartość destylatu olejowego jest klasy równej lub wyższej od 3 ;wybór tej klasy 0 tłumaczy się niewysoką wiarygodnością metody testowej.

(**)Klasy od 2 do 7 stosuje się wyłącznie do emulsji, których zawartość destylatu olejowego jest klasy 2

(***) Zgodnie z NF EN 1426, jeżeli wartość penetracji w 25 °C, 100 g i 5 s jest wyższa od do 330 x 0,1 mm, próba powinna zostać ponownie przeprowadzona przy 15 °C, 100 g i 5 s

Tablica 16 Specyfikacje odnośnie lepiszczy z odzysku po odparowaniu oraz poddanych próbie stabilizacji, po której ewentualnie następuje próba starzenia

			Klasy przyjęte w Tablicy 10 po <u>stabilizacji</u> (EN 14895)	Klasy przyjęte w Tablicy 10 po <u>stabilizacji i starzeniu</u> (EN 14895 a potem EN 14769)
Właściwość badana	Norma	Jedn.	Klasa 1	Klasa 2
Stabilizacja lepiszcza	prEN 14895	Brak	—	—
Metoda starzenia : Starzenie przyspieszone PAV	prEN 14769	Brak	Brak odpowiednika	—
Penetracja przy 25°C	EN 1426	0,1 mm	TBR	DV
Temperatura mięknięcia	EN 1427	°C	TBR	DV
Kohezja (wyłącznie dla emulsji zmodyfikowanych)				
Kohezji metodą testu wahadłowego	EN 13588	J/cm²	TBR	DV

Poniższe dwa przykłady, wybrane – pierwszy z zakresu zastosowań skrapianiem – drugi z zastosowań do mieszanek mineralno-asfaltowych – ilustrują sposób korzystania w praktyce z powyższych Tablic.

Przykład pierwszy :

Emulsja kationowa o zawartości 69 % lepiszcza, wyprodukowana na bazie asfaltu drogowego, modyfikowanego polimerami , o indeksie rozpadu klasy 2, przeznaczona do stosowania przy utrwaleniach powierzchniowych (C 69 BP 2).

► Klasy charakterystyk emulsji:

• Indeks rozpadu	:	≤ 80	(Klasa 2)
• Zawartość lepiszcza	:	67 do 71 %	(Klasa 8)
• Zawartość destylatu olejowego	:	≤ 2,0 %	(Klasa 2)
• Czas wypływu, 4 mm przy 40 °C	:	10 do 45 s	(Klasa 6)
• Pozostałość na sicie 0,50 mm	:	≤ 0,1 %	(Klasa 2)
• Pozostałość na sicie 0,16 mm	:	≤ 0,25 %	(Klasa 2)
• Przyczepność	:	≥ 90 %	(Klasa 3)
• Składowalność na sicie 0,5 mm	:	≤ 0,2 %	(Klasa 3)
• Lepkość dynamiczna przy 40 °C	:	TBR	(Klasa 1)

► Klasy charakterystyk lepiszcza z odzysku po odparowaniu (Tablica 15) :

• Penetracja przy 25 °C	:	≤ 220 x 0,1 mm	(Klasa 5)
• Temperatura mięknięcia	:	≥ 43 °C	(Klasa 4)
• Kohezja testem wahadłowym	:	≥ 1,2 J/cm ²	(Klasa 5)

► Klasy charakterystyk lepiszcza z odzysku po odparowaniu i stabilizacji (Tablica 16) :

• Penetracja przy 25 °C	:	TBR	(Klasa 1)
• Temperatura mięknięcia	:	TBR	(Klasa 1)
• Kohezja testem wahadłowym	:	TBR	(Klasa 1)

► Klasy charakterystyk lepiszcza z odzysku po odparowaniu, stabilizacji i starzeniu:

• Penetracja przy 25 °C	:	DV	(Klasa 2)
• Temperatura mięknięcia	:	DV	(Klasa 2)
• Kohezja testem wahadłowym	:	DV	(Klasa 2)

Przykład drugi :

Emulsja kationowa 60 % , wyprodukowana na bazie asfaltu drogowego nie modyfikowanego, o indeksie rozpadu klasy 6, przeznaczona do stosowania dla mieszanek mineralno-asfaltowych (C 60 B 6).

► Klasy charakterystyk emulsji (Tablica 6) :

• Indeks rozpadu	:	170 do 230	(Klasa 6)
• Zawartość lepiszcza	:	58 do 62 %	(Klasa 5)
• Zawartość destylatu olejowego	:	0,0 %	(Klasa 2)
• Czas wypływu 2 mm przy 40 °C	:	35 do 80 s	(Klasa 4)
• Pozostałość na sicie 0,5 mm	:	≤ 0,1 %	(Klasa 2)
• Pozostałość na sicie 0,16 mm	:	≤ 0,25 %	(Klasa 2)
• Składowalność na sicie 0,5 mm	:	≤ 0,2 %	(Klasa 3)
• Lepkość dynamiczna przy 40 °C	:	TBR	(Klasa 1)
• Stabilność na cemencie	:	> 2g	(Klasa 3)

► Klasy charakterystyk lepiszcza z odzysku po odparowaniu:

• Penetracja przy 25 °C	:	≤ 150 x 0,1 mm	(Klasa 4)
• Temperatura mięknięcia	:	≥ 39 °C	(Klasa 5)

- ▶ Klasy charakterystyk lepiszcza z odzysku po odparowaniu i stabilizacji (Tablica 11) :
 - Penetracja przy 25 °C : TBR (Klasa 1)
 - Temperatura mięknięcia : TBR (Klasa 1)
- ▶ Klasy charakterystyk lepiszcza z odzysku po odparowaniu, stabilizacji i starzeniu:
 - Penetracja przy 25 °C : DV (Klasa 2)
 - Temperatura mięknięcia : DV (Klasa 2)

TBR – oznacza „do zadeklarowania”, czyli producent powinien podać informację razem z wyrobem, ale nie musi,

NPD – oznacza „zastosowanie nieokreślone”, czyli tak oznaczona właściwość nie podlega kontroli,

DV – oznacza „wartość deklarowana” , czyli producent jest zobowiązany do podania żądanej wartości

2.2 Francuski załącznik krajowy do normy emulsyjnej

Ze względów formalnych ostatecznie opracowano we Francji załącznik krajowy do EN 13808, w miejsce dokumentu aplikacyjnego. Zrezygnowano w nim z dedykowania różnych klas właściwości emulsji na pogrupowanie ich wg właściwości. W poprzednim systemie pewne rodzaje emulsji dublowały się. Ten sam rodzaj emulsji mógł być stosowany do różnych zastosowań.

Poniżej podano w tablicy 17 wymagania dla emulsji asfaltowych zgodnie z EN 13808 tablica 5 oraz w tablicy 18 wymagania dla lepiszczy asfaltowych odzyskanych z emulsji asfaltowych przez odparowanie.

Tablica 17 Wymagania odnośnie emulsji asfaltowych wg EN 13808 tablica 5

	Emulsje szybkorozpadowe				Emulsje średniorozpadowe			Emulsje wolnorozpadowe			Emulsje nadstabilne	
	C60B2 lub C60B3 lub C60B4	C65B2 lub C65B3 lub C65B4	C69B2 lub C69B3 lub C69B4	C70 B2 lub C70 B3 lub C70 B4	C60B5	C65B5	C69B5	C55B6	C60B6	C65B6	C55B7	C60B7
Indeks rozpadu * EN 13 075-1 [g/100g]	≤ 80 (2) lub 50-100 (3) lub 70-130 (4)				120 – 180 (5)			170 – 230 (6)			-	
Stabilność na cemencie EN 12848 [g]	-				-			-			≤ 2 (2)	
Zawartość asfaltu [% m/m] EN 1428	58-62 (5)	63-67 (6)	67-71 (8)	≥ 70 (9)	58-62 (5)	63-67 (6)	67-71 (8)	53-57 (4)	58-62 (5)	63-67 (6)	53-57 (4)	58-62 (5)
Czas wypływu 2 mm lub 4 mm - 40 °C EN 12846 [s]	15-45 (3) lub 35-80 (4)	35-80 (4) lub 70-130 (5) lub 10-45 (6)	70-130 (5) lub 10-45 (6) lub 30-70 (7) lub 50-100 (8)	10-45 (6) lub 30-70 (7) lub 50-100 (8)	15-45 (3) lub 35-80 (4) lub 70-130 (5)	35-80 (4) lub 70-130 (5) lub 10-45 (6)	70-130 (5) lub 10-45 (6) lub 30-70 (7) lub 50-100	≤ 20 (2) lub 15-45 (3) lub 35-80 (4)	15-45 (3) lub 35-80 (4)	35-80 (4) lub 70-130 (5) lub 10-45 (6)	≤ 20 (2) lub 15-45 (3) lub 35-80	15-45 (3) lub 35-80 (4) lub 70-130 (5)
Pozostałość na sicie 0,5 mm EN 1429 [%]	≤ 0,1 (2)				≤ 0,1 (2)			≤ 0,1 (2)			≤ 0,1 (2)	
Pozostałość na sicie 0,16 mm EN 1429 [%]	≤ 0,25 (2)				≤ 0,25 (2)			≤ 0,25 (2)			≤ 0,25 (2)	
Pozostałość na sicie (7 jours de stockage) 0,5 mm EN 1429 [%]	≤ 0,2 (3)				≤ 0,2 (3)			≤ 0,2 (3)			≤ 0,2 (3)	
Przyczepność EN 13614 [%]	≥ 90 (3) lub ≥ 75 (2) lub NPD (0)				≥ 90 (3) lub ≥ 75 (2) lub NPD (0)			≥ 90 (3) lub ≥ 75 (2) lub NPD (0)			-	

* Dla przypomnienia, IREC Forshammer = 1,4 IREC SIKAISOL

Tablica 18 Wymagania odnośnie lepiszczy odzyskanych z emulsji przez odparowanie

	Odparowanie (EN 13074)	Odparowanie (EN 13074) + Stabilizacja (EN 14895)	Odparowanie (EN 13074) + Stabilizacja (EN 14895) + Starzenie (EN 14769)
Penetracja w 25 °C	NPD (0) ** lub ≤ 50 (2) lub ≤ 100 (3) lub ≤ 150 (4) lub ≤ 220 (5) lub ≤ 330 (6) lub > 330 (7) ***	TBR (1)	NPD (0)
Temperatura mięknienia, °C	NPD (0) lub ≥ 55 (2) lub ≥ 50 (3) lub ≥ 43 (4) lub ≥ 39 (5) lub ≥ 35 (6) lub < 35 (7)	TBR (1)	NPD (0)
Kohezja metodą wahadłową *	NPD (0) lub $\geq 0,7$ (3) lub $\geq 1,0$ (4) lub $\geq 1,2$ (5) lub $\geq 1,4$ (6)	TBR (1)	NPD (0)

* dotyczy tylko lepiszczy modyfikowanych

** Klasa 0 jest stosowana dla emulsji oznaczonych BF lub BPF

*** zgodnie z EN 1426, zaleca się wykonanie badania penetracji w 15 °C, 100 g, 5 s,

2.3 Projekt krajowego dokumentu aplikacyjnego niemieckiego

Niemiecki dokument aplikacyjny skonstruowano w podobny sposób jak francuski. Opublikowany został jako „Techniczne warunki dostaw emulsji asfaltowych w budowie dróg” TL BE-StB 07.

Wymagania dotyczące emulsji zawarto w 7 tablicach, które podają dla poszczególnych zastosowań odpowiednie sugerowane charakterystyki.

Na podobnych zasadach opracowany został dokument aplikacyjny austriacki i ten przedstawiono w kolejnych tablicach. Opracowanie polskiego załącznika do PN-EN 13808 oparto w głównej mierze na wymaganiach austriackich i niemieckich z uwzględnieniem krajowych uwarunkowań.

Tablica 19 Kationowe emulsje z asfaltu drogowego do powierzchniowych utrwaleń

Wymagania techniczne	EN odniesienia	Jednostka	C 69 B 4		C 67 B 4		C 60 B 4	
			Klasa	Zakres wartości	Klasa	Zakres wartości	Klasa	Zakres wartości
Własności organoleptyczne	EN 1425	nie	1	TBR	1	TBR	1	TBR
Polarność cząstek	EN 1430	nie	2	dodatnia	2	dodatnia	2	dodatnia
Indeks rozpadu	EN 13075-1	nie	4 3	70 do 130 50 do 100	4 3	70 do 130 50 do 100	4 3	70 do 130 50 do 100
Zawartość lepiszcza (poprzez zawartość wody)	EN 1428	% (m/m)	8	67 do 71	7	65 do 69	5	58 do 62
Lepkość dynamiczna w 40 ⁰ C	EN 14896	mPa.s	2	100- 1650	2	80-1400	2	≤ 300
Czas wypływu Ø 4 mm przy 40 ⁰ C	EN 12846	s	3	10 do 45	3	10 do 45	3	10 do 45
Pozostałość na sicie								
Sito 0,5 mm	EN 1429	% (m/m)	4	≤ 0,5	4	≤ 0,5	4	≤ 0,5
Pozostałość na sicie (7 dni magazynowania)	EN 1429	% (m/m)	4	≤ 0,5	4	≤ 0,5	4	≤ 0,5
Sedymentacja (po 7 dniach magazynowania)	EN 12847	% (m/m)	2	≤ 5	2	≤ 5	2	≤ 5
Adhezja	EN 13614	% pokrycia powierzchni	2 3	≥ 75 ≥90	2 3	≥ 75 ≥ 90	2 3	≥ 75 ≥ 90
Wymagania techniczne dla lepiszczy odzyskanych z kationowych emulsji asfaltowych poprzez odparowanie (zgodnie z PN EN 13074)								
Konsystencja w średniej temperaturze – penetracja w 25 ⁰ C	EN 1426	mm/10	6	≤ 330	6	≤ 330	6	≤ 330
Konsystencja w podwyższonej temperaturze – temperatura mięknienia	EN 1427	°C	6	≥ 35	6	≥ 35	6	≥ 35
Wymagania techniczne dla lepiszczy odzyskanych z kationowych emulsji asfaltowych poprzez odparowanie (zgodnie z PN EN 13074) , poddanych stabilizacji (prEN 14895) i procesowi starzenia (EN 14769)								
Trwałość konsystencji w średniej temperaturze – penetracja w 25 ⁰ C	EN 1426	mm/10	2	DV	2	DV	2	DV
Trwałość konsystencji w podwyższonej – temperatura mięknienia	EN 1427	°C	2	DV	2	DV	2	DV

Tablica 20 Kationowe emulsje modyfikowane z asfaltu drogowego do powierzchniowych utrwaleń

Wymagania techniczne	EN odniesienia	Jednostka	C 69 BP 4		C 69 BP 4		C 67 BP 4	
			Klasa	Zakres wartości	Klasa	Zakres wartości	Klasa	Zakres wartości
Własności organoleptyczne	EN 1425	nie	1	TBR	1	TBR	1	TBR
Polarność cząstek	EN 1430	nie	2	dodatnia	2	dodatnia	2	dodatnia
Indeks rozpadu	EN 13075-1	nie	4	70 do 130	4	70 do 130	4	70 do 130
			3	50 do 100	3	50 do 100	3	50 do 100
Zawartość lepiszcza (poprzez zawartość wody)	EN 1428	% (m/m)	9	≥ 70	8	67 do 71	7	65 do 69
Lepkość dynamiczna w 40 ⁰ C	EN 14896	mPa.s	2	100- 1650	2	100-1650	2	80 -1400
Czas wpływu Ø 4 mm przy 40 ⁰ C	EN 12846	s	3	10 do 45	3	10 do 45	3	10 do 45
Pozostałość na sicie								
Sito 0,5 mm	EN 1429	% (m/m)	4	≤ 0,5	4	≤ 0,5	4	≤ 0,5
Pozostałość na sicie (7 dni magazynowania)	EN 1429	% (m/m)	4	≤ 0,5	4	≤ 0,5	4	≤ 0,5
Sedymentacja (po 7 dniach magazynowania)	EN 12847	% (m/m)	2	≤ 5	2	≤ 5	2	≤ 5
Adhezja	EN 13614	% pokrycia powierzchni	3	≥ 90	3	≥ 90	3	≥ 90
Wymagania techniczne dla lepiszczy odzyskanych z kationowych emulsji asfaltowych poprzez odparowanie (zgodnie z PN EN 13074)								
Konsystencja w średniej temperaturze – penetracja w 25 ⁰ C	EN 1426	mm/10	6	≤ 330	6	≤ 330	6	≤ 330
Konsystencja w podwyższonej temperaturze – temperatura mięknięcia	EN 1427	⁰ C	6	≥ 35	6	≥ 35	6	≥ 35
Kohezja	EN 13588	J/cm ²	5	≥ 1,2	4	≥ 1,0	4	≥ 1,0
Wymagania techniczne dla lepiszczy odzyskanych z kationowych emulsji asfaltowych poprzez odparowanie (zgodnie z PN EN 13074) , poddanych stabilizacji (prEN 14895) i procesowi starzenia (EN 14769)								
Trwałość konsystencji w średniej temperaturze – penetracja w 25 ⁰ C	EN 1426	mm/10	2	DV	2	DV	2	DV
Trwałość konsystencji w podwyższonej – temperatura mięknięcia	EN 1427	⁰ C	2	DV	2	DV	2	DV
Trwałość kohezji	EN 13588	J/cm ²	2	DV	2	DV	2	DV

Tablica 21 Kationowe emulsje z asfaltu drogowego do skropień międzywarstwowych

Wymagania techniczne	EN odniesienia	Jednostka	C 60 B 4		C 40 B 4	
			Klasa	Zakres wartości	Klasa	Zakres wartości
Własności organoleptyczne	EN 1425	nie	1	TBR	1	TBR
Polarność cząstek	EN 1430	nie	2	dodatnia	2	dodatnia
Indeks rozpadu	EN 13075-1	nie	4 3	70 do 130 50 do 100	4 3	70 do 130 50 do 100
Zawartość lepiszcza (poprzez zawartość wody)	EN 1428	% (m/m)	5	58 do 62	2	38 do 40
Zawartość oleju destylacyjnego	EN 1431	%	2	≤ 2		≤ 2
Lepkość dynamiczna w 40 ⁰ C	EN 14896	mPa·s	2	≤ 300	2	≤ 300
Czas wypływu Ø 2 mm przy 40 ⁰ C	EN 12846	s	2	≤ 20	3	≤ 20
Pozostałość na sicie						
Sito 0,5 mm	EN 1429	% (m/m)	4	≤ 0,5	4	≤ 0,5
Pozostałość na sicie (7 dni magazynowania)	EN 1429	% (m/m)	4	≤ 0,5	4	≤ 0,5
Sedymentacja (po 7 dniach magazynowania)	EN 12847	% (m/m)	2	≤ 5	2	≤ 5
Adhezja	EN 13614	% pokrycia powierzchni	2	≥ 75	2	≥ 75
Wymagania techniczne dla lepiszczy odzyskanych z kationowych emulsji asfaltowych poprzez odparowanie (zgodnie z PN EN 13074)						
Konsystencja w średniej temperaturze – penetracja w 25 ⁰ C	EN 1426	mm/10	6	≤ 330	6	≤ 330
Konsystencja w podwyższonej temperaturze – temperatura mięknięcia	EN 1427	⁰ C	6	≥ 35	6	≥ 35
Wymagania techniczne dla lepiszczy odzyskanych z kationowych emulsji asfaltowych poprzez odparowanie (zgodnie z PN EN 13074) , poddanych stabilizacji (prEN 14895) i procesowi starzenia (EN 14769)						
Trwałość konsystencji w średniej temperaturze – penetracja w 25 ⁰ C	EN 1426	mm/10	2	DV	2	DV
Trwałość konsystencji w podwyższonej – temperatura mięknięcia	EN 1427	⁰ C	2	DV	2	DV

Tablica 22 Kationowe emulsje z asfaltu drogowego do stabilizacji z cementem

Wymagania techniczne	EN odniesienia	Jednostka	C 60 B 4	
			Klasa	Zakres wartości
Własności organoleptyczne	EN 1425	nie	1	TBR
Polarność cząstek	EN 1430	nie	2	dodatnia
Stabilność podczas mieszania z cementem	EN 12848	g	2	≤ 2
Zawartość lepiszcza (poprzez zawartość wody)	EN 1428	% (m/m)	5	58 do 62
Lepkość dynamiczna w 40 ⁰ C	EN 14896	mPa.s	2	≤ 300
Czas wypływu Ø 2 mm przy 40 ⁰ C	EN 12846	s	2	≤ 20
Pozostałość na sicie				
Sito 0,5 mm	EN 1429	% (m/m)	4	≤ 0,5
Pozostałość na sicie (7 dni magazynowania)	EN 1429	% (m/m)	4	≤ 0,5
Sedymentacja (po 7 dniach magazynowania)	EN 12847	% (m/m)	2	≤ 5
Adhezja	EN 13614	% pokrycia powierzchni	0	NPD
Wartość pH	EN 12850		DV	≤ 3,5
Wymagania techniczne dla lepiszczy odzyskanych z kationowych emulsji asfaltowych poprzez odparowanie (zgodnie z PN EN 13074)				
Konsystencja w średniej temperaturze – penetracja w 25 ⁰ C	EN 1426	mm/10	6	≤ 330
Konsystencja w podwyższonej temperaturze – temperatura mięknięcia	EN 1427	⁰ C	6	≥ 35
Wymagania techniczne dla lepiszczy odzyskanych z kationowych emulsji asfaltowych poprzez odparowanie (zgodnie z PN EN 13074) , poddanych stabilizacji (prEN 14895) i procesowi starzenia (EN 14769)				
Trwałość konsystencji w średniej temperaturze – penetracja w 25 ⁰ C	EN 1426	mm/10	2	DV
Trwałość konsystencji w podwyższonej – temperatura mięknięcia	EN 1427	⁰ C	2	DV

Tablica 23 Kationowe emulsje modyfikowane z asfaltu drogowego do cienkich warstw na zimno

Wymagania techniczne	EN odniesienia	Jednostka	C 65 BP 5		C 65 BP 6		C 60 BP 5	
			Klasa	Zakres wartości	Klasa	Zakres wartości	Klasa	Zakres wartości
Własności organoleptyczne	EN 1425	nie	1	TBR	1	TBR	1	TBR
Polarność cząstek	EN 1430	nie	2	dodatnia	2	dodatnia	2	dodatnia
Indeks rozpadu	EN 13075-1	nie	5	120 do 180	6	170 do 230	5	120 do 180
Czas mieszalności	EN 13075-2	s	2	≥ 180	2	≥ 180	2	≥ 180
Zawartość lepiszcza (poprzez zawartość wody)	EN 1428	% (m/m)	6	63 do 67	6	63 do 67	5	58 do 62
Lepkość dynamiczna w 40 ⁰ C	EN 14896	mPa.s	2	≤ 330	2	≤ 330	2	≤ 330
Czas wypływu Ø 4 mm przy 40 ⁰ C	EN 12846	s	3	10 do 45	3	10 do 45	3	10 do 45
Pozostałość na sicie								
Sito 0,5 mm	EN 1429	% (m/m)	4	≤ 0,5	4	≤ 0,5	4	≤ 0,5
Pozostałość na sicie (7 dni magazynowania)	EN 1429	% (m/m)	4	≤ 0,5	4	≤ 0,5	4	≤ 0,5
Sedymentacja (po 7 dniach magazynowania)	EN 12847	% (m/m)	2	≤ 5	2	≤ 5	2	≤ 5
Adhezja	EN 13614	% pokrycia powierzchni	3	≥ 90	3	≥ 90	3	≥ 90
Wymagania techniczne dla lepiszczy odzyskanych z kationowych emulsji asfaltowych poprzez odparowanie (zgodnie z PN EN 13074)								
Konsystencja w średniej temperaturze – penetracja w 25 ⁰ C	EN 1426	mm/10	6	≤ 330	6	≤ 330	6	≤ 330
Konsystencja w podwyższonej temperaturze – temperatura mięknienia	EN 1427	°C	6	≥ 35	6	≥ 35	6	≥ 35
Kohezja	EN 13589	J/cm ²	2	≥ 1,0	2	≥ 1,0	2	≥ 1,0
Nawrót sprężysty w 25 ⁰ C	EN 13389	%	4	≥ 50	4	≥ 50	4	≥ 50
Wymagania techniczne dla lepiszczy odzyskanych z kationowych emulsji asfaltowych poprzez odparowanie (zgodnie z PN EN 13074) , poddanych stabilizacji (prEN 14895) i procesowi starzenia (EN 14769)								
Trwałość konsystencji w średniej temperaturze – penetracja w 25 ⁰ C	EN 1426	mm/10	2	DV	2	DV	2	DV
Trwałość konsystencji w podwyższonej – temperatura mięknienia	EN 1427	°C	2	DV	2	DV	2	DV
Trwałość kohezji	EN 13589	J/cm ²	2	≥ 1,0	2	≥ 1,0	2	≥ 1,0

Tablica 24 Kationowe emulsje z asfaltu drogowego do mieszanek mineralno-emulsyjnych

Wymagania techniczne	EN odniesienia	Jednostka	C 60 B 4	
			Klasa	Zakres wartości
Własności organoleptyczne	EN 1425	nie	1	TBR
Polarność cząstek	EN 1430	nie	2	dodatnia
Indeks rozpadu	EN 13075-1	nie	7	≥ 220
Zawartość lepiszcza (poprzez zawartość wody)	EN 1428	% (m/m)	5	58 do 62
Lepkość dynamiczna w 40 ⁰ C	EN 14896	mPa.s	2	≤ 330
Czas wypływu Ø 2 mm przy 40 ⁰ C	EN 12846	s	2	≤ 20
Pozostałość na sicie				
Sito 0,5 mm	EN 1429	% (m/m)	4	≤ 0,5
Pozostałość na sicie (7 dni magazynowania)	EN 1429	% (m/m)	4	≤ 0,5
Sedymentacja (po 7 dniach magazynowania)	EN 12847	% (m/m)	2	≤ 5
Adhezja	EN 13614	% pokrycia powierzchni	0	NPD
Wymagania techniczne dla lepiszczy odzyskanych z kationowych emulsji asfaltowych poprzez odparowanie (zgodnie z PN EN 13074)				
Konsystencja w średniej temperaturze – penetracja w 25 ⁰ C	EN 1426	mm/10	6	≤ 330
Konsystencja w podwyższonej temperaturze – temperatura mięknięcia	EN 1427	°C	6	≥ 35
Wymagania techniczne dla lepiszczy odzyskanych z kationowych emulsji asfaltowych poprzez odparowanie (zgodnie z PN EN 13074) , poddanych stabilizacji (prEN 14895) i procesowi starzenia (EN 14769)				
Trwałość konsystencji w średniej temperaturze – penetracja w 25 ⁰ C	EN 1426	mm/10	2	DV
Trwałość konsystencji w podwyższonej temperaturze – temperatura mięknięcia	EN 1427	°C	2	DV

Krajowy dokument aplikacyjny został opublikowany jako „Wymagania Techniczne WT-3 Kationowe emulsje asfaltowe w 2009 r.

Po pół roku jego stosowania Podkomisja Asfaltowa KT 222 podjęła pracę nad istotną jego modyfikacją. Opracowano krajowy załącznik do PN-EN 13808 w końcu 2009 r. Jest on aktualnie w obróbce normalizacyjnej i zostanie najprawdopodobniej opublikowany razem z normą w języku polskim w 2010 r. Poniżej zamieszczono tablicę 25 z wymaganiami z ostatniej wersji załącznika.

Tablica 25 – Wymagania dotyczące krajowych emulsji asfaltowych

Oznaczenie kodowe wyrobu. Zalecane zastosowanie (informacyjne)			C60B3 ZM	C60BP3 ZM	C65B3 PU/RC	C65BP3 PU/RC	C69B3 PU	C69BP3 PU	C65B4 RC	C65BP4 RC
			Do złączania warstw asfaltowych wykonanych z asfaltów niemodyfikowanych	Do złączania wszystkich warstw asfaltowych	Do powierzchniowych utrwaleń i remontów cząstkowych dróg obciążonych ruchem KR1-KR4	Do powierzchniowych utrwaleń i remontów cząstkowych dróg obciążonych ruchem KR1 do KR6	Do powierzchniowych utrwaleń dróg obciążonych ruchem KR1-KR4	Do powierzchniowych utrwaleń dróg obciążonych ruchem KR1 do KR6	Do remontów cząstkowych dróg obciążonych ruchem KR1-KR4	Do remontów cząstkowych dróg obciążonych ruchem od KR1 do KR6
Właściwość*)	Metoda badania	Wymaganie (klasa)								
Polarność	PN-EN 1430	-	dodatnia	dodatnia	dodatnia	dodatnia	dodatnia	dodatnia	dodatnia	dodatnia
Czas mieszalności	PN-EN 13075-2	s	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)
Indeks rozpadu**)	PN-EN 13075-1	g/100g	50 do 100 (3)	50 do 100 (3)	50 do 100 (3)	50 do 100 (3)	50 do 100 (3)	50 do 100 (3)	70 do 130 (4)	70 do 130 (4)
Zdolność do penetracji	PN-EN 12849	min	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)
Stabilność podczas mieszania z cementem	PN-EN 12848	g	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)
Zawartość lepiszcza (poprzez oznaczenie zawartości wody)	PN-EN 1428	%(m/m)	58 do 62 (5)	58 do 62 (5)	63 do 67 (6)	63 do 67 (6)	67 do 71 (8)	67 do 71 (8)	63 do 67 (6)	63 do 67 (6)
Zawartość lepiszcza pozostałego po destylacji	PN-EN 1431	%(m/m)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)
Czas wypływu Ø 2 mm przy 40 °C	PN-EN 12846	s	15-45 (3)	15-45 (3)	35-80 (4)	35-80 (4)	NPD (0)	NPD (0)	35-80 (4)	35-80 (4)
Czas wypływu Ø 4 mm przy 40 °C	PN-EN 12846	s	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	10-45 (6)	10-45 (6)	NPD (0)	NPD (0)

Lepkość dynamiczna w 40 °C	PN-EN 14896	m Pas	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)
Pozostałość na sicie, sito 0,5 mm	PN-EN 1429	% m/m	<0,2 (3)	<0,2 (3)	<0,2 (3)	<0,2 (3)	<0,2 (3)	<0,2 (3)	<0,2 (3)	<0,2 (3)
Pozostałość na sicie, sito 0,16 mm	PN-EN 1429	% m/m	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)
Pozostałość na sicie po 7 dniach magazynowania, sito 0,5 mm	PN-EN 1429	% m/m	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)
Sedymentacja po 7 dniach magazynowania	PN-EN 12487	% m/m	TBR (1)	TBR (1)	TBR (1)	TBR (1)	TBR (1)	TBR (1)	TBR (1)	TBR (1)
Adhezja***)	PN-EN 13614	% pokrycia powierzchni	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)
	Załącznik NA.2.2	% pokrycia powierzchni	≥ 75	≥ 75	≥ 90	≥ 90	≥ 90	≥ 90	≥ 75	≥ 90
pH emulsji	PN-EN 12 850	-	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)
Asfalt odzyskany przez odparowanie	PN-EN 13074									
Penetracja w 25 °C asfaltu odzyskanego	PN-EN 1426	0,1 mm	<100 (3)	<100 (3)	<150 (4)	<220 (5)	<150 (4)	<220 (5)	<150 (4)	<220 (5)
Temperatura mięknięcia asfaltu odzyskanego	PN-EN 1427	C	>39 (5)	>43 (4)	>39 (5)	>43 (4)	>39 (5)	>43 (4)	>39 (5)	>43 (4)
Nawrót sprężysty w 25 °C asfaltu odzyskanego dla asfaltów modyfikowanych	PN-EN 13998	%	NPD (0)	≥ 50 (4)	NPD (0)	>50 (4)	NPD (0)	>50 (4)	NPD (0)	>50 (4)

Tablica 25 (ciąg dalszy) – Wymagania dotyczące krajowych emulsji asfaltowych

Oznaczenie kodowe wyrobu. Zalecane zastosowanie (informacyjne)			C60B5 ME	C60B5 ZM	C60B5 R	C60B5 ZM	C60BP5 CWZ	C60B5 ME/CWZ
			Do mieszanek mineralno-emulsyjnych dróg obciążonych ruchem od KR1 do KR6	Do złączania warstwy nieasfaltowej (z kruszyw, ze spoiwem hydraulicznym i bez spoiwa hydraulicznego) z warstwą asfaltową	Do recyklingu dróg obciążonych ruchem KR1 - KR6	Do złączania wszystkich rodzajów warstw	Do cienkich warstw na zimno dróg obciążonych ruchem od KR1 do KR6	Do cienkich warstw na zimno i mieszanek mineralno-emulsyjnych dróg obciążonych ruchem KR1-KR4
Właściwość*)	Metoda badania	Wymaganie (klasa)						
Polarność	PN-EN 1430	-	dodatnia	dodatnia	dodatnia	dodatnia	dodatnia	dodatnia
Czas mieszalności	PN-EN 13075-2	s	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	TBR (1)	TBR (1)
Indeks rozpadu**)	PN-EN 13075-1	g/100g	120 do 180 (5)	120 do 180 (5)	120 do 180 (5)	120 do 180 (5)	120 do 180 (5)	120 do 180 (5)
Zdolność do penetracji	PN-EN 12849	min	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)
Stabilność podczas mieszania z cementem	PN-EN 12848	g	NPD (0)	< 2 (2)	< 2 (2)	< 2 (2)	NPD (0)	NPD (0)
Zawartość lepiszcza (poprzez oznaczanie zawartości wody)	PN-EN 1428	% m/m	58 do 62 (5)	58 do 62 (5)	58 do 62 (5)	58 do 62 (5)	58 do 62 (5)	58 do 62 (5)
Zawartość lepiszcza pozostałego po destylacji	PN-EN 1431	% m/m	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)
Czas wypływu Ø 2 mm przy 40 °C	PN-EN 12846	s	15-45 (3)	15-45 (3)	15-45 (3)	15-45 (3)	15-45 (3)	15-45 (3)
Czas wypływu Ø 4 mm przy 40 °C	PN-EN 12846	s	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)

Lepkość dynamiczna w 40 °C	PN-EN 14896	m Pas	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)
Pozostałość na sicie, sito 0,5 mm	PN-EN 1429	% m/m	< 0,2 (3)	< 0,2 (3)	< 0,2 (3)	< 0,2 (3)	< 0,2 (3)	< 0,2 (3)
Pozostałość na sicie, sito 0,16 mm	PN-EN 1429	% m/m	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)
Pozostałość na sicie po 7 dniach magazynowania, sito 0,5 mm	PN-EN 1429	% m/m	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)
Sedymentacja po 7 dniach magazynowania	PN-EN 12487	% m/m	TBR (1)	TBR (1)	TBR (1)	TBR (1)	TBR (1)	TBR (1)
Adhezja***)	PN-EN 13614	% pokrycia powierzchni	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)
	Załącznik NA.2.2	% pokrycia powierzchni	NPD (0)	≥ 75	≥ 75	≥ 75	≥ 90	NPD (0)
pH emulsji	PN-EN 12 850	-	NPD (0)	≥ 3,5	≥ 3,5	≥ 3,5	NPD (0)	NPD (0)
Asfalt odzyskany przez odparowanie	PN-EN 13074							
Penetracja w 25 °C asfaltu odzyskanego	PN-EN 1426	0,1 mm	< 100 (3)	< 220 (5)	< 150 (4)	< 100 (3)	< 150 (4)	< 220 (5)
Temperatura mięknięcia asfaltu odzyskanego	PN-EN 1427	C	> 39 (5)	> 35 (6)	> 39 (5)	> 39 (5)	> 43 (4)	> 39 (5)
Nawrót sprężysty w 25 °C asfaltu odzyskanego dla asfaltów modyfikowanych	PN-EN 13998	%	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	NPD (0)	> 50 (4)	NPD (0)

*) właściwości nie wymienione w załączniku określone są jako NPD (0)

**) badanie na piasku Sikaisol

***) badanie na kruszywie bazaltowym

3 Przeprowadzenie walidacji metody oznaczania czasu wypływu emulsji wg PN-EN 12846, z użyciem 3 rodzajów kationowych emulsji asfaltowych. Określenie powtarzalności oznaczenia dla kubków 2 mm i 4 mm w temperaturze 40°C oraz porównanie z dotychczasowym oznaczeniem w kubku 4 mm w temperaturze 20°C. W ramach badań czasu wypływu (lepkości) wg PN-EN 12846 opracowanie metody wzorcowania i sprawdzania kubków wpływowych (Zadanie 2)

3.1 Badania czasu wypływu emulsji asfaltowych z kubków BTA 2 mm i 4 mm

Badania czasu wypływu kationowych emulsji asfaltowych wykonano zgodnie z PN-EN 12846. Do badań użyto 2 kubki o średnicy dyszy wypływu 2 mm i 2 kubki o średnicy 4 mm. Badania przeprowadzono na trzech rodzajach emulsji:

- kationowa emulsja wolnorozpadowa niemodyfikowana K3-60 (C60 B5 CWZ),
- kationowa emulsja szybkorozpadowa niemodyfikowana K1-65 (C65 B3 RC),
- kationowa emulsja szybkorozpadowa niemodyfikowana K1-70 (C69 B3 PU).

Czas wypływu emulsji o zawartości asfaltu 60 % (m/m) i 65 % (m/m) oznaczono w kubkach ϕ 2 mm, natomiast czas wypływu emulsji o zawartości asfaltu 70 % (m/m) oznaczono w kubkach ϕ 4 mm. Dla każdej emulsji wykonano 10 oznaczeń czasu wypływu w 1 kubku.

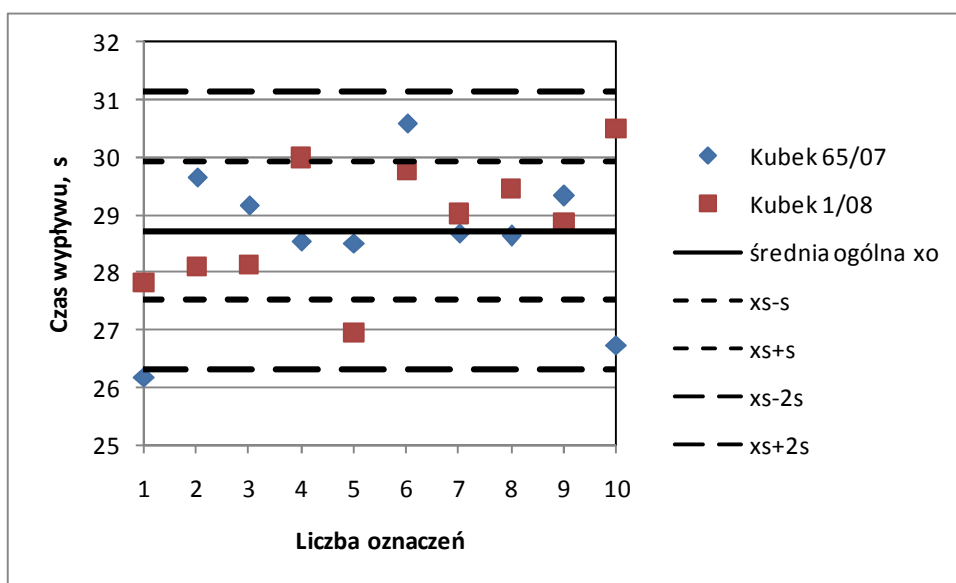
Wyniki pomiarów znajdują się w tablicach od 26 do 31.

Do obliczenia i weryfikacji precyzji pomiaru (powtarzalności) podanej w ww. normie zastosowano metody określone w PN-ISO 5725-2 Dokładność (poprawność i precyzja) metod pomiarowych i wyników pomiarów – Część II: Podstawowa metoda określania powtarzalności i odtwarzalności standardowej metody pomiarowej oraz w Przewodniku ISO/IEC 43-1:1997 „Badanie biegłości poprzez porównania międzylaboratoryjne – Część 1: Projektowanie i realizacja programów badania biegłości”.

Analizę statystyczną wyników wykonano przy użyciu arkusza kalkulacyjnego Excel 2007. Wyniki zestawiono w tablicach od 26 do 32 oraz na rysunkach od 2 do 4.

Tablica 26 Wyniki oznaczenia czasu wypływu emulsji K3-60 (C65 B5) w temperaturze 40°C w kubku ϕ 2 mm- wszystkie wyniki uwzględnione

Lp.	Liczba pomiarów	Czas wypływu, s	
		Kubek 65/07	Kubek 1/08
1	2	3	4
1	1	26,19	27,81
2	2	29,66	28,09
3	3	29,18	28,13
4	4	28,54	29,99
5	5	28,51	26,94
6	6	30,59	29,77
7	7	28,68	29,01
8	8	28,63	29,44
9	9	29,32	28,86
10	10	26,74	30,48
Analiza statystyczna			
11	Średnia $\bar{X}_s$	28,60	28,85
12	Wariancja s^2	1,69	1,22
13	Odchylenie stand. s	1,30	1,11
14	$\bar{X}_s - s$	27,30	27,75
15	$\bar{X}_s + s$	29,90	29,96
16	$\bar{X}_s - 2s$	26,00	26,64
17	$\bar{X}_s + 2s$	31,21	31,06



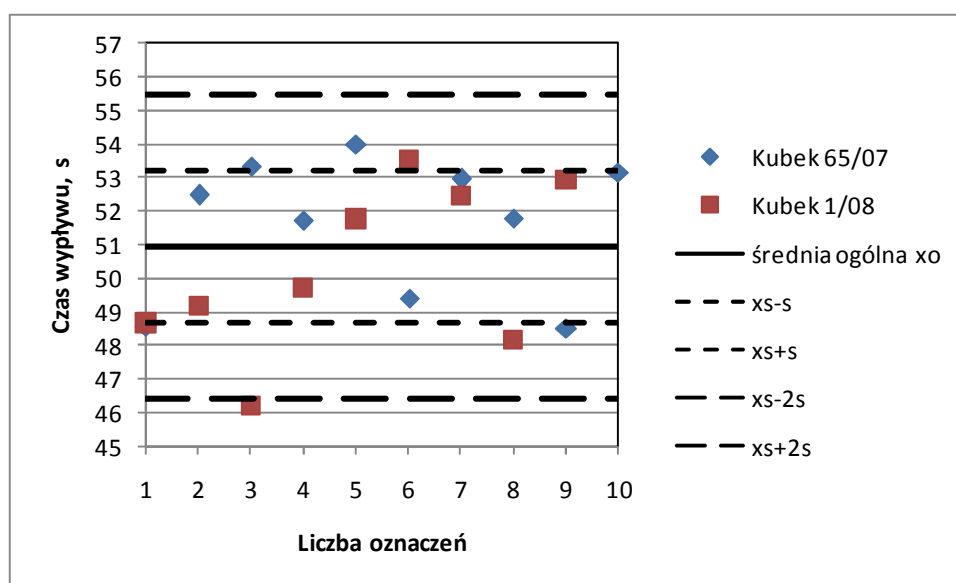
Rys. 2 Wyniki oznaczenia czasu wypływu emulsji K3-60 (**C60 B5**) w temperaturze 40°C w kubku ϕ 2 mm

Tablica 27 Wyniki oznaczenia czasu wypływu emulsji K3-60 (C60 B5) w temperaturze 40°C w kubku ϕ 2 mm - uwzględniono wyniki $X_s \pm s$

Lp.	Liczba pomiarów	Czas wypływu, s	
		Kubek 65/07	Kubek 1/08
1	2	3	4
1	1	FAŁSZ	27,81
2	2	29,66	28,09
3	3	29,18	28,13
4	4	28,54	FAŁSZ
5	5	28,51	FAŁSZ
6	6	FAŁSZ	29,77
7	7	28,68	29,01
8	8	28,63	29,44
9	9	29,32	28,86
10	10	FAŁSZ	FAŁSZ
Analiza statystyczna			
11	Średnia X_s	28,93	28,73
12	Wariancja s^2	0,20	0,55
13	Odchylenie stand. s	0,45	0,74
14	$X_s - s$	28,48	27,99
15	$X_s + s$	29,38	29,47
16	$X_s - 2s$	28,03	27,25
17	$X_s + 2s$	29,84	30,21

Tablica 28 Wyniki oznaczenia czasu wypływu emulsji K1-65 (C65 B3) w temperaturze 40°C w kubku ϕ 2 mm - wszystkie wyniki uwzględnione

Lp.	Liczba pomiarów	Czas wypływu, s	
		Kubek 65/07	Kubek 1/08
1	2	3	4
1	1	48,58	48,66
2	2	52,47	49,17
3	3	53,35	46,21
4	4	51,75	49,72
5	5	53,98	51,76
6	6	49,41	53,52
7	7	52,95	52,43
8	8	51,81	48,16
9	9	48,5	52,92
10	10	53,16	-
Analiza statystyczna			
11	Średnia $\bar{X}_s$	51,60	50,28
12	Wariancja s^2	4,15	6,19
13	Odchylenie stand. s	2,04	2,49
14	$\bar{X}_s - s$	49,56	47,80
15	$\bar{X}_s + s$	53,63	52,77
16	$\bar{X}_s - 2s$	47,52	45,31
17	$\bar{X}_s + 2s$	55,67	55,26



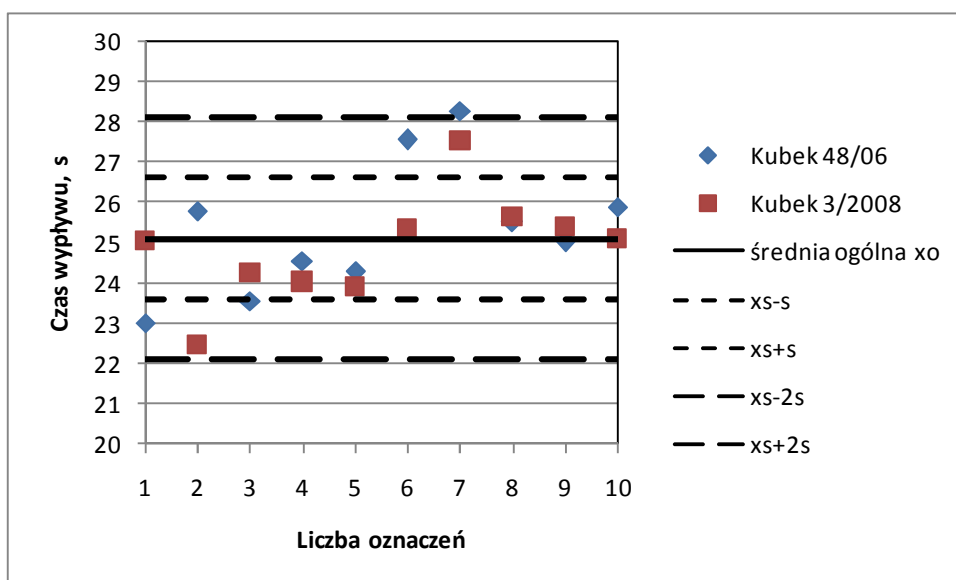
Rys. 3 Wyniki oznaczenia czasu wypływu emulsji K1-65 (C65 B3) w temperaturze 40°C w kubku ϕ 2 mm

Tablica 29 Wyniki oznaczenia czasu wypływu emulsji K1-65 (C65 B3) w temperaturze 40°C w kubku ϕ 2 mm - uwzględniono wyniki $X_s \pm s$

Lp.	Liczba pomiarów	Czas wypływu, s	
		Kubek 65/07	Kubek 1/08
1	2	3	4
1	1	FAŁSZ	48,66
2	2	52,47	49,17
3	3	53,35	FAŁSZ
4	4	51,75	49,72
5	5	FAŁSZ	51,76
6	6	FAŁSZ	FAŁSZ
7	7	52,95	52,43
8	8	51,81	48,16
9	9	FAŁSZ	FAŁSZ
10	10	53,16	FAŁSZ
Analiza statystyczna			
11	Średnia X_s	52,58	49,98
12	Wariancja s^2	0,47	2,99
13	Odchylenie stand. s	0,69	1,73
14	$X_s - s$	51,89	48,25
15	$X_s + s$	53,27	51,71
16	$X_s - 2s$	51,21	46,53
17	$X_s + 2s$	53,96	53,44

Tablica 30 Wyniki oznaczenia czasu wypływu emulsji K1-70 (C69 B3) w temperaturze 40°C w kubku ϕ 4 mm - wszystkie wyniki uwzględnione

Lp.	Liczba pomiarów	Czas wypływu, s	
		Kubek 48/06	Kubek 3/08
1	2	3	4
1	1	23	22,47
2	2	23,54	23,91
3	3	24,31	24,03
4	4	24,55	24,26
5	5	25,02	25,05
6	6	25,51	25,1
7	7	25,8	25,35
8	8	25,88	25,39
9	9	27,55	25,63
10	10	28,27	27,52
Analiza statystyczna			
11	Średnia X_s	25,34	24,87
12	Wariancja s^2	2,72	1,77
13	Odchylenie stand. s	1,65	1,33
14	$X_s - s$	23,69	23,54
15	$X_s + s$	26,99	26,20
16	$X_s - 2s$	22,04	22,21
17	$X_s + 2s$	28,64	27,53



Rys. 4 Wyniki oznaczenia czasu wypływu emulsji K1-70 (C69 B3) w temperaturze 40°C w kubku ϕ 4 mm

Tablica 31 Wyniki oznaczenia czasu wypływu emulsji K1-70 (C69 B3) w temperaturze 40°C w kubku ϕ 4 mm - uwzględniono wyniki $Xs\pm s$

Lp.	Liczba pomiarów	Czas wypływu, s	
		Kubek 48/06	Kubek 3/08
1	2	3	4
1	1	FAŁSZ	FAŁSZ
2	2	FAŁSZ	23,91
3	3	24,31	24,03
4	4	24,55	24,26
5	5	25,02	25,05
6	6	25,51	25,1
7	7	25,8	25,35
8	8	25,88	25,39
9	9	FAŁSZ	25,63
10	10	FAŁSZ	FAŁSZ
Analiza statystyczna			
11	Średnia Xs	25,18	24,84
12	Wariancja s^2	0,43	0,45
13	Odchylenie stand. s	0,66	0,67
14	$Xs-s$	24,52	24,17
15	$Xs+s$	25,84	25,51
16	$Xs-2s$	23,86	23,50
17	$Xs+2s$	26,49	26,18

Tablica 32 Zestawienie granic powtarzalności r w zależności od przyjętego dopuszczalnego rozrzutu wyników oznaczeń

Lp.	Powtarzalność r , s	Emulsja K3-60 (C60 B5)	Emulsja K1-65 (C65 B3)	Emulsja K1-70 (C69 B3)
1	2	3	4	5
1	r_1	3,38	6,33	1,5
2	r_2	1,72	3,68	0,7

r_1 - powtarzalność wyznaczona z uwzględnieniem wszystkich wyników oznaczeń

r_2 - powtarzalność wyznaczona z uwzględnieniem wyników oznaczeń spełniających warunek $Xs\pm s$

Wnioski

Z przeprowadzonych prób wynika, że powtarzalność dla kubka ϕ 2 mm z uwzględnieniem wyników spełniających warunek $Xs \pm s$ wynosi około 1,7 s w przypadku emulsji K3-60, co dla czasu wypływu 28,8 s wynosi 5,9 %.

Zgodnie z PN-EN 12846 w przypadku wartości czasu wypływu od 20 do 40 s powtarzalność wynosi 2 s, a więc przeprowadzone próby potwierdzają tę wartość, tj. 1,7 s.

Dla kubka ϕ 2 mm z uwzględnieniem wyników spełniających warunek $Xs \pm s$ wynosi około 3,7 s w przypadku emulsji K1-65, co dla czasu wypływu 51,3 s wynosi 6,0 %.

Zgodnie z PN-EN 12846 w przypadku wartości czasu wypływu powyżej 40 s powtarzalność wynosi 5 % średniej, a więc przeprowadzone próby nie potwierdzają tej wartości, tj. 6 %.

Jednak wartości podane w normie dotyczą jedynie kubka ϕ 4 mm.

Dla kubka ϕ 4 mm z uwzględnieniem wyników spełniających warunek $Xs \pm s$ wynosi około 0,7 s w przypadku emulsji K1-70, co dla czasu wypływu 25 s wynosi $\pm 2,7$ %

3.2 Wzorcowanie i sprawdzanie kubków wypływowych BTA 2 mm i 4 mm

W celu wykonania wzorcowania kubka należy wykonać pomiary czasu wypływu, co najmniej dwóch cieczy wzorcowych o różnych wartościach lepkości kinematycznej na jeden kubek. Ciecze wzorcowe powinny mieć ważne świadectwo wzorcowania wydane przez akredytowane laboratorium wzorcujące.

Pomiary należy wykonywać zgodnie z PN-EN 12846.

Zakresy lepkości kinematycznej cieczy wzorcowych dla poszczególnych otworów kubków wypływowych powinny być następujące:

- kubek ϕ 2 mm - od $10 \text{ mm}^2/\text{s}$ do $70 \text{ mm}^2/\text{s}$,
- kubek ϕ 4 mm - od $100 \text{ mm}^2/\text{s}$ do $500 \text{ mm}^2/\text{s}$.

W przypadku braku danych można posługiwać się wartościami lepkości dynamicznej w mPas.

Dla każdej z cieczy należy wykonać minimum 3 pomiary. Wynik można uznać za miarodajny jeśli różnica skrajnych wyników nie jest większa niż 1 % wartości średniej.

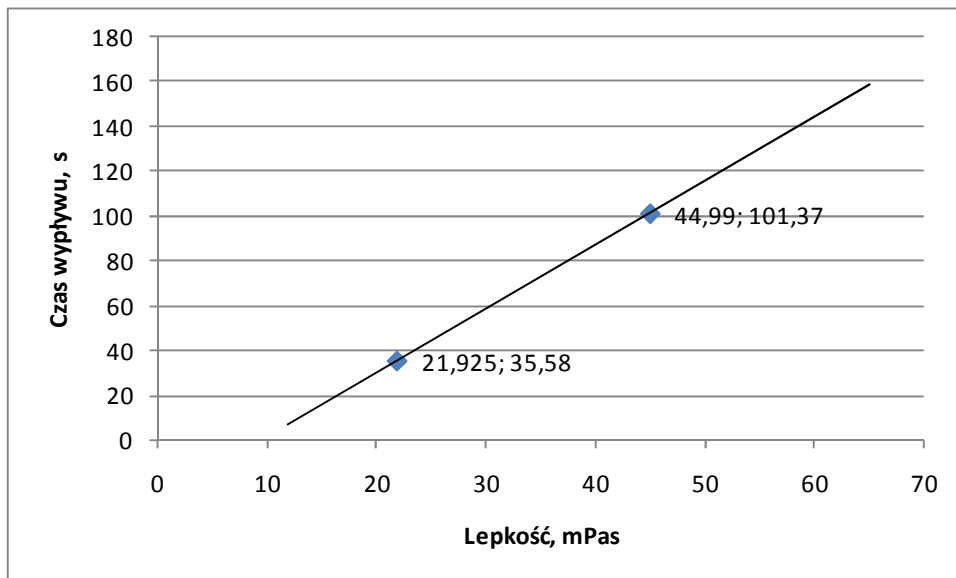
Z uzyskanych wartości należy wykreślić zależność czasu wypływu t w s od lepkości kinematycznej wzorców $t = f(\nu)$, gdzie ν - lepkość kinematyczna w mm^2/s .

W ten sposób uzyskano krzywe wzorcowe dla kubków ϕ 2 mm i ϕ 4 mm przedstawione na rys. 5 i rys. 6.

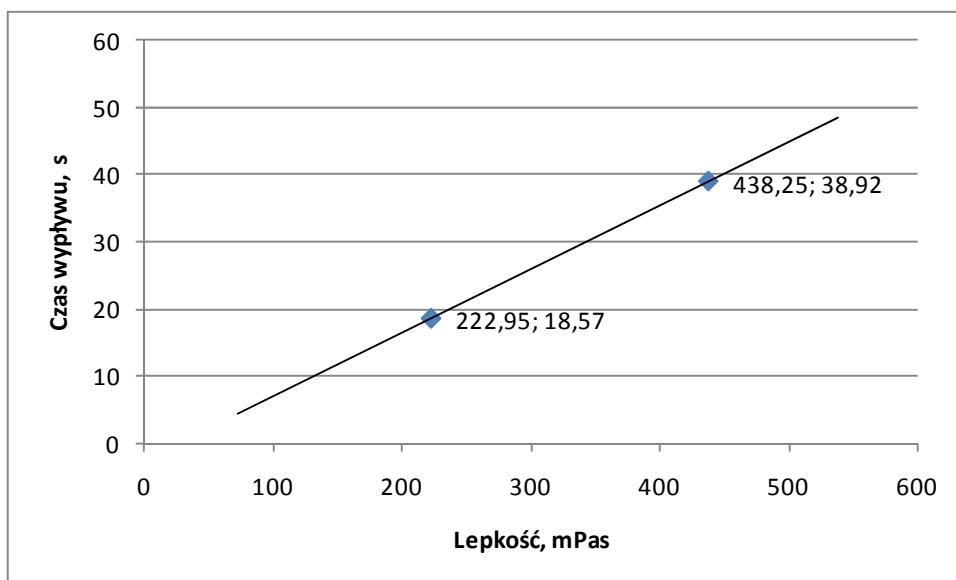
Na podstawie tak uzyskanych krzywych zależności czasu wypływu od lepkości należy okresowo sprawdzać kubki.

W tym celu należy postępować jak w przypadku wzorcowania. Czasy wypływu cieczy wzorcowych powinny odpowiadać wielkością odczytanym z wykresów na rys. 5 i 6.

Na rysunkach 5 i 6 przedstawiono wyniki wzorcowania kubków ϕ 2 mm i ϕ 4 mm wykonane na cieczach wzorcowych w temperaturze 20°C .



Rys. 5 Wyniki sprawdzenia kubka ϕ 2 mm na cieczach wzorcowych w temperaturze 20°C



Rys. 6 Wyniki sprawdzenia kubka ϕ 4 mm na cieczach wzorcowych w temperaturze 20°C

4 Przeprowadzenie prób walidacji metody oceny wpływu wody na adhezję lepiszcza wg PN-EN 13614, porównanie z metodą stosowaną w EmA-99 i ustalenie korelacji (Zadanie 2)

4.1 Wprowadzenie

W sytuacji braku polskich norm w zakresie wymagań i metod badań stosowane są od 1999 r. opracowane przez IBDiM „Warunki Techniczne” EmA-99. W PN-EN 13808:2005 powołano szereg norm, w tym na metody badań, które w znacznej części różnią się od dotychczas stosowanych. Jedną z takich norm jest PN-EN 13614:2009, Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Oznaczanie przyczepności emulsji bitumicznych poprzez zanurzenie w wodzie – Metoda z kruszywem

Poniżej zamieszczono dotychczas stosowaną procedurę badania przyczepności, która została wdrożona w wielu laboratoriach drogowych i uznana jako ważna i przydatna.

Poniżej zamieszczono opis wykonania oznaczenia:

Oznaczenie przyczepności lepiszcza wytrąconego z emulsji do kruszywa

Zasada metody

Oznaczenie przyczepności lepiszcza wytrąconego z emulsji do kruszywa polega na wizualnej ocenie wielkości nieodmytej powierzchni kruszywa po gotowaniu w wodzie przez 5 minut.

Przyrządy i materiały

Niezbędne przyrządy i materiały to:

- ① palnik,
- ② parownica porcelanowa o średnicy 10-12 cm,
- ③ waga laboratoryjna o dokładności ważenia do 0,1 g,
- ④ pręcik szklany do mieszania kruszywa z lepiszczem,
- ⑤ bibuła do sączenia,
- ⑥ stoper (sekundomierz),
- ⑦ zlewka szklana o pojemności 100 cm³,
- ⑧ kruszywo łamane o uziarnieniu # 4-6,3 mm, bazaltowe i osobno granitowe.

Wykonanie badania

- ❶ Do parownicy zawierającej 2 g badanej emulsji wsypać 30 g jednego rodzaju kruszywa, uprzednio wypłukanego i wysuszonego.
- ❷ Mieszać pręcikiem przez 30 sekund.
- ❸ Próbkę przełożyć do zlewki szklanej i pozostawić zawartość w spokoju na 24 godziny.
- ❹ Zalać wodą i gotować przez 5 min.
- ❺ Po odlaniu wody, próbkę położyć na bibułę do sączenia.

- ⑥ Ocenic szacunkowo powierzchnię kruszywa, z której nie nastąpiło odmycie lepiszcza.

Wynik

Przyczepność lepiszcza (asfaltu) do kruszywa określa się wielkością nieodmytej powierzchni kruszywa wyrażoną w procentach z dokładnością do 5%.

UWAGA

W przypadku emulsji o dużej lepkości, można ją podgrzać do temperatury 40°C, aby ułatwić otoczenie nią kruszywa.

4.2 Opracowanie procedury wykonawczej

W pierwszej kolejności opracowano na podstawie PN-EN 13614:2009 procedurę badawczą umożliwiającą przystąpienie do badań przed opublikowaniem polskiej wersji normy.

Poniżej zamieszczono to opracowanie.

1. Postanowienia ogólne

1.1. Cel procedury

Celem procedury jest określenie trybu postępowania przy oznaczaniu przyczepności emulsji asfaltowych do kruszyw metodą odmywania. Procedurę opracowano na podstawie PN-EN 13614:2009.

1.2. Dokumenty związane

PN-EN 13614:2009 Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Oznaczenie przyczepności emulsji bitumicznych – Metoda z kruszywem

PN-EN 58 Przetwory naftowe - Pobieranie próbek produktów asfaltowych

PN-EN 12594 Asfalty i produkty asfaltowe – Przygotowanie próbek do badań

PS/TN-3/8.Z-3.16 Karta badania "Oznaczenie przyczepności emulsji asfaltowych do kruszyw metodą odmywania".

1.3. Określenie obiektów badania i badanej cechy

Obiekt badania - to kationowe emulsje asfaltowe szybko rozpadowe, średnio rozpadowe, wolno rozpadowe i nadstabilne.

przyczepność – to zdolność lepiszcza do zwilżania powierzchni kruszywa i pozostawiania na nim

adhezja to ilościowa ocena oznaczonej przyczepności

1.4. Zakres stosowania z podaniem ograniczeń

Oznaczenie przyczepności emulsji asfaltowych do kruszyw metodą odmywania ma zastosowanie do wszystkich rodzajów emulsji asfaltowych kationowych.

Może być także stosowana do oceny właściwości adhezyjnych wszystkich rodzajów kruszyw.

1.5. Zasada oznaczenia

Wykonanie oznaczenia polega na dokładnym wymieszaniu emulsji asfaltowej z kruszywem wzorcowym. Po całkowitym rozpadzie emulsji w określonych warunkach, mieszanka jest zalewana wodą w szklanym naczyniu. Po określonym czasie i w określonych warunkach, powierzchnia pokryta lepiszczem jest oceniana wizualnie w procentach.

1.6. Wymagania dotyczące personelu wykonującego badania

Personel wykonujący badania powinien:

- a) być przeszkolony w zakresie swoich obowiązków,
- b) wykazywać się znajomością normy i procedury.

1.8. Warunki wykonania oznaczenia

Oznaczenie przyczepności emulsji do kruszywa wykonuje się w normalnych warunkach laboratoryjnych.

2.0 Wyposażenie pomiarowe i badawcze WPiB

2.1 Odczynniki i materiały,

- kruszywo wzorcowe tak jasne jak to możliwe, lub kruszywo specjalne, frakcji 6,3/10 mm lub 8/11 mm. Wstępnie przyjmujemy bazalt z Wilkowa 6,3/10 mm, docelowo kwarcyt z Wiśniówki 6,3/10 odsiany z frakcji 6,3/12,8.
- woda, destylowana lub dejonizowana, zgodnie z EN ISO 3696,
- odczynniki do czyszczenia naczyń – zwykle stosowane w laboratoriach.

2.2 Aparatura i sprzęt pomocniczy

- suszarka z wymuszonym obiegiem powietrza umożliwiająca utrzymanie temperatury $60^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ oraz $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$,
- waga, umożliwiająca ważenie z dokładnością $\pm 1\text{ g}$,
- płytka grzejna,
- termometr, o zakresie od 0°C do 150°C ,
- stoper,
- dwie parownice porcelanowe o średnicy 15 – 20 cm,
- dwie zlewki, o pojemności 400 ml,
- pięć szkiełek zegarkowych o średnicy 10 – 15 cm
- łopatka,
- cylinder skalowany, o pojemności od 250 ml do 500 ml.

2.3 Sprawdzenie WPiB oraz materiałów przed badaniem

Przed przystąpieniem do badania należy sprawdzić czystość parownic i jakość kruszywa.

3.0 Próbki

3.1. Liczba próbek

Oznaczenie przeprowadza się na co najmniej dwóch próbkach.

3.2. Przygotowanie próbek

Próbkę emulsji należy pobrać zgodnie z EN 58. Przygotowanie próbki do badań należy przeprowadzić zgodnie z EN 12594. Przygotowaną próbkę podzielić na 2 części i badać obydwie.

4.0 Przebieg badania

4.1. Emulsje o ograniczonej trwałości podczas magazynowania (indeks rozpadu mniejszy niż 120)

- 1) Oznaczenie wykonywać w normalnych warunkach laboratoryjnych,
- 2) Przemyc kruszywo wodą i wysuszyć w suszarce z wymuszonym obiegiem powietrza przez 2h w temperaturze $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$,
- 3) Odważyć $100\text{ g} \pm 2\text{ g}$ kruszywa w jednej parownicy, a w drugiej $150\text{ g} \pm 2\text{ g}$ emulsji asfaltowej,
- 4) Wsypać kruszywo do emulsji i odczekać $60 \pm 5\text{ s}$, nie mieszając ; można jedynie łagodnie wstrząsać parownicą w celu usunięcia pęcherzyków powietrza, które mogłyby uniemożliwić właściwe zwilżenie powierzchni kruszywa,
- 5) Zlać nadmiar emulsji i przemywać kruszywo wodą destylowaną w temperaturze pokojowej, trzymając parownicę pod wolnym strumieniem wody, aż stanie się klarowna,
- 6) Przenieść otoczone asfaltem kruszywo do zlewki o pojemności 400 ml i zalać 300 ml wody o temperaturze pokojowej,
- 7) Natychmiast ocenić wielkość powierzchni kruszywa pokrytej lepiszczem. Ocenę dokonać zgodnie z poniższym schematem :
 - 100 - cała powierzchnia pokryta,
 - 90 - więcej niż około 90 % powierzchni pokryte,
 - 75 - od 75 % do 90 % powierzchni pokryte
 - 50 - od 50 % do 75 % powierzchni pokryte,
 - < 50 - mniej niż 50 % powierzchni pokryte.

UWAGA : Dla porównania i ułatwienia oceny można badaną próbkę porównać z czystym kruszywem zanurzonym w wodzie. W przypadku trudności w ocenie zlać wodę i wyrzucić kruszywo na bibułę.

- 8) Jeśli uzyskano wynik ≥ 90 , umieścić zlewkę przykrytą szkiełkiem zegarkowym w suszarce na $20\text{ h} \pm 4\text{ h}$, w temperaturze $60^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ i ponownie ocenić wielkość powierzchni pokrytej.

Pomiar wykonuje się w temperaturze $20 - 25^{\circ}\text{C}$ i wilgotności względnej 45-55 % lub w warunkach otoczenia, które należy zmierzyć i zapisać.

4.2 Emulsje, które mogą być magazynowane (indeks rozpadu większy niż 120)

- 1) Oznaczenie wykonywać w normalnych warunkach laboratoryjnych,
- 2) Odważyć $200\text{ g} \pm 2\text{ g}$ kruszywa w jednej parownicy, a w drugiej taką ilość emulsji, aby zawierała $10\text{ g} \pm 1\text{ g}$ asfaltu,
- 3) Wsypać kruszywo do emulsji,
- 4) Łagodnie wymieszać łopatką,
- 5) Przenieść mieszaninę na szkiełko zegarkowe i umieścić w suszarce z wymuszonym obiegiem powietrza, w temperaturze $60^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ na $20\text{ h} \pm 4\text{ h}$,
- 6) Przenieść otoczone asfaltem kruszywo do zlewki o pojemności 400 ml i zalać około 300 ml wody ogrzanej do temperatury $60^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ i przykryć szkiełkiem zegarkowym,
- 7) Umieścić zlewkę w suszarce w temperaturze $60^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ na $20\text{ h} \pm 4\text{ h}$,

- 8) Ocenić wielkość powierzchni kruszywa pokrytej lepiszczem zgodnie z powyższym schematem,
- 9) Jeśli uzyskano wynik ≥ 90 , umieścić zlewkę przykrytą szkiełkiem zegarkowym w suszarce na $20\text{ h} \pm 4\text{h}$, w temperaturze $60^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ i ponownie ocenić wielkość powierzchni pokrytej.

5.0 Wyniki

5.1. Wykonywanie obliczeń i sposób wyrażania ostatecznego wyniku badania

W przypadku emulsji pokrywających kruszywo więcej niż w 90 % w pierwszym badaniu, należy podać wynik drugiej części badania. W przypadku emulsji, które mogą być magazynowane, należy podać tylko jeden wynik.

Za wynik końcowy oznaczania należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników, co najmniej dwóch oznaczeń różniących się od siebie nie więcej niż o $\pm 5\%$ wartości przy prowadzeniu badania przez jednego wykonawcę oraz nie więcej niż o $\pm 10\%$ wartości średniej przy prowadzeniu badania przez różnych wykonawców.

5.2. Sposób dokumentowania badania

Wyniki badań należy wpisać do karty badań PS/TN-3/8.Z-3.16.

5.3. Precyzja

Ponieważ metoda oznaczania jest jakościowa, nie jest możliwe ilościowe określenie jej dokładności.

Jednak oznaczenie wykonywane kilkakrotnie przez tego samego laboranta, daje identyczne wyniki dla danego rodzaju emulsji.

5.4. Sprawozdanie z badań

Sprawozdanie z badań powinno zawierać, co najmniej następujące informacje:

- a) odwołanie do niniejszej Normy Europejskiej,
- b) typ i pełną identyfikację próbki przeznaczonej do badań,
- c) typ i identyfikację kruszywa i stosowanej frakcji (6,3/10 mm lub 8/11 mm),
- d) wynik badania,
- e) liczbę przeprowadzonych badań,
- f) każde odchylenie, uzgodnione lub inne od opisanej procedury,
- g) datę wykonania badań.

5.5. Kontrola i weryfikacja

Przed rozpoczęciem badania według niniejszej procedury przeprowadza się kontrolę WPiB. Kontrolę podlega stan techniczny urządzeń badawczych i przyrządów pomiarowych oraz ważność dokumentów kontroli metrologicznej WPiB.

Zapis w karcie badań weryfikuje osoba nadzorująca badanie, treść sprawozdania z badań sprawdza i podpisuje Kierownik Laboratorium.

5.6. Sposób postępowania w przypadku uzyskania wyników ocenianych jako niewiarygodne, wystąpienia awarii itp.

W przypadku uzyskania niewiarygodnych wyników należy wykonać badanie ponownie w identycznych warunkach, przez tą samą osobę.

6 Odpowiedzialność i uprawnienia

Odpowiedzialność za wyniki pomiarów spoczywa na kierowniku laboratorium, a w razie jego nieobecności na osobie zastępującej go.

Uprawnieni do wykonywania oznaczenia przyczepności emulsji asfaltowych do kruszyw metodą odmywania są pracownicy zatrudnieni w laboratorium.

KARTA BADAŃ

Oznaczenie przyczepności emulsji asfaltowych do kruszyw metodą odmywania

Laboratorium wykonujące badanie			
Nazwa badanego wyrobu		Emulsja asfaltowa	
Rodzaj emulsji: A – IR < 120 B – IR > 120			
nr normy	PN-EN 13614:2009		
Nr próbki			
Kolejność oznaczeń	1	2	3
wynik pierwszej oceny, %			
wynik drugiej oceny, %			
Wynik badania (wartość średnia), %			
data wykonania oznaczenia			
imię, nazwisko i podpis wykonującego badanie			
imię, nazwisko i podpis kontrolującego			
Dane pomocnicze	masa kruszywa: A - 100 g ± 2 g, B - 200 g ± 2 g	masa emulsji: A – 150 g ± 2 g, B -(podać ilość) (10 g ± 1 g asfaltu)	100 - cała powierzchnia pokryta, 90 - więcej niż około 90 % powierzchni pokryte, 75 - od 75 % do 90 % powierzchni pokryte, 50 - od 50 % do 75 % powierzchni pokryte, < 50 - mniej niż 50 % powierzchni pokryte

4.3 Porównanie metod badań zawartych w EmA-99 z metodami opisanymi w nowych normach

W ramach zadania 4 zajęto się 4 metodami oznaczeń:

- przyczepności,
- indeksu rozpadu,
- stabilności na cemencie,
- pozostałości na sicie.

Powyższe właściwości były dotąd oznaczane zgodnie z EmA-99. W tablicy 33 podano wymagania zgodnie z WT EmA-99 zaś w tablicy 34 – zgodnie z PN-EN 13808.

Tablica 33 Właściwości drogowych emulsji kationowych niemodyfikowanych wg EmA 99

OZNACZENIA	KLASA EMULSJI						
Badane właściwości	Szybkorozpadowe				Średniorozpadowe	Wolno-rozpadowe	Nadstabilne
	K1-50	K1-60	K1-65	K1-70	K2	K3	K4
Przyczepność do kruszywa, %	≥ 85	≥ 85	≥ 85	≥ 85	≥ 85	≥ 85	≥ 85
Indeks rozpadu, g/100g*	< 90	< 90	< 90	< 90	80 - 130	> 120	-
Stabilności na cemencie, g							< 2,0
Pozostałości na sicie 0,500 mm, %	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1	< 0,1
Pozostałości na sicie 0,160 mm, %	< 0,25	< 0,25	< 0,25	< 0,25	< 0,25	< 0,25	< 0,25

Tablica 34 Klasy własności kationowych emulsji asfaltowych wg PN-EN 13808

Badane właściwości	Norma PN-EN	Jednostki	Klasa 0	Klasa 1	Klasa 2	Klasa 3	Klasa 4	Klasa 5	Klasa 6	Klasa 7
Przyczepność	13614	%	NPD	TBR	≥ 75	≥ 90	-	-	-	-
Indeks rozpadu	13075-1	g/100g	NPD	TBR	≤ 100	≤ 140	80-140	120-180	≥ 120	≥ 160
Stabilności na cemencie	12848	g	NPD	TBR	≤ 2	>2	-	-	-	-
Pozostałości na sicie 0,500 mm, %	1429	%(m/m)	NPD	TBR	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 0,5	-	-	-
Pozostałości na sicie 0,160 mm, %	1429	%(m/m)	NPD	TBR	≤ 0,25	≤ 0,5	-	-	-	-

W tablicy 35 zestawiono porównanie 3 dotychczasowych metod badań wg EmA-99 z metodami wprowadzanymi nowymi normami.

Tablica 35 Porównanie metod badań

Właściwości emulsji wg EN 13808	Metody badań wg PN-EN	Jednos- tki	Właściwości emulsji wg EmA-99	Metody Badań wg EmA-99
Indeks rozpadu	13075-1	g/100g	Indeks rozpadu	p. 5.10
Pozostałość na sicie - 0,50 mm - 0,16 mm	1429	% (m/m)	Pozostałość na sicie - 0,50 mm - 0,16 mm	p. 5.6
Przyczepność przez odmywanie wodą	13614	%	Przyczepność do kruszywa	p. 5.9

Normy na metody badań wprowadzają szereg dość istotnych modyfikacji dotąd stosowanych metod opisanych w EmA-99. Oznaczenie przyczepności przez odmywanie wodą wprowadzane normą jest kompletnie innym oznaczeniem.

Indeks rozpadu oznaczany będzie w podobny sposób, lecz zmieniono rodzaj piasku stosowanego do prób z powszechnie używanego piasku kwarcowego Sikaisol, na nowy wypełniacz mineralny (piasek) Forshammer ze Szwecji, co wymusiło przeprowadzenie wielu prób.

Oznaczenie pozostałości na sitach pozostawiono bez zmian w porównaniu z dotychczas stosowanym oznaczeniem jednorodności.

4.4 Badania przyczepności przez zanurzenie w wodzie

Badania przyczepności przez zanurzenie w wodzie wg PN-EN 13614:2009 przeprowadzono na dwóch rodzajach emulsji asfaltowej; wg starej nomenklatury na emulsji szybkorozpadowej i na emulsji wolnorozpadowej to znaczy na emulsji o indeksie rozpadu poniżej 120 i indeksie rozpadu powyżej 120 (wg wypełniacza Forshammer). Do badań użyto cztery rodzaje kruszywa: kwarcyt z Wiśniówki, kwarcyt z Turcji, bazalt z Wilkowa i granit z Granicznej frakcje 6,3/10 mm.

Badania prowadzono metodą wg powyższej procedury. Wyniki zamieszczono w tablicy 36.

Tablica 36 Wyniki badań przyczepności emulsji asfaltowych do kruszyw

Kruszywo	Pozostała powierzchnia pokryta asfaltem, %			
	wg PN-EN 13614:2009		wg EmA 99	
	K1-65	K3-60	K1-65	K3-60
Kwarcyt z Wiśniówki	5	100	85	85
Kwarcyt z Turcji	5	100	90	90
Bazalt z Wilkowa	10	100	95	95
Granit z Granicznej	5	100	85	80

Z powyższych danych wynika kompletny brak korelacji pomiędzy stosowaną w kraju metodą gotowania (Texas boiling test), a metodą oznaczania przyczepności wg PN-EN 13614.

W przypadku emulsji o indeksie rozpadu < 120 (wg EmA 99 będzie to wartość < 86 g/100g- emulsja szybkorozpadowa) kruszywo jest wsypywane do dużej objętości emulsji, w której zostaje zanurzone i po 1 minucie nadmiar emulsji zostaje zlany a pozostałe kruszywo jest łagodnie płukane wodą do uzyskania klarownej wody z płukania. W efekcie otrzymujemy ziarna pokryte śladowymi ilościami asfaltu i ocena stopnia pokrycia jest na poziomie od 0 % do 5 % niezależnie od rodzaju kruszywa.

Przeprowadzono szereg prób modyfikacji opisanej w normie metody. Zmieniano temperaturę emulsji i temperaturę kruszywa w badaniu. Zmiana temperatury emulsji na 40 °C i 60 °C nie dała oczekiwanego rezultatu. Także mieszanie kruszywa z emulsją w miejsce wstrząsania nie poprawiło wyników próby.

Dopiero zmiana temperatury kruszywa pozwoliła na uzyskanie wyników zbliżonych do uzyskiwanych metodą gotowania. Podnoszono stopniowo temperaturę kruszywa wrzucanego do emulsji do 50 °C, 100 °C, 150 °C i 200 °C. Oczekiwany efekt uzyskano w przypadku ogrzania kruszywa stosowanego do oznaczenia do temperatury 200 °C.

W tablicy 37 zamieszczono wyniki oznaczenia przyczepności zmodyfikowaną metodą wg PN-EN 13614:2009, p. 8.2.

Tablica 37 Wyniki badań przyczepności emulsji do kruszyw

Kruszywo		Pozostała powierzchnia pokryta asfaltem			
		wg normy zmodyfikowanej PN-EN 13614:2009		wg EmA 99	
		K1-65	K3-60	K1-65	K3-60
Kwarcyt Wiśniówki	z	85	85	85	85
Bazalt Wilkowa	z	95	100	100	95
Granit Granicznej	z	85	80	85	80

W przypadku emulsji o indeksie rozpadu > 120 (wg EmA-99 będzie to wartość > 86 g/100g- emulsja średnio lub wolnorozpadowa) postępowanie jest odmienne. Do 200 g próbki kruszywa wlewane jest około 15 g emulsji i mieszane. W wyniku tego postępowania całe kruszywo zostaje otoczone emulsją, która jest użyta w nadmiarze.

Następnie kruszywo po rozłożeniu na szkiełku zegarkowym wkładane jest do suszarki na 20 h w temperaturze 60 °C. Po tym zabiegu kruszywo zawsze będzie otoczone asfaltem w 100 %. Następnie tak otoczone kruszywo zalewane jest wodą i wkładane do suszarki na kolejne 20 h w temperaturze 60 °C.

W przeprowadzonych próbach nie zaobserwowano odmywania asfaltu z kruszywa. Procedura wykonania oznaczenia jest długotrwała (kilka dni) i nie gwarantuje pewności wyniku. Jest nie do przyjęcia dla laboratoriów ruchowych wytwórni emulsji asfaltowych. Metoda ta jest podobna do opisanej w normie amerykańskiej, z tym że kruszywo po otoczeniu nie jest wygrzewane „na sucho” lecz od razu umieszczane w wodzie.

Na obecnym etapie doświadczeń można wnioskować wykonywanie oznaczeń przyczepności wszystkich emulsji zmodyfikowaną metodą dla emulsji o indeksie rozpadu < 120. Uzyskane wyniki pozwalają sugerować dokonanie zmiany w PN-EN 13614:2009 lub rezygnację z jej stosowania.

Z przeprowadzonych prób wynika, że metody zawarte w normie nie dają możliwości oceny przyczepności emulsji asfaltowej do kruszyw mineralnych. Przyczepność emulsji o indeksie rozpadu poniżej 120 zawsze będzie na poziomie bliskim zera, natomiast emulsji o indeksie rozpadu powyżej 120 zawsze będzie wynosić 100 % w przypadku wykonania oznaczenia zgodnie ze sposobem podanym w normie.

Przeprowadzone próby z wyraźnie negatywnym wynikiem nie pozwoliły na wykonanie walidacji nowej metody oznaczania przyczepności emulsji asfaltowej do kruszywa mineralnego. W związku z tym naszym zdaniem należy pozostawić w wymaganiach krajowych oznaczania przyczepności metodą gotowania wg EmA-99.

5 Przeprowadzenie walidacji metody oznaczania rozpadu emulsji wg PN-EN 13075-1 i PN-EN 12848 z użyciem dwóch typów piasku. Przeprowadzenie badań między laboratoryjnych z partnerami krajowymi w możliwym do przeprowadzenia zakresie. W ramach badań indeksu rozpadu emulsji asfaltowych wg PN-EN 13075-1 przeprowadzenie porównania dwóch typów piasków i wybór jednego z nich do stosowania w kraju (Zadanie 2)

5.1 Wprowadzenie

Nowa norma opisująca wykonanie indeksu rozpadu, aczkolwiek nie zmieniająca sposobu wykonania, wprowadza nowy rodzaj materiału, który jest dodawany do emulsji w trakcie oznaczenia. Jest to mieszane kruszywo drobne o dużej zawartości frakcji pyłowej.

Zgodnie z normą piasek Forshammer SE jest mieszaniną:

- 65% skalenia
- 30% kwarcu
- 5% miki

o parametrach przesiewu:

- 91,2% przechodzi przez sito # 0,50 mm
- 56,6% przechodzi przez sito # 0,25 mm
- 23,9% przechodzi przez sito # 0,125 mm
- 7,7% przechodzi przez sito # 0,64 mm
- 3,0 % przechodzi przez sito # 0,032 mm
- 1,7% przechodzi przez sito # 0,016 mm.

Jednocześnie pozostawiono jako alternatywę stosowany dotąd naturalny piasek Sikaisol.

Piasek Sikaisol posiada następujące właściwości:

- naturalna krzemionka, nie kruszona
- zawartość SiO_2 większa od 98%
- gęstość $2650 \text{ kg/m}^3 \pm 20 \text{ kg/m}^3$
- wartość pH, oznaczana zgodnie z Zał. C do normy francuskiej XP A 05-252;
- rozkład wielkości cząstek, jako % przechodzący przez sito #:

- 0,100 mm	94% do 100%
- 0,080 mm	83% do 93%
- 0,063 mm	62% do 79%
- 0,050 mm	43% do 68%

Przed pomiarem wzorcowy wypełniacz powinien być suszony w suszarce o temperaturze 120°C i przechowywany w eksykatorze.

W tym momencie należy wyjaśnić, że wartości indeksu rozpadu w normie na przyczepność są podane najprawdopodobniej dla kruszywa Forshammer. Wartość 120 dla tego kruszywa odpowiada w przybliżeniu 80-85 dla Sikaisolu, czyli charakterystyczna dla emulsji szybkorozpadowej.

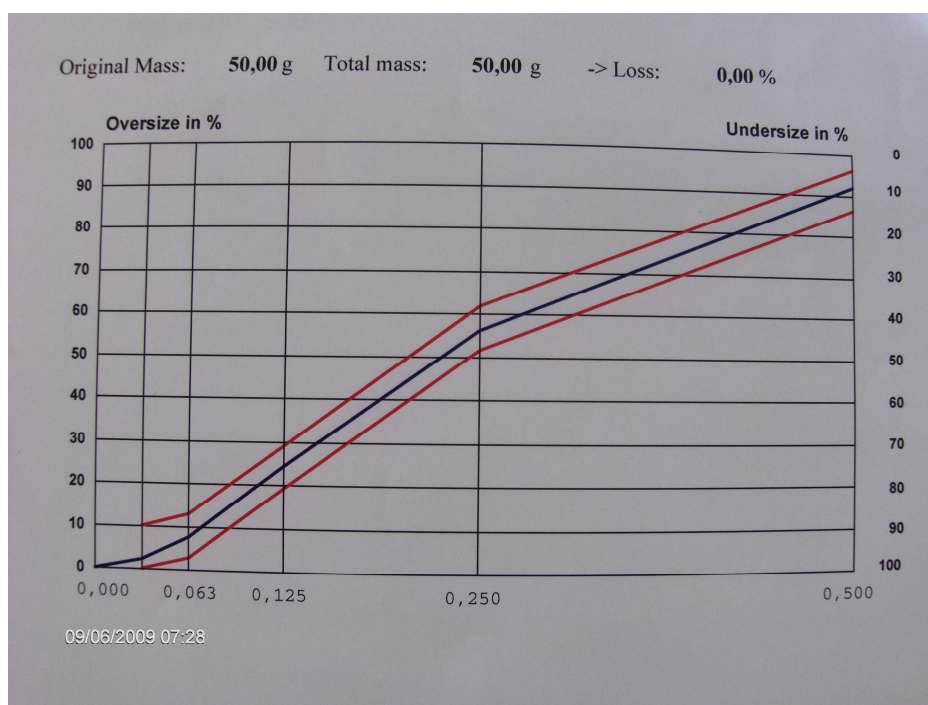
5.2 Badania indeksu rozpadu na piasku Forshammer

Badania indeksu rozpadu emulsji asfaltowych wykonano zgodnie z PN-EN 13075-1:2009. Do badań użyto piasek Forshammer zakupiony w Szwecji o następujących parametrach: gęstość $2,60 \text{ kg/l}$, powierzchnia właściwa $161 \text{ cm}^2/\text{g}$, średnia wielkość cząstki $0,204 \text{ mm}$. Wyniki analizy sitowej podano w tablicy 38.

Tablica 38 Wyniki analizy sitowej piasku Forshammer

Rozmiar cząstek, mm	Pozostaje na sicie, %	Przechodzi przez sito, %	Sito #, mm
0,500	8,20	91,8	0,500
0,250-0,500	44,0	56,00	0,250
0,125-0,250	75,80	24,20	0,125
0,063-0,125	92,60	7,40	0,063
0,032-0,063	97,60	2,40	0,032
0,000-0,032	100,00	0,00	0,000

Wyniki analizy sitowej przedstawiono na poniższym wykresie.



Krzywa uziarnienia wypełniacza mineralnego Forshammer

Na wstępie przeprowadzono walidację metody oznaczania na wypełniaczu mineralnym Forshammer wykonując 10 oznaczeń indeksu rozpadu emulsji K1-70MP (C69 BP 3 PU).

Do obliczenia i weryfikacji precyzji pomiaru (powtarzalności) podanej w ww. normie zastosowano metody określone w PN-ISO 5725-2 Dokładność (poprawność i precyzja) metod pomiarowych i wyników pomiarów – Część II: Podstawowa metoda określania powtarzalności i odtwarzalności standardowej metody pomiarowej oraz w Przewodniku ISO/IEC 43-1:1997 „Badanie biegłości poprzez porównania między laboratoryjne – Część 1: Projektowanie i realizacja programów badania biegłości”.

Analizę statystyczną wyników wykonano przy użyciu arkusza kalkulacyjnego Excel 2007. Wyniki zestawiono w tablicach od 39 do 43.

Tablica 39 Wyniki oznaczenia indeksu rozpadu emulsji K1-70 MP (C69 BP 3 PU) z użyciem wypełniacza mineralnego Forshammer wykonane w IBDiM

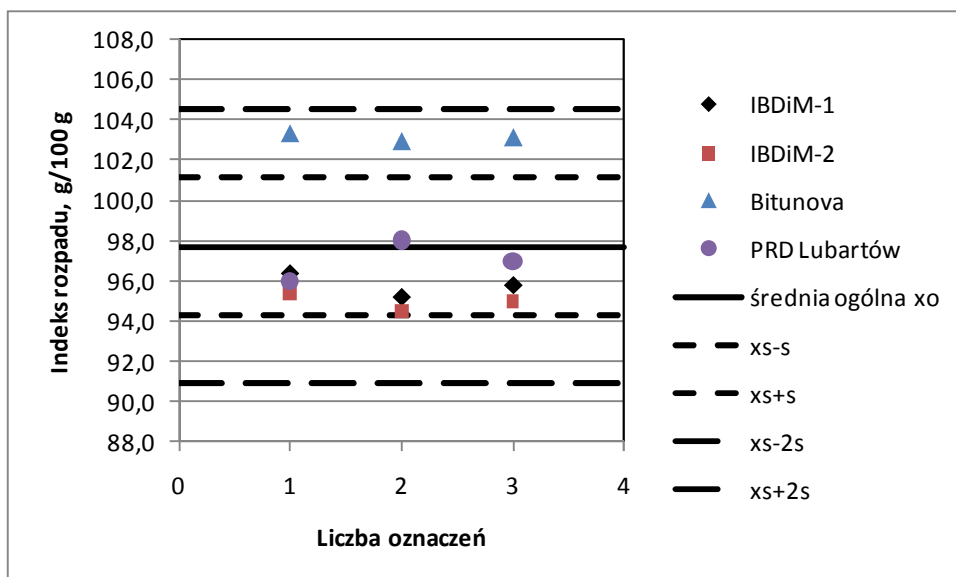
Lp.	Liczba pomiarów	Indeks rozpadu g/100g
1	2	3
1	1	116,0
2	2	114,7
3	3	116,9
4	4	116,4
5	5	112,2
6	6	115,2
7	7	115,2
8	8	111,8
9	9	111,9
10	10	113,0
11	Średnia $\bar{X}_s$	114,3
12	Wariancja s^2	
13	Odchylenie stand. s	1,9
14	$\bar{X}_s - s$	112,4
15	$\bar{X}_s + s$	116,2
16	$\bar{X}_s - 2s$	110,5
17	$\bar{X}_s + 2s$	118,1

Badania przeprowadzono na 4 emulsjach kationowych: emulsji szybkorozpadowej niemodyfikowanej K1-70 (C69 B3 PU) emulsji szybkorozpadowej modyfikowanej K1-70MP (C69 BP3 PU), średniorozpadowej niemodyfikowanej K2-65 (C65 B4 RC) i wolnorozpadowej niemodyfikowanej K3-60 (C60 B5 CWZ). W badaniach wzięły udział 4 laboratoria.

Wykonano zgodnie z normą po 2-3 oznaczenia indeksu rozpadu dla każdej z emulsji. Wyniki pomiarów znajdują się w tablicach i na rysunkach.

Tablica 40 Wyniki oznaczenia indeksu rozpadu emulsji K1-70 wykonane w IBDiM, Bitunova i PRD Lubartów

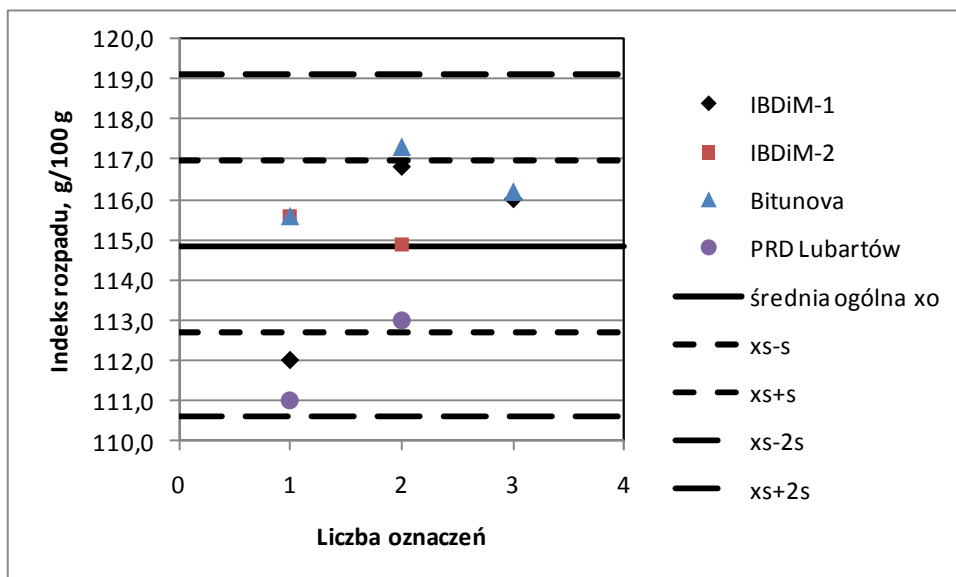
Lp.	Liczba pomiarów	Indeks rozpadu. g/100g s			
		IBDiM 1	IBDiM 2	Bitunova	PRD Lubartów
1	2	3	4	5	6
1	1	96,4	95,4	103,3	96,0
2	2	95,2	94,5	102,9	98,0
3	3	95,8	95,0	103,1	97,0
Analiza statystyczna					
4	Średnia $\bar{X}_s$	95,80	94,97	103,10	97,00
5	Wariancja s^2	0,36	0,20	0,04	1,00
6	Odchylenie stand. s	0,60	0,45	0,20	1,00
7	$\bar{X}_s - s$	95,20	94,52	102,90	96,00
8	$\bar{X}_s + s$	96,40	95,42	103,30	98,00
9	$\bar{X}_s - 2s$	94,60	94,06	102,70	95,00
10	$\bar{X}_s + 2s$	97,00	95,87	103,50	99,00



Rys. 7 Wyniki oznaczenia indeksu rozpadu emulsji K1-70 przy użyciu piasku Forshammer

Tablica 41 Wyniki oznaczenia indeksu rozpadu emulsji K1-70 MP wykonane w IBDiM, Bitunova i PRD Lubartów

Lp.	Liczba pomiarów	Indeks rozpadu. g/100g s			
		IBDiM 1	IBDiM 2	Bitunova	PRD Lubartów
1	2	3	4	5	6
1	1	112,0	115,6	115,6	111,0
2	2	116,8	114,9	117,3	113,0
3	3	116,0	-	116,2	-
Analiza statystyczna					
4	Średnia $\bar{X}_s$	114,93	115,25	116,37	112,00
5	Wariancja s^2	6,61	0,25	0,74	2,00
6	Odchylenie stand. s	2,57	0,49	0,86	1,41
7	$\bar{X}_s - s$	112,36	114,76	115,50	110,59
8	$\bar{X}_s + s$	117,50	115,74	117,23	113,41
9	$\bar{X}_s - 2s$	109,79	114,26	114,64	109,17
10	$\bar{X}_s + 2s$	120,08	116,24	118,09	114,83

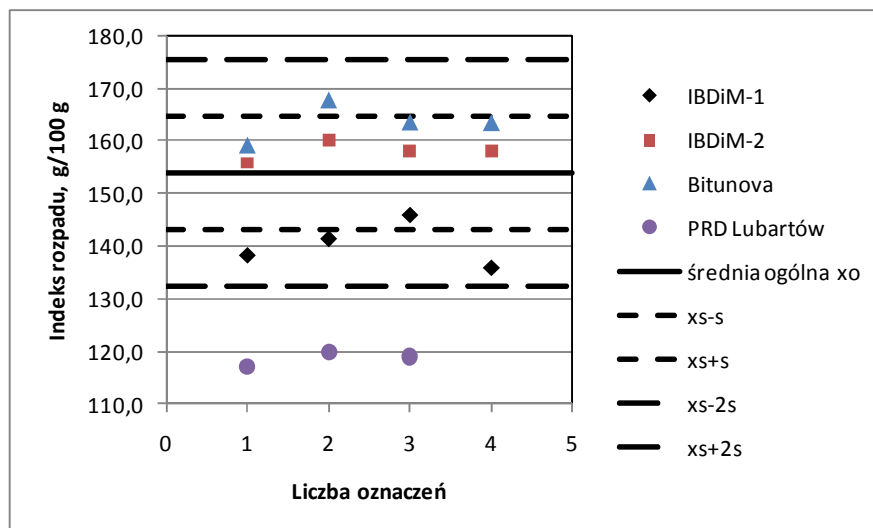


Rys. 8 Wyniki oznaczenia indeksu rozpadu emulsji K1-70 MP przy użyciu piasku Forshammer

Tablica 42 Wyniki oznaczenia indeksu rozpadu emulsji K2-65 wykonane w IBDiM, Bitunova i PRD Lubartów

Lp.	Liczba pomiarów	Indeks rozpadu. g/100g s			
		IBDiM 1	IBDiM 2	Bitunova	PRD Lubartów
1	2	3	4	5	6
1	1	138,2	155,8	159,1	117,0*
2	2	141,4	160,2	167,7	120,0*
3	3	146,0	158,0	163,5	119,0*
4	4	135,8	158,0	163,4	-
Analiza statystyczna					
5	Średnia Xs	140,35	158,00	163,43	118,67
6	Wariancja s ²	19,45	3,23	12,33	2,33
7	Odchylenie stand. s	4,41	1,80	3,51	1,53
8	Xs-s	135,94	156,20	159,91	117,14
9	Xs+s	144,76	159,80	166,94	120,19
10	Xs-2s	131,53	154,41	156,40	115,61
11	Xs+2s	149,17	161,59	170,45	121,72

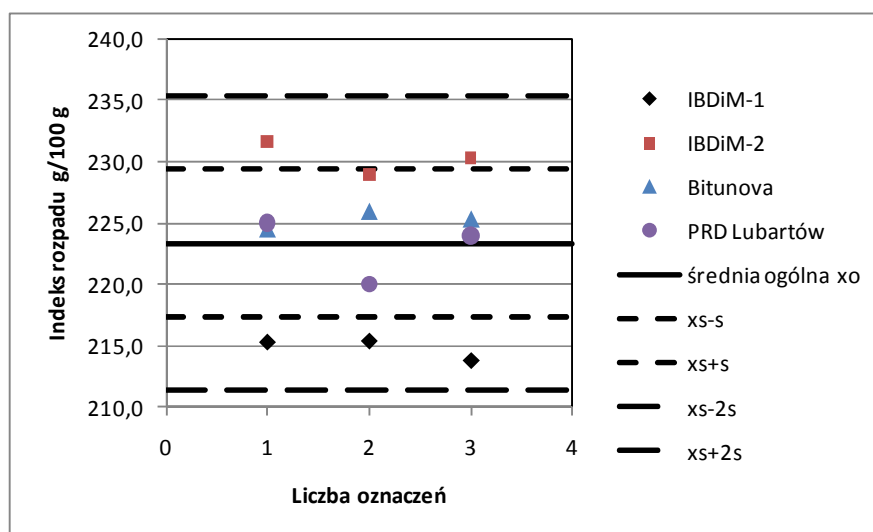
* wyniki nie zostały uwzględnione w obliczeniach



Rys. 9 Wyniki oznaczenia indeksu rozpadu emulsji K2-65 przy użyciu piasku Forshammer

Tablica 43 Wyniki oznaczenia indeksu rozpadu emulsji K3-60 wykonane w IBDiM, Bitunova i PRD Lubartów

Lp.	Liczba pomiarów	Indeks rozpadu. g/100g s			
		IBDiM 1	IBDiM 2	Bitunova	PRD Lubartów
1	2	3	4	5	6
1	1	215,3	231,6	224,6	225,0
2	2	215,4	229,0	226,0	220,0
3	3	213,8	230,3	225,4	224,0
Analiza statystyczna					
4	Średnia $\bar{X}_s$	214,83	230,30	225,33	223,00
5	Wariancja s^2	0,80	1,69	0,49	7,00
6	Odchylenie stand. s	0,90	1,30	0,70	2,65
7	$\bar{X}_s - s$	213,94	229,00	224,63	220,35
8	$\bar{X}_s + s$	215,73	231,60	226,04	225,65
9	$\bar{X}_s - 2s$	213,04	227,70	223,93	217,71
10	$\bar{X}_s + 2s$	216,63	232,90	226,74	228,29



Rys. 10 Wyniki oznaczenia indeksu rozpadu emulsji K3-60 przy użyciu piasku Forshammer

5.3 Badanie indeksu rozpadu na piasku Sikaisol

W celu porównania wyników badań indeksu rozpadu oznaczonego z użyciem wypełniacza mineralnego Forshammer wykonano badania indeksu rozpadu emulsji asfaltowych z użyciem piasku Sikaisol. Oznaczenia wykonano zgodnie z PN-EN 13075-1:2009.

Do badań użyto piasek Sikaisol zakupiony we Francji o następujących parametrach.

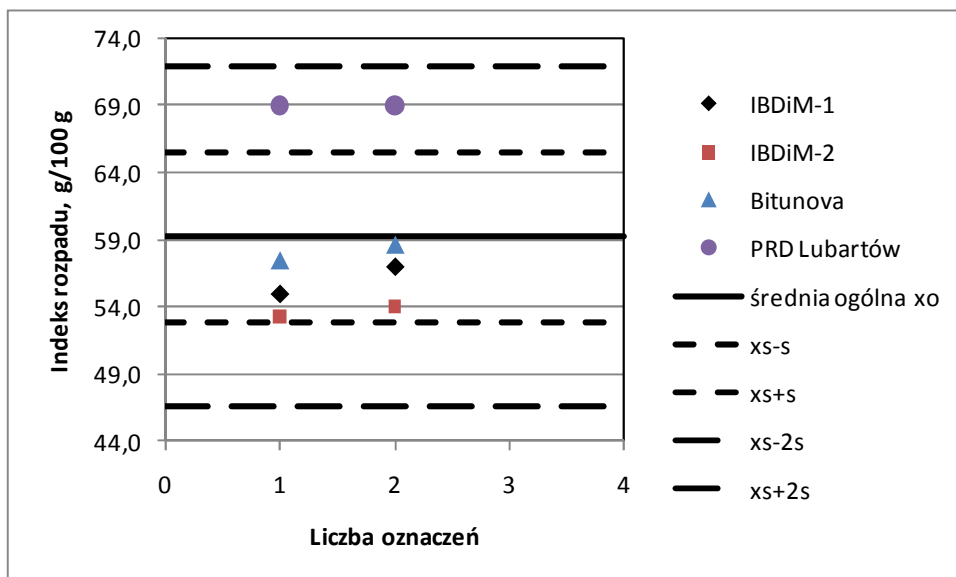
Badania przeprowadzono na 4 emulsjach kationowych: emulsji szybkorozpadowej niemodyfikowanej K1-70 (C69 B3 PU) emulsji szybkorozpadowej modyfikowanej K1-70MP (C69 BP3 PU), średniorozpadowej niemodyfikowanej K2-65 (C65 B4 RC) i wolnorozpadowej niemodyfikowanej K3-60 (C60 B5 CWZ).

Wykonano po 2-3 oznaczenia indeksu rozpadu dla każdej z emulsji.

Wyniki pomiarów znajdują się w tablicach 44 – 47.

Tablica 44 Wyniki oznaczenia indeksu rozpadu emulsji K1-70 wykonane w IBDiM, Bitunova i PRD Lubartów

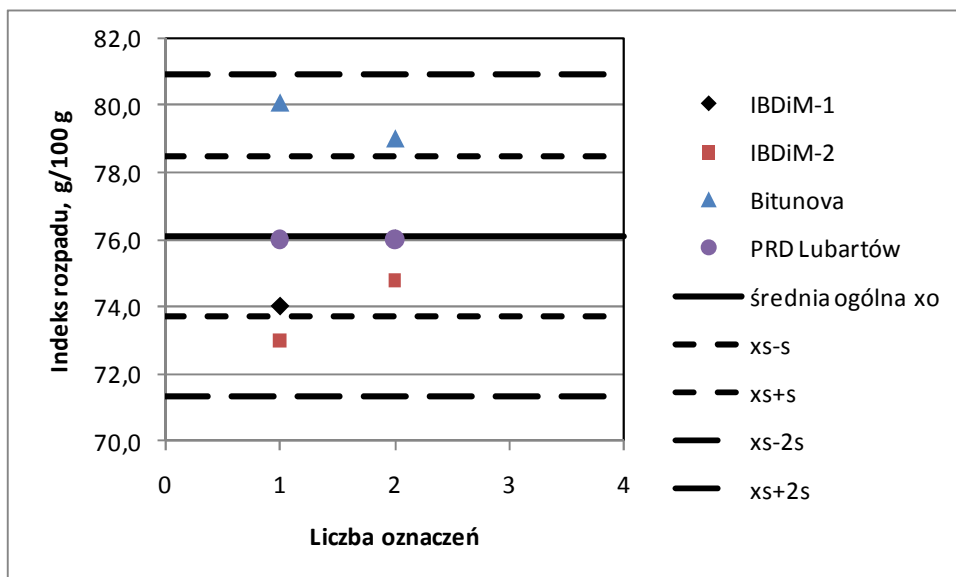
Lp.	Liczba pomiarów	Indeks rozpadu. g/100g			
		IBDiM 1	IBDiM 2	Bitunova	PRD Lubartów
1	2	3	4	5	6
1	1	55,0	53,3	57,5	69,0
2	2	57,0	54,0	58,7	69,0
Analiza statystyczna					
3	Średnia $\bar{X}_s$	56,00	53,65	58,10	69,00
4	Wariancja s^2	2,00	0,24	0,72	0,00
5	Odchylenie stand. s	1,41	0,49	0,85	0,00
6	$\bar{X}_s - s$	54,59	53,16	57,25	69,00
7	$\bar{X}_s + s$	57,41	54,14	58,95	69,00
8	$\bar{X}_s - 2s$	53,17	52,66	56,40	69,00
9	$\bar{X}_s + 2s$	58,83	54,64	59,80	69,00



Rys. 11 Wyniki oznaczenia indeksu rozpadu emulsji K1-70 przy użyciu piasku Sikaisol

Tablica 45 Wyniki oznaczenia indeksu rozpadu emulsji K1-70 MP wykonane w IBDiM, Bitunova i PRD Lubartów

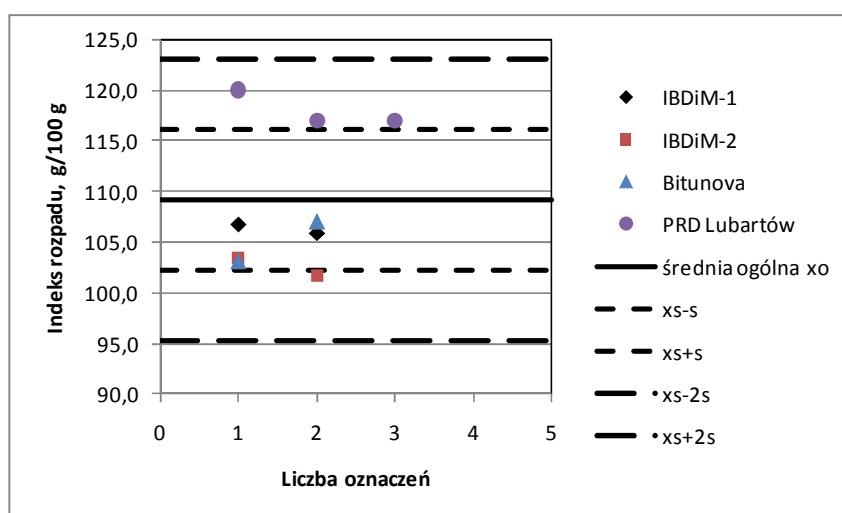
Lp.	Liczba pomiarów	Indeks rozpadu. g/100g			
		IBDiM 1	IBDiM 2	Bitunova	PRD Lubartów
1	2	3	4	5	6
1	1	74,0	73,0	80,1	76,0
2	2	76,0	74,8	79,0	76,0
Analiza statystyczna					
3	Średnia X_s	75,00	73,90	79,55	76,00
4	Wariancja s^2	2,00	1,62	0,60	0,00
5	Odchylenie stand. s	1,41	1,27	0,78	0,00
6	$X_s - s$	73,59	72,63	78,77	76,00
7	$X_s + s$	76,41	75,17	80,33	76,00
8	$X_s - 2s$	72,17	71,35	77,99	76,00
9	$X_s + 2s$	77,83	76,45	81,11	76,00



Rys. 12 Wyniki oznaczenia indeksu rozpadu emulsji K1-70 MP przy użyciu piasku Sikaisol

Tablica 46 Wyniki oznaczenia indeksu rozpadu emulsji K2-65 wykonane w IBDiM, Bitunova i PRD Lubartów

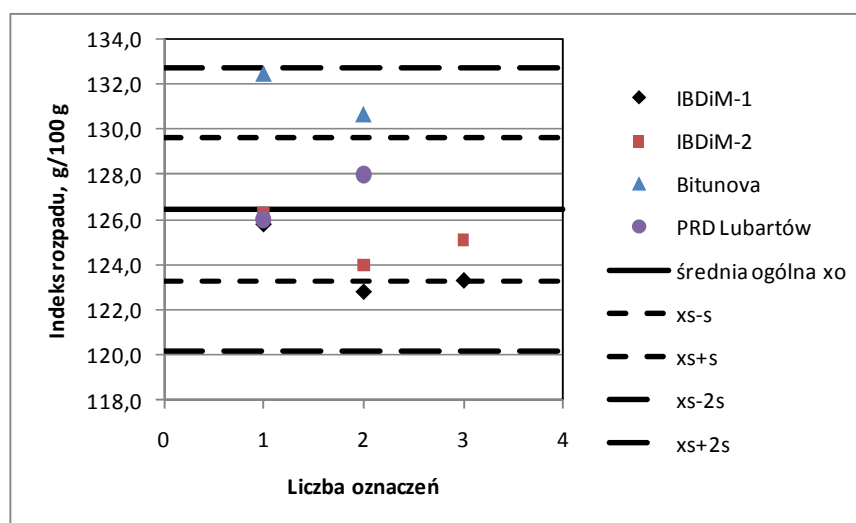
Lp.	Liczba pomiarów	Indeks rozpadu. g/100g			
		IBDiM 1	IBDiM 2	Bitunova	PRD Lubartów
1	2	3		4	
1	1	106,8	103,5	103,2	120,0
2	2	105,9	101,7	107,1	117,0
Analiza statystyczna					
3	Średnia $\bar{X}_s$	106,35	102,60	105,15	118,00
4	Wariancja s^2	0,41	1,62	7,60	3,00
5	Odchylenie stand. s	0,64	1,27	2,76	1,73
6	$X_s - s$	105,71	101,33	102,39	116,27
7	$X_s + s$	106,99	103,87	107,91	119,73
8	$X_s - 2s$	105,08	100,05	99,63	114,54
9	$X_s + 2s$	107,62	105,15	110,67	121,46



Rys. 13 Wyniki oznaczenia indeksu rozpadu emulsji K2-65 przy użyciu piasku Sikaisol

Tablica 47 Wyniki oznaczenia indeksu rozpadu emulsji K3-60 wykonane w IBDiM, Bitunova i PRD Lubartów

Lp.	Liczba pomiarów	Indeks rozpadu. g/100g			
		IBDiM 1	IBDiM 2	Bitunova	PRD Lubartów
1	2	3	4	5	6
1	1	125,8	126,3	132,5	126,0
2	2	122,8	124,0	130,7	128,0
3	3	123,3	125,1	-	-
Analiza statystyczna					
4	Średnia $\bar{X}_s$	123,97	125,13	131,60	127,00
5	Wariancja s^2	2,58	1,32	1,62	2,00
6	Odchylenie stand. s	1,61	1,15	1,27	1,41
7	$\bar{X}_s - s$	122,36	123,98	130,33	125,59
8	$\bar{X}_s + s$	125,57	126,28	132,87	128,41
9	$\bar{X}_s - 2s$	120,75	122,83	129,05	124,17
10	$\bar{X}_s + 2s$	127,18	127,43	134,15	129,83



Rys. 14 Wyniki oznaczenia indeksu rozpadu emulsji K3-60 przy użyciu piasku Sikaisol

WERYFIKACJA POWTARZALNOŚCI

Do obliczenia i weryfikacji precyzji pomiaru (powtarzalności) podanej w PN-EN 13075-1 zastosowano metody określone w PN-ISO 5725-2 Dokładność (poprawność i precyzja) metod pomiarowych i wyników pomiarów – Część II: Podstawowa metoda określania powtarzalność i odtwarzalność standardowej metody pomiarowej oraz w Przewodniku ISO/IEC 43-1:1997 „Badanie biegłości poprzez porównania między laboratoryjne – Część 1: Projektowanie i realizacja programów badania biegłości”. Uzyskane wyniki zestawiono w tablicach 48 i 49. Norma podaje, że „różnica pomiędzy dwoma kolejnymi wynikami oznaczenia, otrzymanymi przez tego samego wykonawcę na tej samej aparaturze, w takich samych warunkach pomiaru i na identycznym materiale badawczym, w dłuższym okresie stosowania metody, przy normalnym i dokładnym przeprowadzaniu oznaczenia, może być wyższa o 10 % średniej wartości tylko w jednym przypadku na dwadzieścia.” Uzyskane wyniki (tablica 49) spełniają ten warunek.

Tablica 48 Zestawienie granic powtarzalności r w zależności od użytego do badania rodzaju piasku, g/100 g

Lp.	Rodzaj piasku	Powtarzalność r,			
		Emulsja K1-70	Emulsja K1-70 MP	Emulsja K2-65	Emulsja K3-60
1	2	3	4	5	6
1	Forshammer	1,3	3,4	6,8	3,2
2	Sikaisol	1,7	2,1	3,5	2,8

Tablica 49 Zestawienie granic powtarzalności r w zależności od użytego do badania rodzaju piasku, %

Lp.	Rodzaj piasku	Powtarzalność r,			
		Emulsja K1-70	Emulsja K1-70 MP	Emulsja K2-65	Emulsja K3-60
1	2	3	4	5	6
1	Forshammer	1,3	2,9	4,4	1,4
2	Sikaisol	2,9	2,7	3,2	2,2

5.4 Wyznaczenie współczynnika korekcyjnego

W tablicy 50 i na rys. 15 zestawiono wyniki oznaczeń indeksu rozpadu wykorzystane do obliczenia współczynnika korekcyjnego.

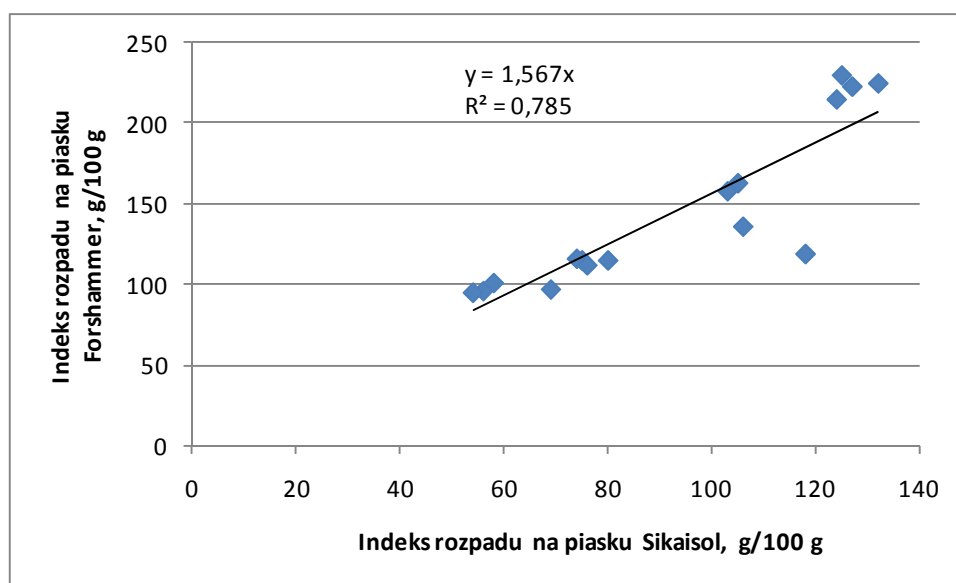
Z kilkudziesięciu wykonanych oznaczeń obliczona średnia wartość współczynnika korekcyjnego wynosi 1,60. Przedział wartości waha się od 1,28 do 1,84, co oznacza niską precyzję podczas przeliczania wartości indeksu rozpadu.

Tymczasem we francuskim załączniku do normy krajowej zasugerowano wartość 1,4. Stanowi to dość wyraźną różnicę i jest argumentem do nie przechodzenia na nowy rodzaj wypełniacza mineralnego i pozostanie przy piasku Sikaisol.

Tablica 50 Wyniki oznaczeń indeksu rozpadu

Lp.	Rodzaj emulsji	Wykonawca	Forshammer	Sikaisol	Współczynnik korekcyjny
1	K1-70	IBDiM-1	96	56	1,71
		IBDiM-2	95	54	1,76
		Bitunova	101	58	1,74
		Lubartów	97	69	1,41
2	K1-70 MP	IBDiM-1	115	75	1,53
		IBDiM-2	116	74	1,57
		Bitunova	115	80	1,43
		Lubartów	112	76	1,47
3	K2-65	IBDiM-1	136	106	1,28
		IBDiM-2	158	103	1,53

Lp.	Rodzaj emulsji	Wykonawca	Forshammer	Sikaisol	Współczynnik korekcyjny
		Bitunova Lubartów	163 119	105 118	1,55 ?
4	K3-60	IBDiM-1	215	124	1,73
		IBDiM-2	230	125	1,84
		Bitunova Lubartów	225 223	132 127	1,70 1,76
					średnio 1,60



Rys. 15 Krzywa zależności indeksu rozpadu wyznaczonego z użyciem wypełniacza mineralnego Forshammer i piasku Sikaisol

5.5 Badania rozpadu na cemencie wg PN-EN 12848

Nowa norma PN-EN 12848:2009 opisująca wykonanie oznaczenia rozpadu na cemencie, aczkolwiek nie zmieniająca sposobu wykonania, wprowadza jednak drobne zmiany wykonawcze w stosunku do EmA-99. Zasada oznaczenia i ilości cementu i emulsji pozostają niezmienione, pominięto istotną czynność, tj. przesączenie emulsji przez sito 0,50 mm przed wykonaniem oznaczenia.

Opracowano instrukcję wykonawczą (procedurę) uwzględniającą szczegóły wykonawcze. Zamieszczono ją poniżej:

1. Postanowienia ogólne

1.1. Cel procedury

Celem procedury jest określenie trybu postępowania przy oznaczaniu stabilności emulsji asfaltowych na cemencie. Procedurę opracowano na podstawie PN-EN 12848:2009.

1.2. Dokumenty związane

PN-EN 12848:2009 Asfalty i lepiszcza asfaltowe — Oznaczanie stabilności mieszanin emulsji asfaltowych z cementem

PN-EN 58 Przetwory naftowe - Pobieranie próbek produktów asfaltowych

PN-EN 12594	Asfalty i produkty asfaltowe – Przygotowanie próbek do badań
PN-EN 197-1	Cement – Część 1: Skład, wymagania i kryteria zgodności dotyczące cementów powszechnego użytku
PN-EN 197-1:2002/A1	Cement – Część 1: Skład, wymagania i kryteria zgodności dotyczące cementów powszechnego użytku
PN-EN ISO 3696	Woda stosowana w laboratoriach analitycznych – Wymagania i metody badań
PS/TN-3/8.Z-3.18	Karta badania " Oznaczenie stabilności emulsji asfaltowych na cemencie

1.3. Określenie obiektów badania i badanej cechy

Obiekt badania - to kationowe emulsje asfaltowe nadstabilne i wolnorozpadowe oraz anionowe emulsje asfaltowe nadstabilne.

stabilność emulsji na cemencie

masa skoagulowanego materiału (asfalt + cement), który powstaje, gdy emulsja asfaltowa jest mieszana z cementem w warunkach określonych w tej metodzie.

1.4. Zakres stosowania z podaniem ograniczeń

Oznaczenie stabilności emulsji asfaltowej na cemencie ma zastosowanie do emulsji asfaltowych kationowych o wydłużonym czasie rozpadu oraz do emulsji anionowych nadstabilnych. Emulsji asfaltowych szybko i średniorozpadowych nie bada się tą metodą.

1.5. Zasada oznaczenia

Emulsja asfaltowa jest mieszana z cementem w określonych warunkach. Mieszanina jest po tym przelewana przez sito i pozostałość na sicie jest ważona.

1.6. Wymagania dotyczące personelu wykonującego badania

Personel wykonujący badania powinien:

- c) być przeszkolony w zakresie swoich obowiązków,
- d) wykazywać się znajomością normy i procedury.

1.9. Warunki wykonania oznaczenia

Oznaczenie czasu schnięcia wykonuje się w normalnych warunkach laboratoryjnych.

2.0 Wyposażenie pomiarowe i badawcze WPiB

2.3 Odczynniki i materiały,

Należy używać tylko odczynniki czystości analitycznej a wodę zgodną z rodzajem 3 według EN ISO 3696. W przypadku cementu, należy używać cement Portlandzki CPA-CEMI, zgodny z EN 197-1 CEMI 32.5.

Środki czyszczące, tradycyjnie używane w laboratoriach.

2.4 Aparatura i sprzęt pomocniczy

Do wykonania oznaczenia stosuje się następujący sprzęt aparatury laboratoryjnej:

- **Sito**, z siatki ze stali nierdzewnej lub mosiądzu o oczku 2,0 mm, w ramie o średnicy od 75 mm do 150 mm,
- **Sito**, z siatki ze stali nierdzewnej lub mosiądzu o oczku 0,50 mm, w ramie o średnicy od 75 mm do 150 mm,
- **Sito**, z siatki ze stali nierdzewnej lub mosiądzu o oczku 0,16 mm, w ramie o średnicy od 75 mm do 150 mm,
- **Podstawa do sit**, pasująca do sit o średnicy od 75 mm do 150 mm,
- **Parownica** szklana lub ze stali nierdzewnej, o pojemności 500 ml,
- **Cylinder pomiarowy**, o pojemności 250 ml,
- **Waga**, o nośności 500 g, i dokładności $\pm 0,1$ g,
- **Szklana bagietka lub stalowy pręt**, o średnicy 5 mm, z zaokrąglonym końcem,
- **Suszarka**, z regulacją temperatury w $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$.

3 Próbki

3.1 Liczba próbek

Oznaczenie przeprowadza się, co najmniej na dwóch próbkach.

3.2 Przygotowanie próbek

Próbkę emulsji należy pobrać zgodnie z EN 58. Przygotowanie próbki do badań należy przeprowadzić zgodnie z EN 12594.

4 Przebieg badania

Przesiać cement przez suche sito 0,16 mm i pozostawić przesiew do dalszych badań.

Przemyć sito 2 mm i podstawkę do sit, po czym wysuszyć je w suszarce przez 30 min. Ochłodzić sito i podstawkę w eksykatorze i razem je zważyć (m_1).

Przesączyć badaną emulsję przez sito 0,50 mm.

Odważyć $50,0\text{ g} \pm 0,1\text{ g}$ cementu do parownicy. Dodać 100 ml badanej emulsji i od razu mieszać przez 1 min. ruchem obrotowym z prędkością 1 obrót na sekundę. Dodać 150 ml wody i mieszać przez dalsze 3 min z tą samą prędkością.

Przelać mieszaninę przez sito 2 mm, upewniając się, że cała mieszanina została usunięta z parownicy, przez przemywanie wodą. Gdy cała ilość mieszaniny zostanie przeniesiona z parownicy, przemywać sito kolejnymi porcjami wody wylewanymi z wysokości $150\text{ mm} \pm 5\text{ mm}$, aż popłuczyny będą czyste.

Włożyć sito w podstawkę i wysuszyć je w suszarce przez 1 h. Ostudzić je w eksykatorze i ponownie zważyć. Powtarzać te czynności, aż do uzyskania stałej masy (m_2) tj. uzyskania różnicy między ważeniami mniejszej niż 0,1 g.

5.0 Wyniki

5.1 Wykonywanie obliczeń i sposób wyrażania ostatecznego wyniku badania

Obliczyć stabilność emulsji na cemencie, S_c , próbki badanej, w gramach, za pomocą następującego równania:

$$Sc = m_2 - m_1$$

gdzie:

m_1 – masa sita i podstawki, w gramach,

m_2 – masa sita i podstawki po suszeniu, w gramach.

Wyrazić wynik w gramach, zaokrąglony do 0,1 g.

5.2 Sposób dokumentowania badania

Wyniki badań należy wpisać do karty badań PS/TN-3/8.Z-3.18.

5.3 Precyzja

Powtarzalność wyników

Różnica między wynikami dwóch kolejnych oznaczeń, otrzymanych przez tego samego wykonawcę na tej samej aparaturze, w stałych warunkach prowadzenia pomiaru, na jednakowym materiale badanym, wykonywanych jednym ciągiem, wykonując poprawnie czynności metody oznaczenia, przekracza 0,2 g tylko w jednym przypadku na dwadzieścia.

Odtwarzalność wyników

Różnica między wynikami dwóch pojedynczych i niezależnych badań, otrzymanych przez różnych wykonawców, pracujących w różnych laboratoriach oraz na jednakowym materiale badanym, wykonywanych jednym ciągiem, wykonując poprawnie czynności metody oznaczenia, przekracza 0,4 g tylko w jednym przypadku na dwadzieścia.

5.4 Sprawozdanie z badań

Sprawozdanie z badań powinno zawierać, co najmniej następujące informacje:

- a) typ i pełną identyfikację próbki przeznaczonej do badań,
- b) odwołanie do Normy Europejskiej,
- c) wynik badania,
- d) każde odchylenie, uzgodnione lub inne od opisanej procedury,
- e) datę pobrania próbki, datę przygotowania próbki i datę wykonania badań.

2.4.1 Przeprowadzenie walidacji metody oznaczenia stabilności emulsji asfaltowych w mieszaniu z cementem

Badania przeprowadzono z użyciem emulsji kationowej nadstabilnej niemodyfikowanej K4-60 (C60 B5R) wykonanej w IBDiM w młynie emulsyjnym Atomix C. Zastosowano asfalt rodzaju 70/100 z rafinerii Lotos i emulgator Teramin E2/3 (0,8 % m/m).

Wykonano 10 oznaczeń stabilności emulsji na cemencie.

Analizę statystyczną wyników wykonano przy użyciu arkusza kalkulacyjnego Excel 2007.

Wyniki zestawiono w tablicy 51.

Tablica 51 Wyniki oznaczenia stabilności na cemencie emulsji K4-60 wykonanej w IBDiM

Lp.	Liczba pomiarów	Stabilność na cemencie
1	2	3
1	1	0,25
2	2	0,22
3	3	0,19
4	4	0,20
5	5	0,22
6	6	0,23
7	7	0,19
8	8	0,24
9	9	0,21
10	10	0,23
11	Średnia $\bar{X}_s$	0,22
12	Wariancja s^2	
13	Odchylenie stand. s	0,020
14	$\bar{X}_s - s$	0,20
15	$\bar{X}_s + s$	0,24
16	$\bar{X}_s - 2s$	0,18
17	$\bar{X}_s + 2s$	0,26

Powtarzalność wymagana normą jest określona różnicą między dwoma oznaczeniami – 0,2 g.

W trakcie oznaczeń uzyskano odchylenie standardowe 0,02 g, co oznacza spełnienie wymagania normowego.

Niepewność oznaczenia określono na 0,1 g emulsji.

6 Przeprowadzenie walidacji metody oznaczania pozostałości na sicie emulsji asfaltowych szybko rozpadowych (Zadanie 2)

6.1 Wprowadzenie

Badania pozostałości na sicie kationowych emulsji asfaltowych wykonano zgodnie z PN-EN 1429:2009.

Do badań użyto 2 sita wykonane zgodnie z normą ISO 565, ze stali nierdzewnej o średnicy ramy 75 mm $\pm$ 1 mm i siatką o wielkości oczka 0,500 mm i 0,160 mm.

Badania przeprowadzono na kationowej emulsji szybkorozpadowej niemodyfikowanej K1-70 (C69 B3).

Oznaczenie wykonywano zgodnie z opracowaną poniżej zamieszczoną procedurą:

1. Postanowienia ogólne

1.1. Cel procedury

Celem procedury jest określenie trybu postępowania przy oznaczaniu pozostałości na sicie w emulsjach asfaltowych oraz oznaczenie stabilności podczas magazynowania poprzez przesączenie próbki i oznaczenie pozostałości na sicie. Procedurę opracowano na podstawie PN-EN 1429:2009 i EmA 99.

1.2. Dokumenty związane

PN-EN 1429:2009	Asfalty i lepiszcza asfaltowe – Oznaczanie pozostałości na sicie emulsji asfaltowych i oznaczenie trwałości w czasie magazynowania
PN-EN 58	Przetwory naftowe - Pobieranie próbek produktów asfaltowych
PN-EN 12594	Asfalty i produkty asfaltowe – Przygotowanie próbek do badań
PN-EN ISO 3696	Woda stosowana w laboratoriach analitycznych – Wymagania i metody badań
ISO 5280	Ksylen używany w przemyśle – Specyfikacja
ISO 5272	Toluen używany w przemyśle – Specyfikacja
PS/TN-3/8.Z-3.20	Karta badania "Oznaczenie pozostałości na sicie (lepiszcza) w emulsjach asfaltowych".

1.3. Określenie obiektów badania i badanej cechy

Obiekt badania - to kationowe i anionowe emulsje asfaltowe.

Pozostałość na sicie – to procent masowy cząstek asfaltu zatrzymanych na sicie, o rozmiarach oczka siatki określonej w niniejszej procedurze.

Stabilność (trwałość) podczas magazynowania – to zdolność emulsji asfaltowych do nie łączenia się cząstek asfaltu w większe aglomeraty w czasie magazynowania określonego zgodnie z właściwą specyfikacją emulsji.

1.4. Zakres stosowania z podaniem ograniczeń

Metoda może być stosowana do wszystkich rodzajów emulsji asfaltowych. Jeżeli pozostałość na sicie jest powyżej kilku procent, uniemożliwi to wykonanie oznaczenia – sito ulegnie zatkaniu i sączenie zostanie przerwane.

1.5. Zasada oznaczenia

Znana masa emulsji asfaltowej jest przesączana przez odpowiednio przygotowane sito o wielkości oczka # 0,500 mm albo przez dwa odpowiednio przygotowane sita o wielkości oczek odpowiednio # 0,500 mm i # 0,160 mm.

Ilość lepiszcza pozostała na sitach jest następnie po przemyciu i wysuszeniu ważona.

Stabilność (trwałość) podczas magazynowania jest określona jako ilość lepiszcza zatrzymanego na sicie o wielkości oczka w siatce 0,500 mm, po określonym czasie magazynowania.

1.6. Wymagania dotyczące personelu wykonującego badania

Personel wykonujący badania powinien:

- być przeszkolony w zakresie swoich obowiązków,
- wykazywać się znajomością normy i niniejszej procedury.

1.7. Warunki wykonania oznaczenia

Oznaczenie czasu schnięcia wykonuje się w normalnych warunkach laboratoryjnych.

2.0 Wyposażenie pomiarowe i badawcze WPiB

3.3 Odczynniki i materiały,

Należy używać tylko odczynników analitycznej jakości i wodę odpowiadającą 3 stopniowi według normy EN ISO 3696.

Roztwór S_c (do emulsji kationowych)

Wodny roztwór zawierający 1% (m/m) chlorku alkilotrimetyloamoniowego lub, 1% (m/m) bromku cetylotrimetyloamoniowego lub, jeżeli środki te nie są dostępne, 1% (m/m) chlorowodoru aminy tłuszczowej. Do roztworu dodać 1% (m/m) 1 mol/l kwasu solnego. Można także użyć zakwaszony kwasem solnym roztwór emulgatora.

Ksylen, Toluen zgodny z normą ISO

Etanol, minimum 99%.

Aceton

3.4 Aparatura i sprzęt pomocniczy

Standardowe szkło i aparatura laboratoryjna wraz z następującymi przyrządami:

- **Sito** wykonane zgodnie z normą ISO 565, ze stali nierdzewnej lub brązu o średnicy 75 mm ± 1 mm i siatką o wielkości oczka # 0,500 mm.
- **Sito** wykonane zgodnie z normą ISO 565, ze stali nierdzewnej lub brązu o średnicy 75 mm ± 1 mm i siatką o wielkości oczka # 0,160 mm.
- **Podstawka do sita** o odpowiedniej średnicy,
- **Waga** o nośności dostosowanej do zakładanych obciążeń i ważąca z dokładnością do 0,1g.
- **Waga** o nośności dostosowanej do zakładanych obciążeń i ważąca z dokładnością do 0,001g,
- **Kolba stożkowa** o objętości 200 ml zamykana korkiem ze szlifem,
- **Kolba stożkowa** (dwie) o objętości 250 ml,
- **Pojemnik** o objętości 1 l,
- **Suszarka laboratoryjna**, umożliwiająca suszenie w temperaturze 105 °C ± 5°C,
- **Eksykator**.

2.3 Sprawdzenie WPIB przed badaniem

Przed przystąpieniem do badania należy sprawdzić czystość i suchość sit i szkła oraz sprawność wag.

4 Próbki

3.1 Liczba próbek

Materiał przeznaczony do badań lub przygotowana próbka emulsji nie powinny być wcześniej sączone.

Próbkę laboratoryjną należy podzielić na dwie części – dwie próbki do badań; dla potwierdzenia wyniku przebadać obie próbki. Oznaczenie przeprowadza się co najmniej na dwóch próbkach. Każda z nich powinna być o masie około 1 kg.

3.2 Przygotowanie próbek

Próbkę emulsji należy pobrać zgodnie z EN 58. Przygotowanie próbki do badań należy przeprowadzić zgodnie z EN 12594. Przygotowaną próbkę podzielić na 2 części i badać obydwie.

4 Przebieg badania

Pozostałość na sicie 0,500 mm

- 1) Oznaczenie wykonywać w normalnych warunkach laboratoryjnych.
- 2) Przed badaniem emulsję dokładnie wymieszać.
- 3) Przemyć sito 0,500 mm ksylenem lub toluenem, a następnie etanolem lub acetonem.
- 4) Sito wraz z podstawką wysuszyć przez jedną godzinę w suszarce o temperaturze 100-110°C a następnie ochłodzić w eksykatorze.
- 5) Zważyć sito wraz z podstawką z dokładnością do 0,001 g i zanotować jego masę m_1 .
- 6) Zwilżyć sito odpowiednim roztworem S_a lub S_c .
- 7) Odsączyć dokładnie sito i umieścić na lejku, który jest umieszczony nad zakręcaną butelką.
- 8) Zważyć pojemnik z dokładnością do 0,001 g i zanotować jego masę m_c .
- 9) Do pojemnika nalać 1000 g $\pm$ 5 g emulsji i zanotować masę emulsji M_E z dokładnością do 1g.
- 10) Nalać emulsję bezpośrednio na zwilżone wcześniej sito i pozwolić na całkowite jej spłynięcie.
- 11) Należy odrzucić pierwsze 30 ml lub 40 ml przefiltrowanej emulsji, aby uniknąć możliwych do wystąpienia modyfikacji własności emulsji w połączeniu z roztworami S_a lub S_c .
- 12) Możliwie najdokładniej opróżnić pojemnik z emulsji (odlać na sito), ponownie zważyć z dokładnością do 0,001 g i zanotować jego masę m_c .
- 13) Odstawić butelkę zawierającą przefiltrowaną emulsję (przesącz) i zamknąć ją szczelnie korkiem.
- 14) **Uwaga:** Przefiltrowana w ten sposób emulsja będzie użyta do wykonania oznaczenia pozostałości na sicie 0,160 mm oraz może być wykorzystana do wszystkich pozostałych badań emulsji.
- 15) Umieścić sito na lejku, który jest zamontowany nad kolbą stożkową o objętości 250 ml. Przemyć pozostałość na sicie roztworem S_a lub S_c dopóki przesącz z przemywania nie będzie klarowny. Przemywanie zakończyć wodą.

- 16) Odsączyć dokładnie sito i umieścić na podstawce. Suszyć w suszarce laboratoryjnej przynajmniej 2 godziny, a następnie schłodzić w eksykatorze przez około 30 min.
- 17) Zważyć sito wraz z podstawką i pozostałością na sicie z dokładnością do 0.001 g i zanotować masę m_2 .

Oznaczenie cząstek pomiędzy 0,16 mm a 0,50 mm

- 1) Przemyć sito 0,160 mm ksylenem lub toluenem, a następnie etanolem lub acetonem,
- 2) Sito wraz z podstawką wysuszyć przez jedną godzinę w suszarce o temperaturze 100-110°C a następnie ochłodzić w eksykatorze,
- 3) Zważyć sito wraz z podstawką z dokładnością do 0,001 g i zanotować jego masę m_3
- 4) Zwilżyć sito odpowiednim roztworem S_a lub S_c
- 5) Odsączyć dokładnie sito i umieścić na lejku, który jest umieszczony nad zakręcaną butelką.
- 6) Wymieszać emulsję, wcześniej przesączoną przez sito 0,500 mm znajdującą się w butelce, poprzez potrząsanie butelką.
- 7) Wlać około 50 g roztworu S_a lub S_c do kolby stożkowej o objętości 200 ml, następnie odważyć do kolby stożkowej 50 g, z dokładnością do 0,05 g, wcześniej przefiltrowanej emulsji m_E .
- 8) Zamknąć kolbę stożkową korkiem ze szlifem i dokładnie wymieszać zawartość przez wstrząsanie.
- 9) Przesączyć rozcieńczoną emulsję przez sito 0,160 mm i kontynuować zgodnie z opisem sączenia emulsji z użyciem sita 0,500 mm, lecz ograniczyć do trzech ilość kolejnych przemyć, używając każdorazowo 20 ml roztworu S_a lub S_c .
- 10) Odsączyć dokładnie sito i umieścić na podstawce. Suszyć w suszarce laboratoryjnej nie mniej niż 2 godziny, a następnie ochłodzić w eksykatorze przez około 30 minut
- 11) Zważyć sito wraz z podstawką i pozostałością na sicie z dokładnością do 0,001 g i zanotować masę m_4 .

5 Wyniki

5.1 Wykonywanie obliczeń i sposób wyrażania ostatecznego wyniku badania

Do obliczeń pozostałości na sicie 0,500 mm ($R_{0,500}$), której wynikiem jest procent masowy należy użyć następującego wzoru:

$$R_{0,500} = \frac{m_2 - m_1}{M_E - (m_C' - m_C)} \times 100\%$$

gdzie:

m_1 - masa sita 0,500 z podstawką, g,

m_2 - masa sita 0,500 z podstawką + pozostałość po sączeniu, g,

M_E - masa emulsji przesączonej, g,

m_C' - masa pojemnika z resztkami emulsji, g,

m_C - masa pojemnika, g.

Do obliczeń pozostałości na sicie 0,160 mm ($R_{0,160}$), której wynikiem jest procent masowy należy użyć następującego wzoru:

$$R_{0,160} = \frac{m_4 - m_3}{m_E} \times 100\%$$

gdzie:

m_3 - masa sita 0,160 z podstawką, g,

m_4 - masa sita 0,160 z podstawką + pozostałość po sączeniu, g,

m_E - masa emulsji przesączonej, g,

Przedstawienie wyników

Wyrazić pozostałość na sicie jako procent masowy z dokładnością do 0,01 % (m/m) lub w celu potwierdzenia wyniku jako średnią arytmetyczną z wyników dwóch badań.

Dodatkowe oznaczenia (badania) są wymagane tylko w celu potwierdzenia wyniku. W przypadku rutynowej wewnętrznej kontroli produkcji dopuszcza się wykonać pojedyncze badanie.

5.2 Sposób dokumentowania badania

Wyniki badań należy wpisać do karty badań.

5.3 Precyzja

Wartości dane dla dokładności dotyczą tylko czystych asfaltów; nie mogą być stosowane do asfaltów fluksowanych lub asfaltów upłynnionych.

Powtarzalność

Różnica między wynikami dwóch badań, otrzymanych przez tego samego eksperymentatora, na tej samej aparaturze laboratoryjnej, w stałych warunkach prowadzenia pomiaru oraz na jednakowym materiale testowym (próbka do badań i odczynniki), przy poprawnym stosowaniu metod badawczych, może ostatecznie przekroczyć 0,03 % (m/m) względnej wartości tylko w jednym przypadku na dwadzieścia.

Odtwarzalność

Różnica między wynikami dwóch pojedynczych i niezależnych badań, otrzymanych przez różnych eksperymentatorów, pracujących w różnych laboratoriach oraz na jednakowym materiale testowym (próbka do badań i odczynniki), przy poprawnym stosowaniu metod badawczych, może ostatecznie przekroczyć 0,08 % (m/m) względnej wartości tylko w jednym przypadku na dwadzieścia.

5.4 Sprawozdanie z badań

Sprawozdanie z badań powinno zawierać, co najmniej następujące informacje:

- a) odwołanie do Normy Europejskiej,
- b) typ i pełną identyfikację próbki przeznaczonej do badań,
- c) wynik badania,
- d) liczbę przeprowadzonych badań,
- e) każde odchylenie, uzgodnione lub inne od opisanej procedury,
- f) datę wykonania badań.

5.5 Sposób postępowania w przypadku uzyskania wyników ocenianych jako niewiarygodne, wystąpienia awarii itp.

W przypadku uzyskania niewiarygodnych wyników należy wykonać badanie ponownie w identycznych warunkach, przez tą samą osobę.

KARTA BADAŃ

Oznaczenie pozostałości (lepiszcza) na sicie w emulsji asfaltowej

Nazwa laboratorium wykonującego badanie			
Nazwa badanego wyrobu	Emulsja asfaltowa		
nr normy	PN-EN 1429:2009		
Nr próbki			
Kolejność oznaczeń	1	2	średnia
masa sita 0,500 z podstawką m_1 , g			
masa sita 0,500 z podstawką + pozostałość po sączeniu, m_2 , g			
masa emulsji przesączonej, m_E , g			
masa pojemnika z resztkami emulsji, m_C' , g			
masa pojemnika, m_C , g			
wynik - pozostałość na sicie 0,500 mm $R_{0,500} = \frac{m_2 - m_1}{m_E - (m_C' - m_C)} \times 100\%$			
masa sita 0,160 z podstawką, m_3 , g			
masa sita 0,160 z podstawką + pozostałość po sączeniu, m_4 , g			
masa emulsji przesączonej, m_E , g			
wynik - pozostałość na sicie 0,160 mm $R_{0,160} = \frac{m_4 - m_3}{m_E} \times 100\%$			
data wykonania oznaczenia			
imię, nazwisko i podpis wykonującego badanie			
imię, nazwisko i podpis kontrolującego			

6.2 Wykonanie badań

Wykonano 10 oznaczeń pozostałości na sitach 0,500 mm i 0,160 mm emulsji asfaltowej szybkorozpadowej K1-70 (C69 B3 PU).

Do obliczenia i weryfikacji precyzji pomiaru (powtarzalności) podanej w PN-EN 1429 zastosowano metody określone w PN-ISO 5725-2 Dokładność (poprawność i precyzja) metod pomiarowych i wyników pomiarów – Część II: Podstawowa metoda określania powtarzalność i odtwarzalność standardowej metody pomiarowej oraz w Przewodniku ISO/IEC 43-1:1997 „Badanie biegłości poprzez porównania między laboratoryjne – Część 1: Projektowanie i realizacja programów badania biegłości”.

Analizę statystyczną wyników wykonano przy użyciu arkusza kalkulacyjnego Excel 2007. Wyniki zestawiono w tablicy 52.

Tablica 52 Wyniki oznaczenia pozostałości na sicie emulsji K1-70 (C69 B3 PU)

Lp.	Liczba pomiarów	Pozostałość na sicie, %	
		Sito 0,500 mm	Sito 0,160 mm
1	2	3	4
1	1	0,017	0,013
2	2	0,023	0,018
3	3	0,023	0,014
4	4	0,023	0,016
5	5	0,018	0,014
6	6	0,017	0,016
7	7	0,020	0,017
8	8	0,022	0,019
9	9	0,018	0,013
10	10	0,020	0,018
Analiza statystyczna			
11	Średnia $\bar{X}_s$	0,020	0,016
12	Wariancja s^2	-	-
13	Odchylenie stand. s	0,003	0,003
14	$\bar{X}_s - s$	0,017	0,013
15	$\bar{X}_s + s$	0,023	0,019
16	$\bar{X}_s - 2s$	0,014	0,010
17	$\bar{X}_s + 2s$	0,026	0,022

6.3 Wnioski

Z przeprowadzonych prób z emulsją K1-70 (C69 B3 PU) wynika, że powtarzalność dla sit 0,500 mm i 0,160 mm uwzględniając wyniki spełniające warunek $\bar{X}_s \pm s$ wynosi około 0,003 %.

Jak zapisano w normie różnica między wynikami dwóch badań, nie powinna przekroczyć 0,03 % (m/m). Natomiast w przeprowadzonych próbach różnica między największą i najmniejszą wartością wyniosła 0,006 %, a więc mieści się w dopuszczalnym przedziale.

7 Przeprowadzenie walidacji metody oznaczenia zawartości asfaltu w emulsji wg PN-EN 1428 i przeprowadzenie porównania wpływu na wyniki oznaczeń dwóch rodzajów zestawów do destylacji dopuszczonych przez normę. Porównanie z metodą wagową opisaną w EmA 99 (Zadanie 3)

7.1 Wprowadzenie

W sytuacji braku polskich norm w zakresie wymagań i metod badań emulsji asfaltowych stosowane są od 1999 r. opracowane przez IBDiM „Warunki Techniczne” EmA-99.

W w/w dokumencie opisana jest metoda oznaczania zawartości wody metodą destylacyjną oraz metoda oznaczania zawartości lepiszcza metodą suszarkową.

Norma PN-EN 1428 wprowadza do stosowania oznaczanie zawartości lepiszcza w emulsji (poprzez oznaczenie zawartości wody) metodą destylacyjną. Dopuszcza jednocześnie stosowanie innej metody pod warunkiem uzyskania przy jej pomocy wyników porównywalnych do wyników uzyskanych metodą destylacyjną. Zasada metody opisanej w PN-EN 1428 i EmA-99 jest taka sama. Drobne różnice występują w aparaturze stosowanej do jej wykonania. Celem niniejszego opracowania jest przeprowadzenie walidacji metody zgodnie z PN-EN 1428 oraz sprawdzenie ewentualnych różnic w uzyskanych wynikach ze względu na zastosowanie do oznaczenia dwóch rodzajów nasadek (zgodnie z PN-EN 1428 i EmA-99). Ponieważ do kontroli zawartości lepiszcza w emulsji, ze względu na szybkość uzyskania wyniku, stosowana jest najczęściej metoda suszarkowa wyniki pomiarów uzyskane metodą destylacyjną porównano także z wynikami uzyskanymi metodą suszarkową.

Próby wykonano dla emulsji wolnorozpadowej K3-60, otrzymanej z wytwórni emulsji asfaltowych firmy Bitunova.

Opis wykonania oznaczenia zawartości wody w emulsji metodą destylacyjną oraz zawartości lepiszcza w emulsji metodą suszarkową zamieszczono w projekcie Poradnika Laboranta.

7.2 Walidacja metody oznaczania wody w emulsji wg PN-EN 1428

Jedną ze stosowanych definicji walidacji metody jest określenie, że walidacja jest procesem sprawdzania, czy metoda jest przydatna do określonych celów, tj. czy można ją zastosować do rozwiązania określonego problemu analitycznego. W celu wykonania walidacji metody oznaczania zawartości wody w emulsji określono:

- Dokładność,
- Precyzję,
- Niepewność pomiarową.

Zawartość lepiszcza obliczano odejmując oznaczoną zawartość wody od 100%.

7.2.1 Dokładność

W celu oznaczenia dokładności metody oznaczania zawartości wody w emulsji metodą destylacyjną zdecydowano się na przeprowadzeniu analizy na wzorcu. Za wzorzec uznano wodę destylowaną. Oznaczenie przeprowadzono dla dwóch rodzajów nasadek stosując nasadkę wg normy PN-EN 1428 i nasadką wg EmA-99.

Do kolby odważono 20 g i odmierzono 100 cm³ toluenu, następnie przeprowadzono destylację. Przyjęto za normę, że 1 g wody posiada objętość 1 cm³. Uzyskano następujące wyniki:

- Nasadka według normy - 19,8 cm³ wody,
- Nasadka według EmA-99 - 19,9 cm³ wody.

Dokładność oznaczenia (błąd względny) przy pomocy nasadki według normy wynosi 1%, natomiast według EmA-99 0,5 %. Jest to zadowalająca dokładność metody.

7.2.2 Precyzja i niepewność pomiaru

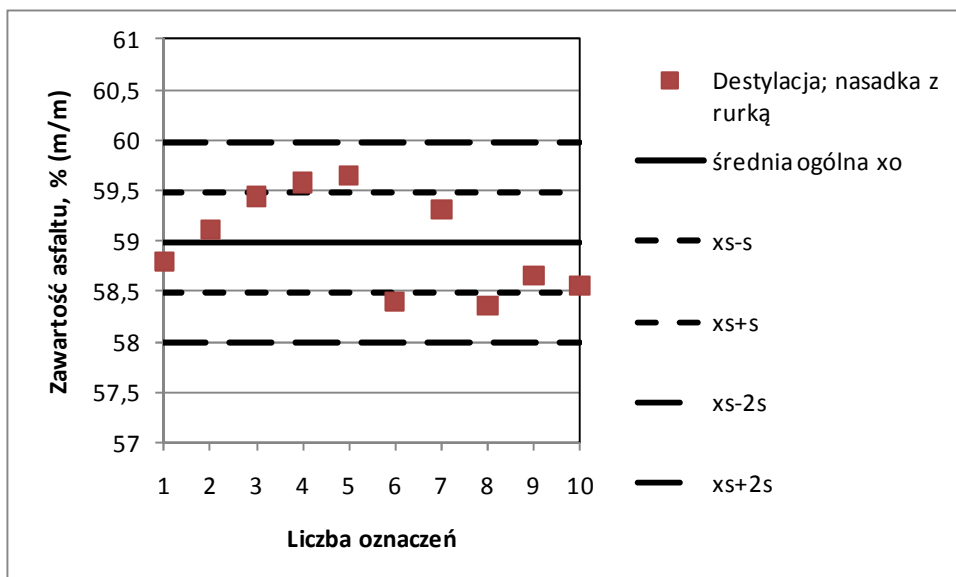
Do określenia precyzji i niepewności pomiaru przeprowadzono po 10 oznaczeń zawartości wody w emulsji metodą destylacji stosując nasadkę wg normy PN-EN 1428 i nasadką wg EmA-99. Uzyskane wyniki przeliczono na zawartość asfaltu w emulsji.

Do obliczenia i weryfikacji precyzji pomiaru (powtarzalności) podanej w ww. normie zastosowano metody określone w PN-ISO 5725-2 Dokładność (poprawność i precyzja) metod pomiarowych i wyników pomiarów – Część II: Podstawowa metoda określania powtarzalności i odtwarzalności standardowej metody pomiarowej oraz w Przewodniku ISO/IEC 43-1:1997 „Badanie biegłości poprzez porównania między laboratoryjne – Część 1: Projektowanie i realizacja programów badania biegłości”.

Analizę statystyczną wyników wykonano przy użyciu arkusza kalkulacyjnego Excel 2007. Wyniki zestawiono w tablicach od 53 do 58 i na rysunkach od 16 do 18.

Tablica 53 Wyniki oznaczenia zawartości wody (lepiszcza) w emulsji K3-60 (C60 B5R) z użyciem nasadki wg PN-EN 1428

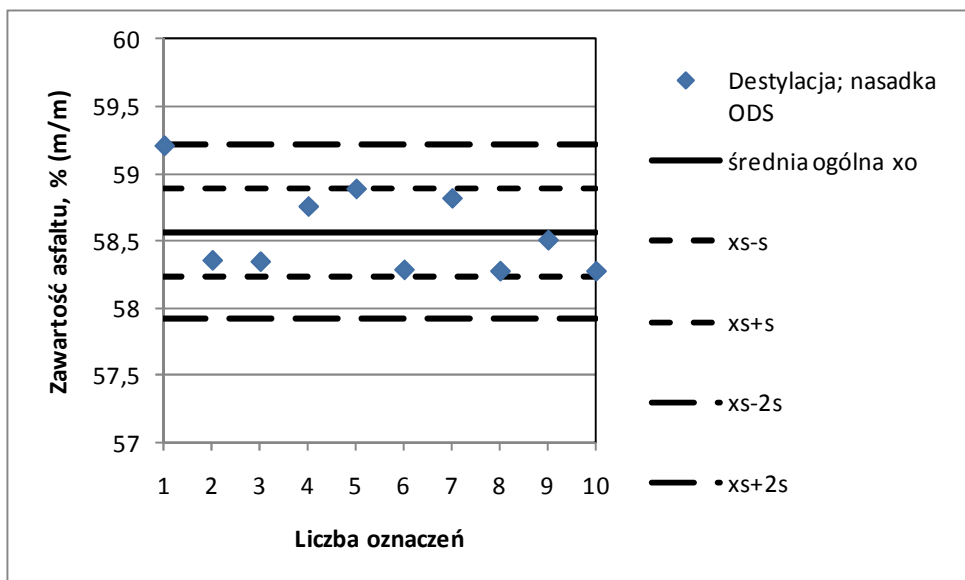
Liczba pomiarów	Zawartość lepiszcza, % (m/m) (destylacja; nasadka z rurką łączącą)
1	58,79
2	59,11
3	59,44
4	59,58
5	59,65
6	58,4
7	59,31
8	58,36
9	58,65
10	58,55
Średnia	58,98
Wariancja s^2	0,244
Odchylenie stand. s	0,49
xs-s	58,49
xs+s	59,48
xs-2s	58,00
xs+2s	59,97



Rys. 16 Wyniki oznaczenia zawartości wody (lepiszcza) w emulsji K3-60 (C60 B5R) z użyciem nasadki wg PN-EN 1428

Tablica 54 Wyniki oznaczenia zawartości wody (lepiszcza) w emulsji K3-60 (C60 B5R) z użyciem nasadki wg EmA-99

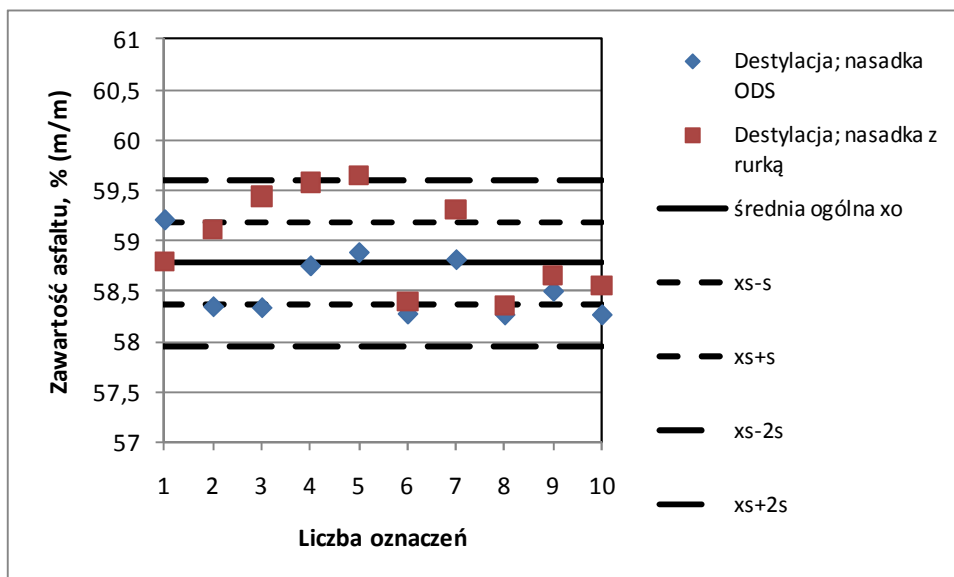
Liczba pomiarów	Zawartość lepiszcza, % (m/m) (destylacja; nasadka bez rurki łączącej)
1	59,2
2	58,35
3	58,34
4	58,75
5	58,88
6	58,28
7	58,81
8	58,27
9	58,5
10	58,27
Średnia	58,57
Wariancja s^2	0,106
Odchylenie stand. s	0,33
$\bar{x}-s$	58,24
$\bar{x}+s$	58,89
$\bar{x}-2s$	57,91
$\bar{x}+2s$	59,22



Rys. 17 Wyniki oznaczenia zawartości wody (lepiszcza) w emulsji K3-60 (C60 B5R) z użyciem nasadki wg EmA-99

Tablica 55 Wyniki oznaczenia zawartości wody (lepiszcza) w emulsji K3-60 (C60 B5R) z użyciem nasadki wg PN-EN 1428 i nasadki wg EmA-99

Liczba pomiarów	Zawartość lepiszcza, % (m/m)		
	Destylacja; nasadka z rurką łączącą	Destylacja; nasadka bez rurki łączącej	Średnia
1	58,79	59,2	59,00
2	59,11	58,35	58,73
3	59,44	58,34	58,89
4	59,58	58,75	59,17
5	59,65	58,88	59,27
6	58,4	58,28	58,34
7	59,31	58,81	59,06
8	58,36	58,27	58,32
9	58,65	58,5	58,58
10	58,55	58,27	58,41
Średnia	58,98	58,57	58,77
Wariancja s^2	0,244	0,106	0,17
Odchylenie stand. s	0,49	0,33	0,41
xs-s	58,49	58,24	58,36
xs+s	59,48	58,89	59,18
xs-2s	58,00	57,91	57,96
xs+2s	59,97	59,22	59,59



Rys. 18 Wyniki oznaczenia zawartości wody (lepiszcza) w emulsji K3-60 (C60 B5R) z użyciem nasadki wg PN-EN 1428 i nasadki wg EmA-99

Uzyskane wyniki badań potwierdzają wyniki pomiarów uzyskane w etapie określenia dokładności metody. Wartości zawartości wody uzyskane z zastosowaniem nasadki wg PN-EN 1428 są mniejsze od wartości zawartości wody uzyskanych z zastosowaniem nasadki wg EmA-99. Jednak nie są to duże różnice. Można uznać, że do wykonania oznaczenia zawartości wody w emulsji można stosować obydwa rodzaje nasadek.

Uzyskane wyniki obliczenia powtarzalności wyników oznaczeń zawartości lepiszcza zestawiono w tablicy 56. Analizę przeprowadzono dla każdej nasadki oddzielnie oraz łącznie dla dwóch nasadek.

Tablica 56 Zestawienie obliczenia powtarzalności zawartości lepiszcza w zależności od rodzaju nasadki

Lp.	Rodzaj nasadki	Powtarzalność r, %
1	2	3
1	Nasadka wg PN-EN 1428	0,56
2	Nasadka wg EmA-99	0,83
3	Obie nasadki	0,71

W PN-EN 1428 podano, że „Różnica pomiędzy dwoma kolejnymi wynikami oznaczania, otrzymanymi przez tego samego wykonawcę, na tej samej aparaturze, w tych samych warunkach badania, na identycznym materiale badawczym, w dłuższym okresie stosowania metody, przy normalnym i poprawnym przeprowadzeniu badań, nie powinna przekraczać wartości 1% (m/m) z częstością większą niż 1 przypadek na dwadzieścia.”

Warunek ten jest spełniony dla nasadki wg EmA-99.

NIEPEWNOŚĆ POMIARU

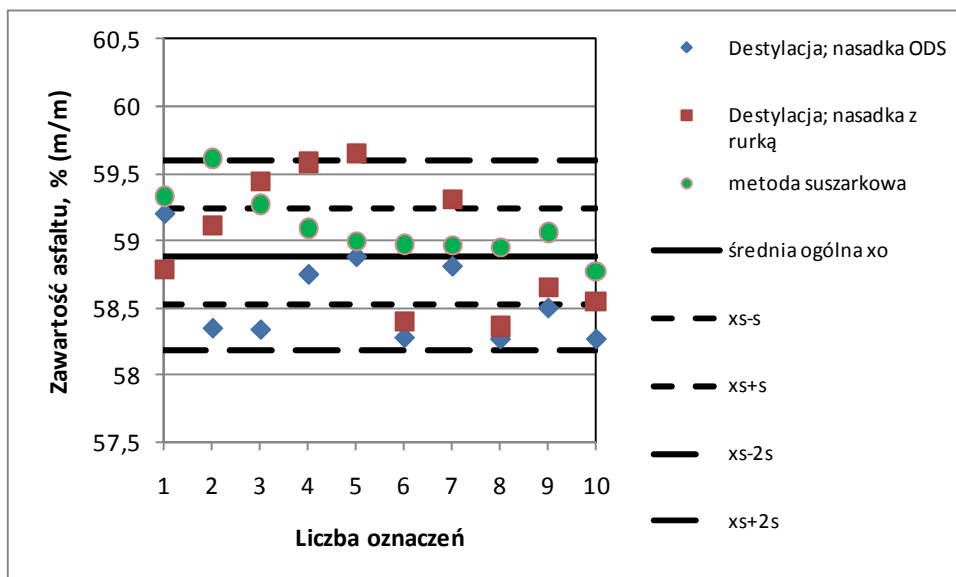
Jako miarę niepewności standardowej pomiaru przyjęto odchylenie standardowe powtarzalności. Niepewność oznaczenia zawartości wody określono jako $NB = \pm 0,7 \%$. Niepewność całkowitą stanowi niepewność standardowa pomnożona przez współczynnik rozszerzenia równy 2, a więc $U = \pm 1,4 \%$.

7.3 Porównanie metody oznaczania lepiszcza w emulsji wg PN-EN 1428 z metodą wagową wg EmA-99

Do wykonywania szybkich oznaczeń zawartości asfaltu w emulsji stosowana jest powszechnie metoda wagowa (suszarkowa). Metoda ta jest opisana w EmA-99. W ramach przeprowadzania walidacji metody oznaczania zawartości lepiszcza metodą destylacji wykonano porównanie wyników uzyskiwanych tą metodą z wynikami uzyskanymi metodą wagową. Wyniki zestawiono w tablicy 57 i na rysunku 19.

Tablica 57 Wyniki oznaczenia zawartości wody (lepiszcza) w emulsji K3-60 (C60 B5R) z użyciem nasadki wg PN-EN 1428 i nasadki wg EmA-99

Liczba pomiarów	Zawartość lepiszcza, % (m/m)			
	Destylacja; nasadka z rurką łączącą	Destylacja; nasadka bez rurki łączącej	Metoda wagowa	Średnia
1	58,79	59,2	59,33	59,11
2	59,11	58,35	59,61	59,02
3	59,44	58,34	59,27	59,02
4	59,58	58,75	59,09	59,14
5	59,65	58,88	58,99	59,17
6	58,4	58,28	58,97	58,55
7	59,31	58,81	58,96	59,03
8	58,36	58,27	58,95	58,53
9	58,65	58,5	59,06	58,74
10	58,55	58,27	58,77	58,53
Średnia	58,98	58,57	59,10	58,88
Wariancja s^2	0,244	0,106	0,058	0,14
Odchylenie stand. s	0,49	0,33	0,24	0,35
xs-s	58,49	58,24	58,86	58,53
xs+s	59,48	58,89	59,34	59,24
xs-2s	58,00	57,91	58,62	58,18
xs+2s	59,97	59,22	59,58	59,59



Rys. 19 Wyniki oznaczenia zawartości lepiszcza w emulsji K3-60 (C60 B5R) sz użyciem nasadki wg PN-EN 1428, nasadki wg EmA-99 oraz wg metody suszarkowej

Wnioski

Uzyskane wyniki badań potwierdzają możliwość stosowania metody wagowej oznaczania zawartości asfaltu w emulsjach asfaltowych, do których wytworzenia nie zastosowano upłynniacza. Wyniki badań zawartości asfaltu metodą suszarkową są porównywalne do wyników oznaczenia zawartości asfaltu metodą destylacyjną. Różnica między wynikami oznaczenia zawartości asfaltu tymi dwoma metodami jest nieznaczna.

Jeśli do upłynnienia asfaltu użyto 0,5 % (m/m) nafty lub innego rozpuszczalnika, to w oznaczeniu lepiszcza metoda wagową popełnimy tej wielkości błąd ujemny.

Ponadto stwierdzono, że dopuszczalne jest stosowanie obu typów nasadek dopuszczonych w PN-EN 1428 do destylacji azeotropowej, tj z rurką łączącą i bez rurki. Należy zwrócić szczególną uwagę, podczas przygotowywania zestawu destylacyjnego, na dokładne zaizolowanie termiczne rurki wychodzącej bezpośrednio z kolby destylacyjnej. Niedostateczne zaizolowanie rurki spowoduje znaczne przedłużenie czasu destylacji z 2 h do nawet 7 h oraz może być przyczyną popełnienia dodatkiego błędu systematycznego zawartości asfaltu.

8 Przeprowadzenie walidacji metody oznaczenia sedymentacji wg PN EN 12847 i porównanie jej z metodą opisaną w EmA-99. Określenie powtarzalności oznaczeń dla 2 typów emulsji (Zadanie 3)

8.1 Wprowadzenie

W dotychczasowej praktyce oznaczenie trwałości emulsji wykonywane było metodą sedymentacji wg EmA-99.

PN-EN 12847 nie wprowadza różnic co do zasady metody, natomiast w porównaniu do metody opisanej w EmA-99 wprowadza istotne różnice w aparaturze. Różnice w aparaturze skutkują tym, że do oznaczenia pobierana jest inna próbka, co ma odzwierciedlenie w uzyskiwanych wartościach wyników oznaczenia. Zasadnicza różnica w stosowanej aparaturze to inna wielkość cylindra pomiarowego (wg EmA-99 stosowano cylinder o pojemności 250 cm³, natomiast cylinder wg normy jest o pojemności 500 cm³) oraz inne umiejscowienie rurek wypływowych w cylindrach. Istotne jest również to, że do badania pobierana jest cała ilość emulsji w cylindrze znad górnej rurki wypływowej oraz cała ilość emulsji w cylindrze poniżej dolnej rurki wypływowej. Inny jest także okres przetrzymywania emulsji w cylindrach. Wg PN-EN 13808 sedymentację oznacza się po 7 dobach natomiast wg EmA-99 po 5 dobach.

Celem niniejszego opracowania jest przeprowadzenie walidacji metody zgodnie z PN-EN 12847 oraz sprawdzenie różnic w uzyskanych wynikach ze względu na zastosowanie do oznaczenia dwóch rodzajów cylindrów (zgodnie z PN-EN 12847 i EmA-99).

Próby wykonano dla próbek emulsji asfaltowej szybkorozpadowej K1-70 (C69 B3 PU) oraz wolnorozpadowej K3-60 (C60 B5 R), pobranych z wytwórni emulsji.

Opis wykonania oznaczenia sedymentacji emulsji metodą wg PN-EN 12847 zamieszczono w projekcie Poradnika Laboranta Drogowego.

8.2 Walidacja metody sedymentacji emulsji wg PN-EN 12847

W celu wykonania walidacji metody oznaczania sedymentacji emulsji określono:

- Dokładność,
- Precyzję,
- Niepewność pomiarową.

8.2.1 Dokładność

Nie ma wzorca sedymentacji, dlatego nie ma możliwości określenia dokładności metody.

8.2.2 Precyzja i niepewność pomiaru

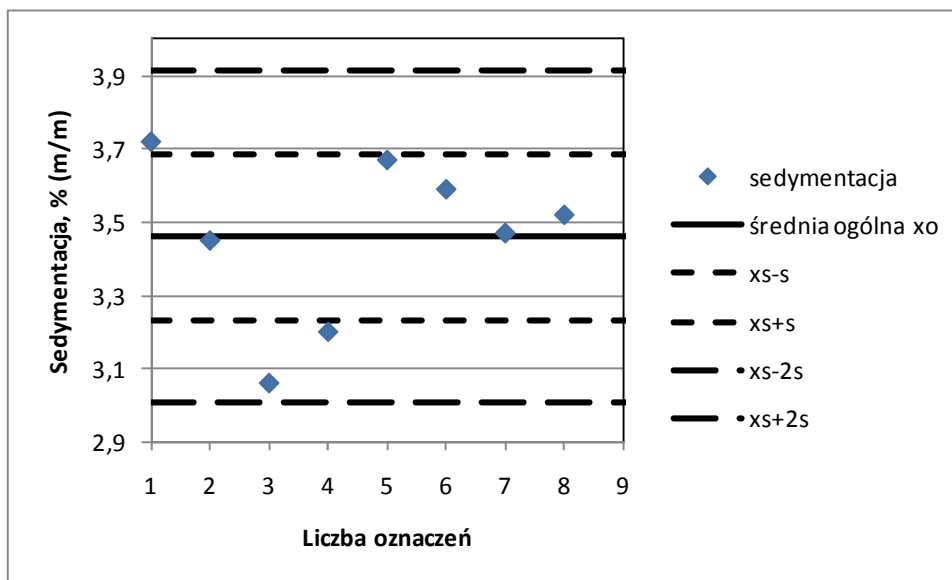
Do określenia precyzji i niepewności pomiaru przeprowadzono po 6 - 8 oznaczeń sedymentacji emulsji metodą wg PN-EN 12847. Szczegółowy opis wykonania zawarty jest w Poradniku Laboranta Drogowego – kationowe emulsje asfaltowe. Oznaczenia wykonano dla dwóch rodzajów emulsji: K1-65 (C65B3) i K3-60 (C60B5). Oznaczenie zawartości asfaltu do obliczenia sedymentacji wykonano metodą destylacji, stosując nasadkę bez rurki łączącej (wg EmA-99).

Do obliczenia i weryfikacji precyzji pomiaru (powtarzalności) podanej w ww. normie zastosowano metody określone w PN-ISO 5725-2 Dokładność (poprawność i precyzja) metod pomiarowych i wyników pomiarów – Część II: Podstawowa metoda określania powtarzalności i odtwarzalności standardowej metody pomiarowej oraz w Przewodniku

ISO/IEC 43-1:1997 „Badanie biegłości poprzez porównania między laboratoryjne – Część 1: Projektowanie i realizacja programów badania biegłości”. Analizę statystyczną wyników wykonano przy użyciu arkusza kalkulacyjnego Excel 2007. Wyniki zestawiono w tablicach od 58 do 59 i na rysunkach 20 i 21.

Tablica 58 Wyniki oznaczenia sedymentacji emulsji K1-65 (C65B3)

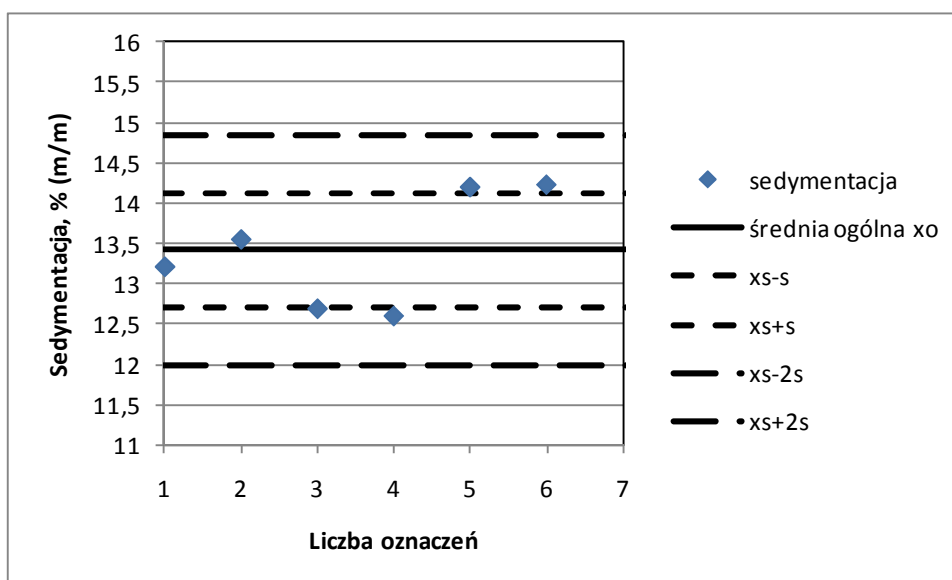
Liczba pomiarów	Sedymentacja, % (m/m) (cylinder 500 cm ³)
1	3,72
2	3,45
3	3,06
4	3,2
5	3,67
6	3,59
7	3,47
8	3,52
Średnia	3,46
Wariancja s^2	0,05
Odchylenie stand. s	0,23
$\bar{x} - s$	3,23
$\bar{x} + s$	3,69
$\bar{x} - 2s$	3,01
$\bar{x} + 2s$	3,91



Rys. 20 Wyniki oznaczenia sedymentacji emulsji K1-65 (C65 B3) wg PN-EN 12847

Tablica 59 Wyniki oznaczenia sedymentacji emulsji K3-60 (C60B5)

Liczba pomiarów	Sedymentacja, % (m/m) (cylinder 500 cm ³)
1	13,22
2	13,56
3	12,7
4	12,61
5	14,21
6	14,24
Średnia	13,42
Wariancja s^2	0,51
Odchylenie stand. s	0,71
xs-s	12,71
xs+s	14,13
xs-2s	12,00
xs+2s	14,85



Rys. 21 Wyniki oznaczenia sedymentacji emulsji K3-60 (C60 B5) wg PN-EN 12847

Uzyskane wyniki obliczenia powtarzalności wyników oznaczeń sedymentacji zestawiono w tablicy 60. Analizę przeprowadzono dla każdej emulsji oddzielnie.

Tablica 60 Zestawienie obliczenia powtarzalności sedymentacji emulsji

Lp.	Rodzaj emulsji	Powtarzalność r, %
1	2	3
1	K1-65 (C65 B3 PU)	6,5
2	K3-60 (C60 B5 R)	5,3

Norma PN-EN 12847 podaje, że „Różnica pomiędzy dwoma kolejnymi wynikami badania, otrzymanymi przez tego samego wykonawcę, na tej samej aparaturze, w tych samych warunkach badania, na identycznym materiale badawczym, w dłuższym okresie stosowania metody, przy normalnym i poprawnym przeprowadzeniu badań, przekracza niżej podane wartości tylko w jednym przypadku na dwadzieścia:

Powtarzalność

Sedymentacja % (m/m)	Powtarzalność
od 0 do 1,0	0,4 % (m/m)
powyżej 1,0	5 % średniej

Dla obydwu zbadanych emulsji uzyskano wartość sedymentacji powyżej 1,0 % (m/m). Powtarzalność 5% wartości średniej wydaje się trudna do uzyskania dla tej metody. Świadczą o tym wartości podane w tablicy 60.

NIEPEWNOŚĆ POMIARU

Jako miarę niepewności standardowej pomiaru przyjęto odchylenie standardowe powtarzalności. Niepewność pomiaru sedymentacji określono jako $NB = \pm 5 \%$

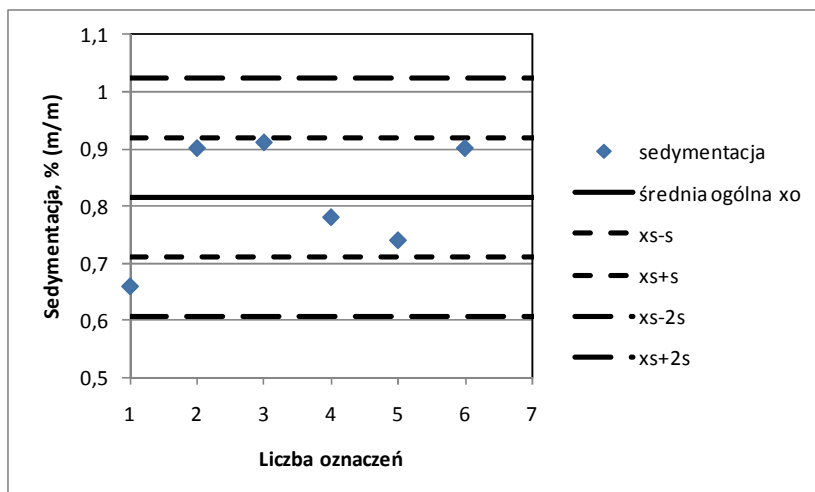
Niepewność całkowitą stanowi niepewność standardowa pomnożona przez współczynnik rozszerzenia równy 2, a więc $U = \pm 10 \%$.

8.3 Porównanie metody oznaczania sedymentacji emulsji wg PN-EN 12846 i wg EmA-99

Dla sprawdzenia różnic jakie wnosi metoda wg PN-EN 12847 oznaczenia sedymentacji wykonano dla tych samych emulsji co w p.8.2 oznaczenie sedymentacji wg EmA-99. Wyniki zestawiono w tablicach 61 i 62 i na rysunkach 22 i 23.

Tablica 61 Wyniki oznaczenia sedymentacji emulsji K1-65 (C65 B3)

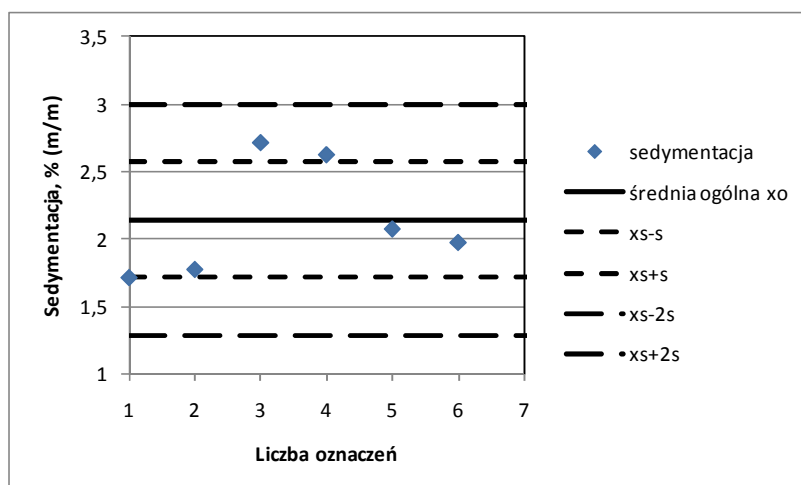
Liczba pomiarów	Sedymentacja, % (m/m) (cylinder 250 cm ³)
1	0,66
2	0,9
3	0,91
4	0,78
5	0,74
6	0,9
Średnia	0,82
Wariancja s^2	0,18
Odchylenie stand. s	0,43
xs-s	1,71
xs+s	2,57
xs-2s	1,29
xs+2s	3,00



Rys.22 Wyniki oznaczenia sedymentacji emulsji K1-65 (C65 B3) wg EmA-99

Tablica 62 Wyniki oznaczenia sedymentacji emulsji K3-60 (C60 B5)

Liczba pomiarów	Sedymentacja, % (m/m) (cylinder 250 cm ³)
1	1,71
2	1,77
3	2,71
4	2,62
5	2,07
6	1,97
Średnia	2,14
Wariancja s^2	0,18
Odchylenie stand. s	0,43
xs-s	1,71
xs+s	2,57
xs-2s	1,29
xs+2s	3,00

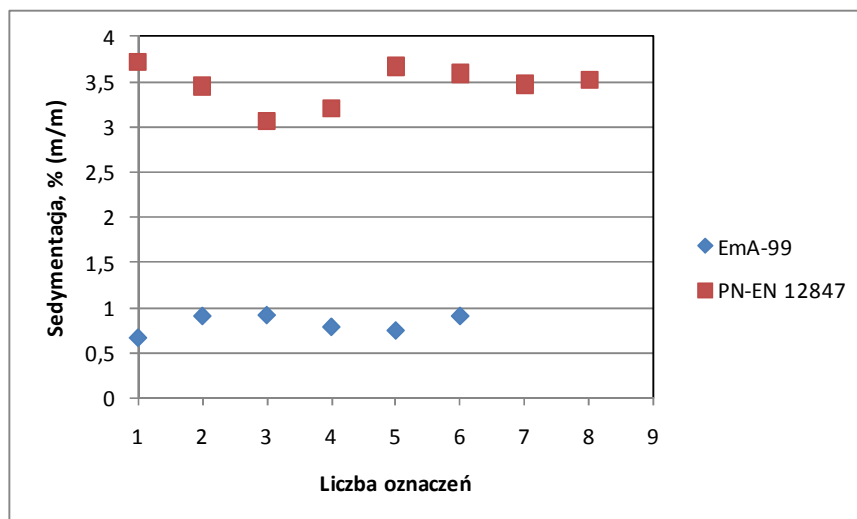


Rys. 23 Wyniki oznaczenia sedymentacji emulsji K3-60 wg EmA-99

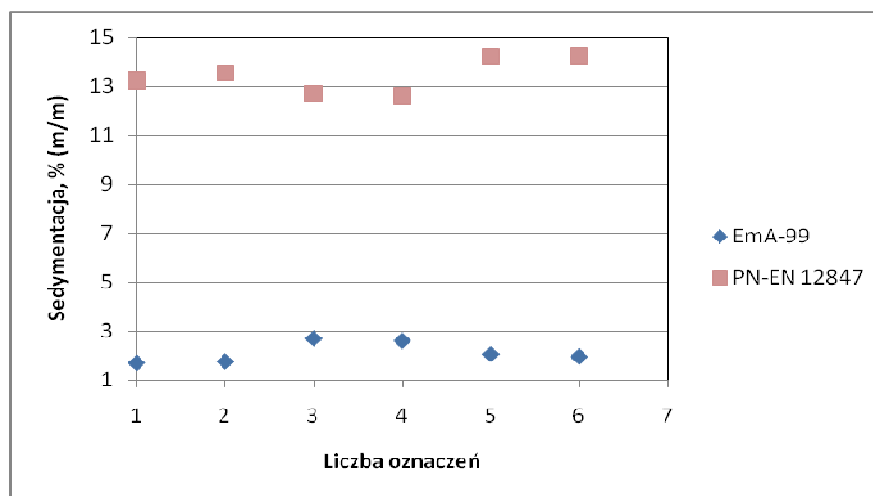
W tablicy 63 i na Rys. 24 i 25 dla porównania zastawiono wyniki uzyskane dwiema metodami w oznaczeniu sedymentacji emulsji K1-65 (C65 B3) i K3-60 (C60 B5).

Tablica 63 Zestawienie oznaczenia sedymentacji emulsji wg PN-EN 12847 i EmA-99

Lp.	Rodzaj emulsji	PN-EN 12847, % (m/m)	EmA-99 % (m/m)
1	2	3	4
1	K1-65 (C65 B3)	3,46	0,82
2	K3-60 (C60 B5)	13,42	2,14



Rys. 24 Wyniki oznaczenia sedymentacji emulsji K1-65 (C65 B3) wg PN-EN 12847 i wg EmA-99



Rys. 25 Wyniki oznaczenia sedymentacji emulsji K3-60 (C60 B5) wg PN-EN 12847 i wg EmA-99

WNIOSKI

Na podstawie uzyskanych wyników badań sedymentacji emulsji K1-65 i K3-65 można stwierdzić, że metoda wg normy jest metodą pozwalającą pewniej wychwycić emulsje o dużej skłonności do sedymentacji. Wyniki uzyskane wg EmA dają podobną powtarzalność, ale wartości są kilkakrotnie niższe.

Bardziej wymagającą metodą stosowaną do kontroli jakości wyrobu jest metoda wg PN-EN 12847. Wartość wymagania postawiona w EmA-99, tj. 5 % może być trudna do spełnienia w przypadku oznaczeń wykonywanych wg PN-EN 12847 (klasa 2 wg PN-EN 13808), szczególnie do emulsji o zawartości asfaltu ≤ 60 % (m/m). Emulsjom tym należy postawić wymaganie ≤ 10 % (klasa 3 wg PN-EN 13808). Uzyskany w pracy wynik sedymentacji emulsji K3-65 (C65 B5) jest niezadowalający w stosunku do obu wymagań normowych.

9 Wykonanie między laboratoryjnych porównawczych badań, w możliwym do przeprowadzenia zakresie, co najmniej trzech podstawowych metod oznaczania właściwości emulsji (Zadanie 3)

Fabryka emulsji firmy Bitunova dostarczyła po 3 x 5 l emulsji asfaltowych K3-60 (C60B5) i K1-65 (C65B3). Próbki rozesłano do 3 laboratoriów, gdzie wykonano oznaczenia metodami zalecanymi w PN-EN 13808.

Wyniki oznaczeń zestawiono w tablicy 64.

Tablica 64 Zestawienie wyników porównawczych badań między laboratoryjnych

Lp.	Rodzaj oznaczenia	Rodzaj emulsji	IBDiM	Bitunova	Inreco
1	2	3	4	5	6
1	zawartość asfaltu, metoda destylacyjna, %(m/m)	K3-60 (C60B5)	59,2	59,3	59,7
1a	zawartość asfaltu, metoda destylacyjna %(m/m)	K1-65 (C65B3)	63,4	64,1	64,5
1b	zawartość asfaltu, metoda wagowa %(m/m)	K3-60 (C60B5)	59,5	59,7	59,5
2	indeks rozpadu	K3-60 (C60B5)	130,3	145	126
2a	indeks rozpadu	K1-65 (C65B3)	62,2	62,0	62,5
3	czas wypływu ϕ 2 mm, s	K3-60 (C60B5)	28,7	-	28,4
4	adhezja wg EmA-99, %	K3-60 (C60B5)	100	100	100
5	Pozostałość na sicie # 0,500 mm, %(m/m)	K3-60 (C60B5)	0	0	0
5a	Pozostałość na sicie # 0,160 mm, %(m/m)	K3-60 (C60B5)	0,02	0,01	0,02
5b	Pozostałość na sicie # 0,500 mm, %(m/m)	K1-65 (C65B3)	0	0,01	-

10 Określenie niepewności pomiarów wykonanych walidowanymi metodami (Zadanie 3)

W ramach niniejszego zadania przeprowadzono walidację oznaczenia 7 właściwości kationowych emulsji asfaltowych. Zostały one opisane w 3 sprawozdaniach sporządzanych z kolejnych etapów (zadań) pracy. Określono także niepewności pomiarów.

Jako miarę niepewności standardowej pomiaru przyjęto odchylenie standardowe powtarzalności. Niepewność pomiaru określano jako $NB = \pm X \%$
Niepewność całkowitą stanowi niepewność standardowa pomnożona przez współczynnik rozszerzenia $k = 2$, a więc $U = \pm 2X \%$.
Ponownie przeliczono wartości uzyskane z bezpośrednich serii oznaczeń.

W tablicy 65 zestawiono określone niepewności dla poszczególnych metod oznaczeń właściwości kationowych emulsji asfaltowych.

Tablica 65 Zestawienie wartości niepewności 7 metod oznaczeń właściwości kationowych emulsji asfaltowych

Lp.	Oznaczenie	odchylenie standardowe s_r	wartość pomiaru średnia	Niepewność standardowa, %	Niepewność całkowita, %
1	Czas wypływu wg PN-EN 12846, kubek ϕ 2 mm	0,6 s 1,7 s	28,8 s 50,0 s	$\pm 2,1$ $\pm 3,5$	$\pm 4,2$ $\pm 7,0$
1a	Czas wypływu wg PN-EN 12846, kubek ϕ 4 mm	0,7 s	25,0 s	$\pm 2,7$	$\pm 5,4 \%$
2	Adhezja emulsji do kruszywa wg PN-EN 13614:2009	niemożliwa do oznaczenia			
2a	Adhezja emulsji do kruszywa wg EmA-99	5 %	70 %	± 5	± 10
3	Indeks rozpadu wg PN-EN 13075-1, emulsja K2-65 Forshammer, g/100 g	1,8	158	± 1	± 2
3a	Indeks rozpadu wg PN-EN 13075-1, emulsja K2-65 Sikaisol, g/100 g	1,27	102,6	$\pm 1,2$	$\pm 2,4$
4	Rozpad na cemencie wg PN-EN 12848, K4-60, g	0,02	0,22	± 9	± 18
5	Pozostałość na sicie wg PN-EN 1429, K1-70, % (m/m)	0,003	0,02	± 15	± 30
6	Zawartość asfaltu w emulsji wg PN-EN 1428	0,41	58,8	$\pm 0,7$	$\pm 1,4$
7	Sedymentacja wg PN-EN 12847	0,7 (K3-60) 0,23(K1-65)	13,4 3,46	± 5 $\pm 6,5$	± 10 ± 13

11 Analiza uzyskanych wyników badań i uwzględnienie ich w opracowanym projekcie Poradnika Laboranta Drogowego (Zadanie 3)

Wyniki uzyskane z badań wykorzystano w opracowanym projekcie Poradnika Laboranta Drogowego – Kationowe Emulsje Asfaltowe. Analizy poszczególnych oznaczeń zamieszczono łącznie z opisami poszczególnych metod oznaczeń właściwości emulsji asfaltowych.

Przeanalizowano wyniki uzyskane w trakcie badań pod kątem spełnienia wymagań powtarzalności dla poszczególnych metod oznaczeń.

W tablicy 66 zestawiono uzyskane wartości powtarzalności w porównaniu z wymaganiami normowymi.

Tablica 66 Zestawienie wartości powtarzalności 7 metod oznaczeń właściwości kationowych emulsji asfaltowych

Lp.	Oznaczenie	Powtarzalność uzyskana z badań	Powtarzalność wg norm
1	Czas wypływu wg PN-EN 12846, kubek ϕ 2 mm, s - od 20 s do 40 s - powyżej 40 s	0,6 s 1,7 s (3,5 %)	4 s 10 % średniej
1a	Czas wypływu wg PN-EN 12846, kubek ϕ 4 mm, s - od 20 s do 40 s	0,7	2
2	Adhezja emulsji do kruszywa wg PN-EN 13614:2009	nie wykonano	brak wymagania
2a	Adhezja emulsji do kruszywa wg EmA-99, %	5	5
3a	Indeks rozpadu wg PN-EN 13075-1, emulsja K2-65 Sikaisol, %	1,2	10
4	Rozpad na cemencie wg PN-EN 12848, K4-60, g	0,02	0,2
5	Pozostałość na sicie wg PN-EN 1429, K1-70, % (m/m)	0,003	0,03
6	Zawartość asfaltu w emulsji wg PN-EN 1428	$\pm 0,7$	1
7	Sedymentacja wg PN-EN 12847	± 5	5

Uzyskane wyniki badań i obliczonej powtarzalności mieszczą się w granicach określonych w odpowiednich normach. W związku z tym wymagania normowe powtarzalności przyjmujemy do krajowych wymagań.

Projekt Poradnika Laboranta Drogowego – Kationowe Emulsje Asfaltowe zamieszczono w oddzielnym zeszycie dołączonym do sprawozdania.

12 Zebranie wyników badań między laboratoryjnych, określenie odtwarzalności oznaczeń i obróbka statystyczna danych (Zadanie 4)

12.1 Wprowadzenie

W sprawozdaniu z realizacji Zadania 3 tematu TN-243 podano wyniki średnie z badań międzylaboratoryjnych. Wyniki zawarte są w tablicy nr 12. W ramach realizacji Zadania 4 przeprowadzono analizę wyników tych badań oraz obliczono odtwarzalność.

Badania międzylaboratoryjne przeprowadzono w zakresie oznaczania zawartości asfaltu metodą destylacyjną, zawartości asfaltu metodą wagową, oznaczania indeksu rozpadu, czasu wypływu w kubku ϕ 2 mm (2 laboratoria), pozostałości na sicie # 0,500 mm i na sicie # 0,160 mm oraz adhezji wg EmA-99 dla próbek dwóch emulsji K1-65 (C65B3) i K3-60 (C60B5). Badanie indeksu rozpadu wykonano z użyciem wypełniacza Sikaisol. Z w/w właściwości precyzję oznaczania (powtarzalność i odtwarzalność) można obliczyć dla zawartości asfaltu metodą destylacyjną i metodą wagową oraz indeksu rozpadu. Oznaczanie zawartości asfaltu metodą wagową nie jest przewidziana w normach europejskich. Dlatego odtwarzalność obliczono dla zawartości asfaltu metodą destylacyjną oraz indeksu rozpadu.

Do obliczenia powtarzalności i odtwarzalności zastosowano metody określone w PN-ISO 5725-2 Dokładność (poprawność i precyzja) metod pomiarowych i wyników pomiarów – Część II: Podstawowa metoda określania powtarzalności i odtwarzalności standardowej metody pomiarowej oraz w Przewodniku ISO/IEC 43-1:1997 „Badanie biegłości poprzez porównania międzylaboratoryjne – Część 1: Projektowanie i realizacja programów badania biegłości”.

Analizę statystyczną wyników wykonano przy użyciu arkusza kalkulacyjnego Excel 2007.

12.2 Precyzja metody oznaczania wody w emulsji wg PN-EN 1428

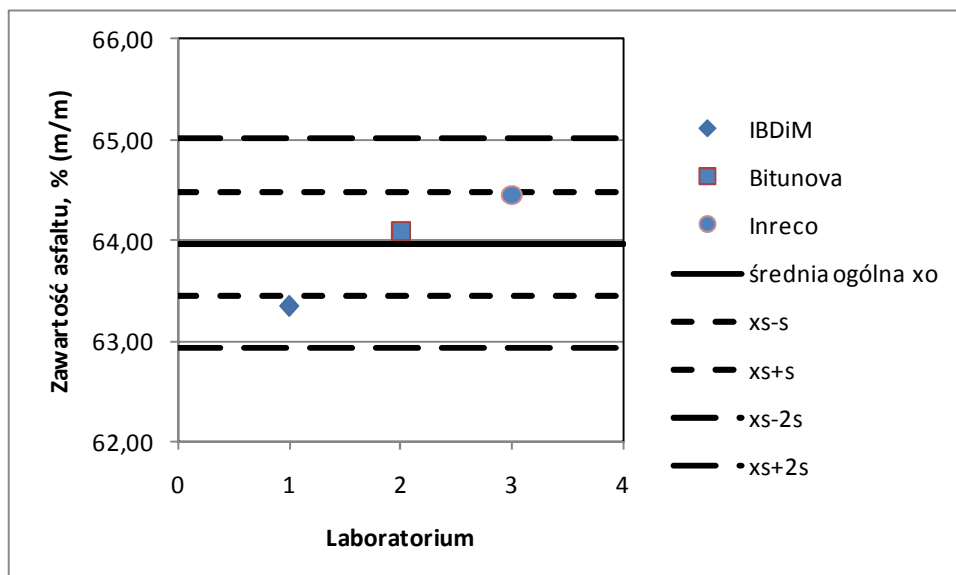
Wyniki badań międzylaboratoryjnych oznaczania zawartości lepiszcza metodą destylacyjną wg PN-EN 1428 zestawiono w tablicach 67 i 68 i na rysunkach 26 i 27.

Zestawienie wyników kolejnych obliczeń potrzebnych do wyznaczenia granic powtarzalności r i odtwarzalności R podano w tablicach 69 i 70.

W tablicy 71 podano wartości odtwarzalności.

Tablica 67 Wyniki oznaczenia zawartości lepiszcza w emulsji K1-65 (C65 B3), % (m/m)

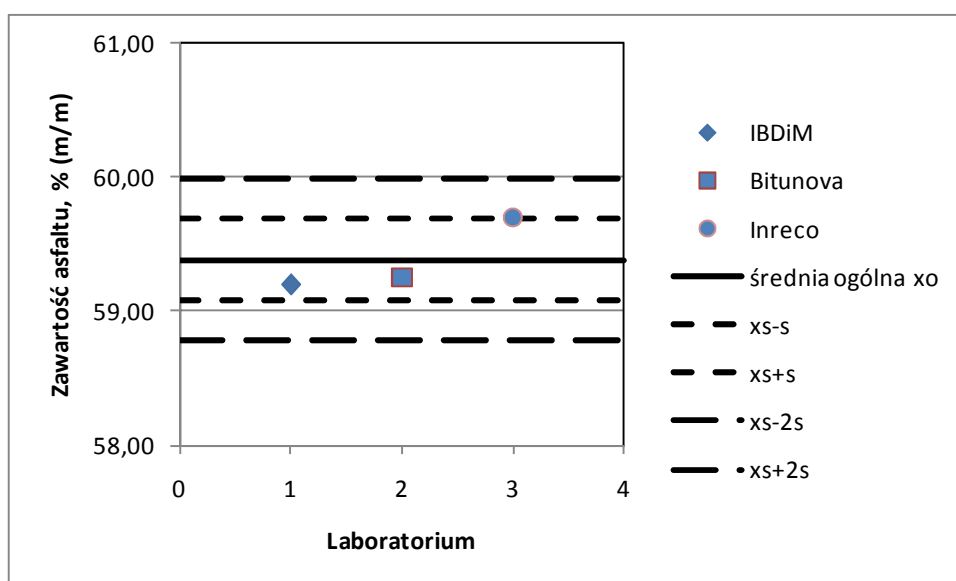
Liczba pomiarów	Laboratorium		
	IBDiM	Bitunova	Inreco
1	63,4	63,9	64,4
2	63,3	64,3	64,5
Średnia	63,35	64,10	64,45
Wariancja s^2	0,01	0,08	0,00
Odchylenie stand. s	0,07	0,28	0,07
$xs-s$	63,28	63,82	64,38
$xs+s$	63,42	64,38	64,52
$xs-2s$	63,21	63,53	64,31
$xs+2s$	63,49	64,67	64,59



Rys. 26 Wyniki oznaczenia zawartości lepiszcza w emulsji K1-65 (C65 B3)

Tablica 68 Wyniki oznaczenia zawartości lepiszcza w emulsji K3-60 (C60 B5), % (m/m)

Liczba pomiarów	Laboratorium		
	IBDiM	Bitunova	Inreco
1	59,1	59,1	59,9
2	59,3	59,4	59,5
Średnia	59,20	59,25	59,70
Wariancja s2	0,02	0,04	0,08
Odchylenie stand. s	0,14	0,21	0,28
xs-s	59,06	59,04	59,42
xs+s	59,34	59,46	59,98
xs-2s	63,21	63,53	64,31
xs+2s	63,49	64,67	64,59



Rys. 27 Wyniki oznaczenia zawartości lepiszcza w emulsji K3-60 (C60 B5)

Tablica 69 Wyniki obliczeń do wyznaczenia powtarzalności i odtwarzalności oznaczenia zawartości lepiszcza w emulsji K1-65 (C65 B3)

Laboratorium	Średnia, $\bar{x}_s$	Wariancja s^2	Liczba pomiarów, n	$n \cdot \bar{x}_s$	$n \cdot (\bar{x}_s - \bar{x}_o)^2$	n^2	$(n-1) \cdot s^2$	n-1
IBDiM	63,35	0,01	2	126,7	0,761	4	0,005	1
Bitunova	64,10	0,08	2	128,2	0,036	4	0,080	1
Inreco	64,45	0,00	2	128,9	0,467	4	0,005	1
Suma	191,90	0,09	6,00	383,80	1,263	12,00	0,090	3,00
średnia ogólna $\bar{x}_o$	63,97							

Tablica 70 Wyniki obliczeń do wyznaczenia powtarzalności i odtwarzalności oznaczenia zawartości lepiszcza w emulsji K3-60 (C60 B5)

Laboratorium	Średnia, $\bar{x}_s$	Wariancja s^2	Liczba pomiarów, n	$n \cdot \bar{x}_s$	$n \cdot (\bar{x}_s - \bar{x}_o)^2$	n^2	$(n-1) \cdot s^2$	n-1
IBDiM	59,20	0,02	2	118,4	0,067	4	0,020	1
Bitunova	59,25	0,04	2	118,5	0,036	4	0,045	1
Inreco	59,70	0,08	2	119,4	0,201	4	0,080	1
Suma	178,15	0,14	6,00	356,30	0,303	12,00	0,145	3,00
średnia ogólna $\bar{x}_o$	59,38							

Tablica 71 Zestawienie obliczenia odtwarzalności zawartości lepiszcza w zależności od rodzaju emulsji, % (m/m)

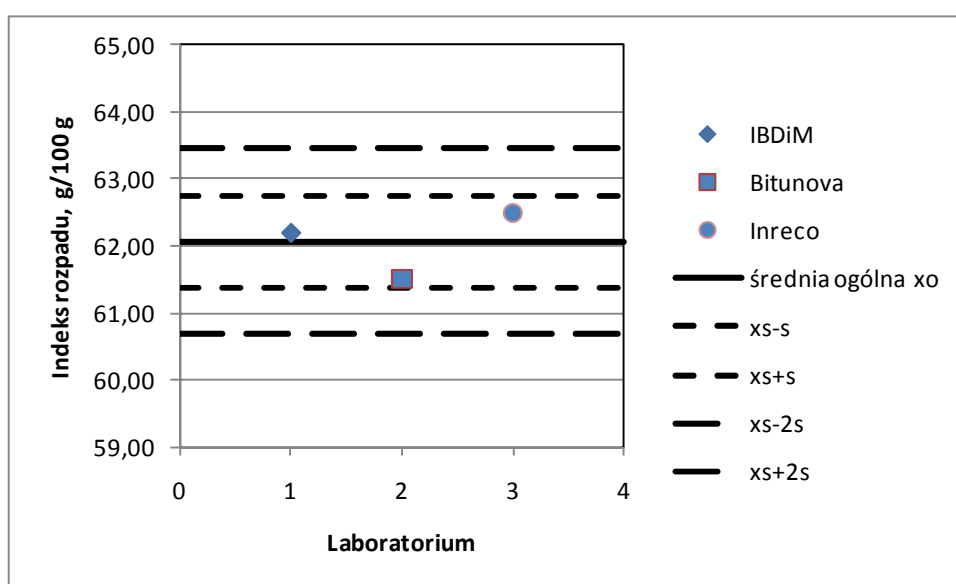
Lp.	Rodzaj emulsji	Odchylenie standardowe odtwarzalności s_R	Odtwarzalność R
1	2	3	4
1	K1-65 (C65 B3)	0,58	1,15
2	K3-60 (C60 B5)	0,32	0,63
3	Średnio	0,45	0,89

12.3 Precyzja metody oznaczania indeksu rozpadu emulsji wg PN-EN 13075-1

Wyniki badań międzylaboratoryjnych oznaczania indeksu rozpadu wg PN-EN 13075-1 zestawiono w tablicach 72 i 73 i na rysunkach 28 i 29. Zestawienie wyników kolejnych obliczeń potrzebnych do wyznaczenia granic powtarzalności r i odtwarzalności R podano w tablicach 75 i 76. W tablicy 77 i 78 podano wartości powtarzalności i odtwarzalności.

Tablica 72 Wyniki oznaczenia indeksu rozpadu emulsji K1-65 (C65 B3), g/100 g

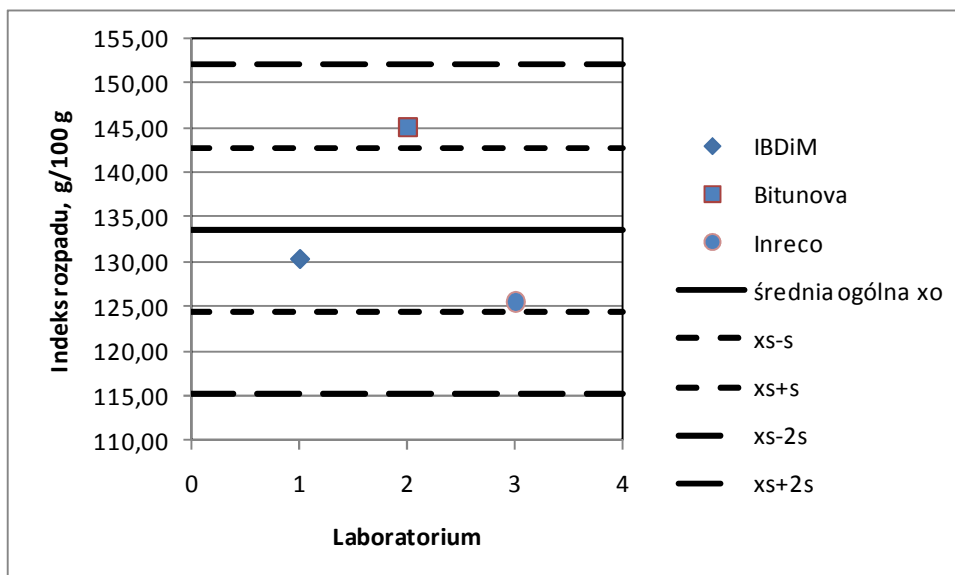
Liczba pomiarów	Laboratorium		
	IBDiM	Bitunova	Inreco
1	61,8	61,0	62,0
2	62,6	62,0	63,0
Średnia	62,20	61,50	62,50
Wariancja s2	0,32	0,50	0,50
Odchylenie stand. s	0,57	0,71	0,71
xs-s	61,63	60,79	61,79
xs+s	62,77	62,21	63,21
xs-2s	61,07	60,09	61,09
xs+2s	63,33	62,91	63,91



Rys. 28 Wyniki oznaczenia indeksu rozpadu emulsji K1-65 (C65 B3)

Tablica 73 Wyniki oznaczenia indeksu rozpadu emulsji K3-60 (C60 B5), g/100 g

Liczba pomiarów	Laboratorium		
	IBDiM	Bitunova	Inreco
1	129,5	143,0	126,0
2	131,1	147,0	125,0
Średnia	130,30	145,00	125,50
Wariancja s2	1,28	8,00	0,50
Odchylenie stand. s	1,13	2,83	0,71
xs-s	129,17	142,17	124,79
xs+s	131,43	147,83	126,21
xs-2s	128,04	139,34	124,09
xs+2s	132,56	150,66	126,91



Rys. 29 Wyniki oznaczenia indeksu rozpadu w emulsji K3-60 (C60 B5)

Tablica 74 Wyniki obliczeń do wyznaczenia powtarzalności i odtwarzalności oznaczenia indeksu rozpadu w emulsji K1-65 (C65 B3)

Laboratorium	Średnia, $\bar{x}_s$	Wariancja s^2	Liczba pomiarów, n	$n \cdot \bar{x}_s$	$n \cdot (\bar{x}_s - \bar{x}_o)^2$	n^2	$(n-1) \cdot s^2$	$n-1$
IBDiM	62,20	0,32	2	124,4	0,036	4	0,320	1
Bitunova	61,50	0,50	2	123	0,642	4	0,500	1
Inreco	62,50	0,50	2	125	0,376	4	0,500	1
Suma	186,20	1,32	6,00	372,40	1,053	12,00	1,320	3,00
średnia ogólna $\bar{x}_o$	62,07							

Tablica 75 Wyniki obliczeń do wyznaczenia powtarzalności i odtwarzalności oznaczenia indeksu rozpadu w emulsji K3-60 (C60 B5)

Laboratorium	Średnia, $\bar{x}_s$	Wariancja s^2	Liczba pomiarów, n	$n \cdot \bar{x}_s$	$n \cdot (\bar{x}_s - \bar{x}_o)^2$	n^2	$(n-1) \cdot s^2$	$n-1$
IBDiM	130,30	1,28	2	260,6	21,780	4	1,280	1
Bitunova	145,00	8,00	2	290	259,920	4	8,000	1
Inreco	125,50	0,50	2	251	131,220	4	0,500	1
Suma	400,80	9,78	6,00	801,60	412,920	12,00	9,780	3,00
średnia ogólna $\bar{x}_o$	133,60							

Tablica 76 Zestawienie obliczenia powtarzalności indeksu rozpadu w zależności od rodzaju emulsji, g/100 g

Lp.	Rodzaj emulsji	Odchylenie standardowe powtarzalności s_r	Powtarzalność r
1	2	3	4
1	K1-65 (C65 B3)	0,66	1,33
2	K3-60 (C60 B5)	1,81	3,61

Tablica 77 Zestawienie obliczenia odtwarzalności indeksu rozpadu w zależności od rodzaju emulsji, g/100 g

Lp.	Rodzaj emulsji	Odchylenie standardowe odtwarzalności s_R	Odtwarzalność R
1	2	3	4
1	K1-65	0,70	1,39
2	K3-60	10,24	20,48

13 Zorganizowanie szkolenia pracowników Laboratoriów Drogowych GDDKiA w zakresie wykonywania badań metodami zgodnymi z aktualnymi Polskimi Normami (Zadanie 4)

W dniu 15 marca rozesłano zaproszenie do 16 Laboratoriów drogowych GDDKiA z zaproszeniem do wzięcia udziału w szkoleniu w dniu 26 marca 2010 r. w zakresie wykonywania badań kationowych emulsji asfaltowych metodami zgodnymi z aktualnymi Polskimi Normami. Szkolenie to jest podsumowaniem wiedzy zabranej podczas realizacji całej pracy.

W programie szkolenia znalazły się następujące tematy:

- stan normalizacji w zakresie normy przedmiotowej i norm na metody badań emulsji asfaltowych,
- aktualne przepisy prawne regulujące wprowadzanie wyrobów budowlanych do obrotu,
- omówienie i prezentacja wykonania oznaczeń właściwości emulsji asfaltowych,
- zagadnienia certyfikacji i notyfikacji związane z emulsjami asfaltowymi,
- omówienie zawartości „Poradnika Laboranta Drogowego – kationowe emulsje asfaltowe”.

14 Opracowanie ostatecznej wersji Poradnika Laboranta Drogowego (Zadanie 4)

W porozumieniu z Departamentem Technologii GDDKiA wysłano do zaopiniowania „Poradnik Laboranta Drogowego – kationowe emulsje asfaltowe” do Laboratoriów Drogowych GDDKiA w Poznaniu, Białymstoku, Gdańsku, Kielcach i Krakowie. Otrzymano 3 obszerne opinie z Laboratoriów w Białymstoku, Krakowie i Poznaniu.

Przeanalizowano otrzymane uwagi i wprowadzono uzupełnienia i uzasadnione zmiany w Poradniku. Przygotowano ostateczną wersję Poradnika Laboranta Drogowego.

Poniżej załączono kopie opinii wraz z komentarzem autorskim (zał. 1).