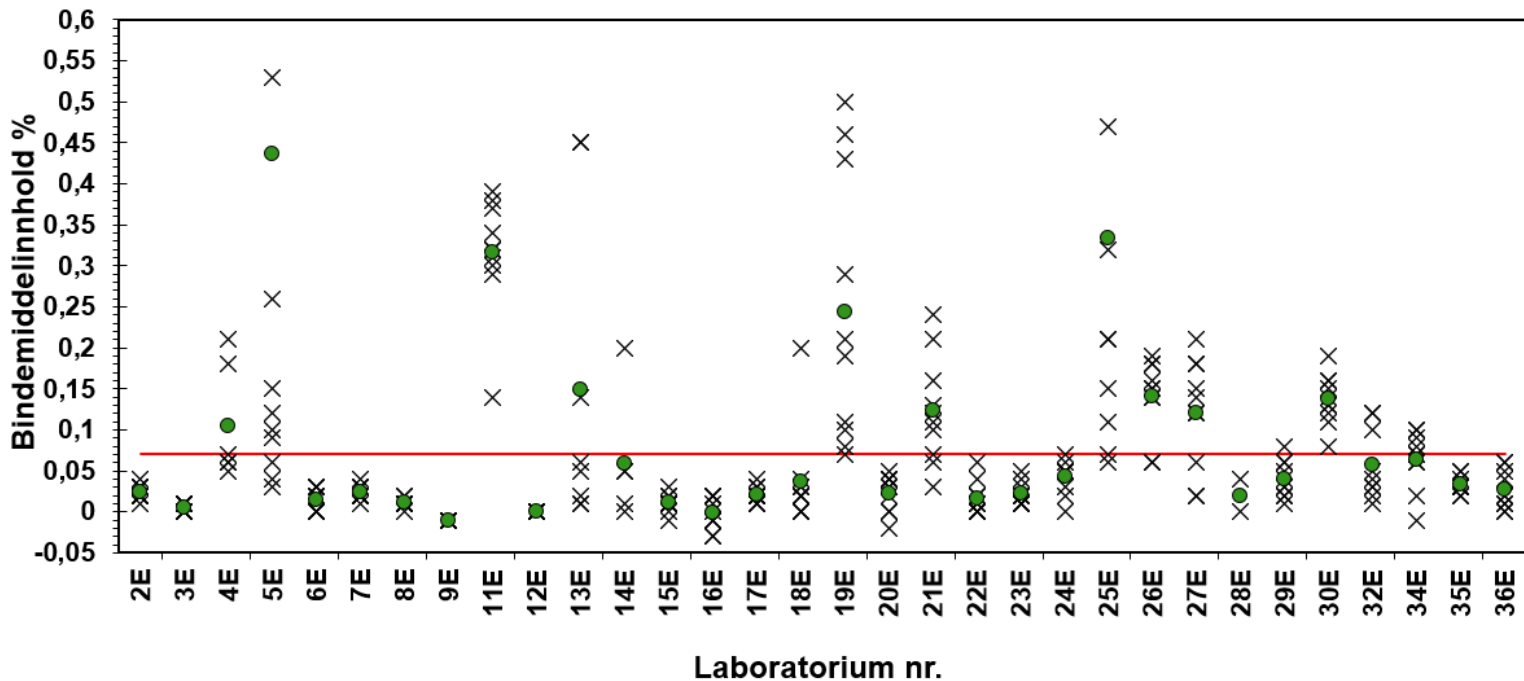




# Bestemmelse av bindemiddelmengde - effekt av tørking etter ekstraksjon

Differanse i bindemiddelinhold ved veiing før og etter tørk



Figur 70 fra «Rapport ringanalyse VTI 2020»



# Bestemmelse av bindemiddelmengde - effekt av tørking etter ekstraksjon

NAMet - metodedagen, 24.1.2024

v/ Einar Aasprong (15:30 – 16:00)

# Innhold

- Kontroll av bindemiddelmengde
  - Hvorfor er bestemmelse av bindemiddelmengde (og effekten av tørking) viktig?
  - Historikk for «Ringanalysen»
- Tørking av tilslag etter ekstraksjon
  - Bindemiddelmengde ved differanse
  - Hva er riktig og hvorfor?
  - Styrende regelverk
- Hva ønsker vi svar på?
  - i Ringanalysene
  - ved Standardrevisjon
- Datametodikk
- Resultatet av ringanalysene (så langt)
  - Effekten av tørking for «normale» data
  - Lærer vi mer av ekstremdataene?
- Videre arbeid
  - Forskjell på parvise og ikke-parvise data
  - Studier med kontrollerte variasjoner av utvalgte parametere
- Annet

# Hvorfor er bestemmelse av bindemiddelmengde viktig?

- Utdrag fra Formål for «Ringanalysen»:
- Tekst om tørking fra det ble introdusert i 2020:

## **FORMÅL**

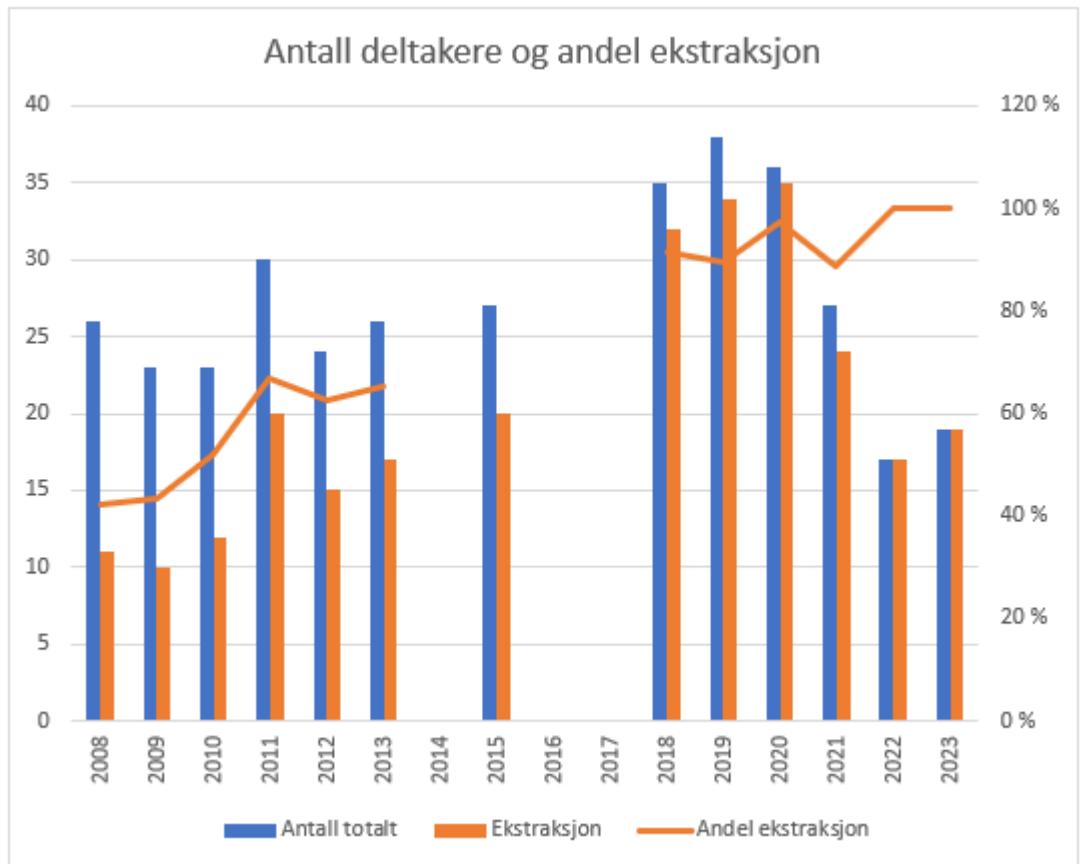
En viktig del av kvalitetssikringen ved asfaltproduksjon er å kontrollere at innholdet i det ferdige produktet stemmer med arbeidsresepten. Asfaltmassen skal ha et bestemt bindemiddelinnhold og bestemte mengder av de enkelte sorteringer av steinmaterialet. Innholdet kontrolleres ved analyse av stikkprøver. Analyseresultatet er med på å styre den videre produksjon slik at asfaltmassen til enhver tid oppfyller de gjeldende krav.

For enkelte ekstraksjonsmaskiner har man tidligere observert til dels stor endring i bindemiddelinnhold i prøvene dersom køya og sentrifugesylindern tørkes etter kjøring i ekstraksjonsmaskin. Dette kan muligens skyldes rest av metylenklorid, vann fra massen, kondens i løsemiddelet eller lekkasje i maskinen. Deltakerne med ekstraksjonsmaskin ble derfor som en del av årets ringanalyse bedt om å veie køye og sentrifugesylinder etter uttak fra maskinen, deretter tørke de ved 110 °C i 15 minutter før de avkjølte og veide dem på nytt. Bindemiddelinnhold før og etter tørking skulle rapporteres.

## Historikk for «Ringanalysen»

- Arrangører
  - Lemminkäinen: «Ringanalysen» (før 2008 – 2017)
  - Veiteknisk Institutt: «Ringanalyse Ekstraksjon/forbrenning av asfaltmasse» (2018 - )

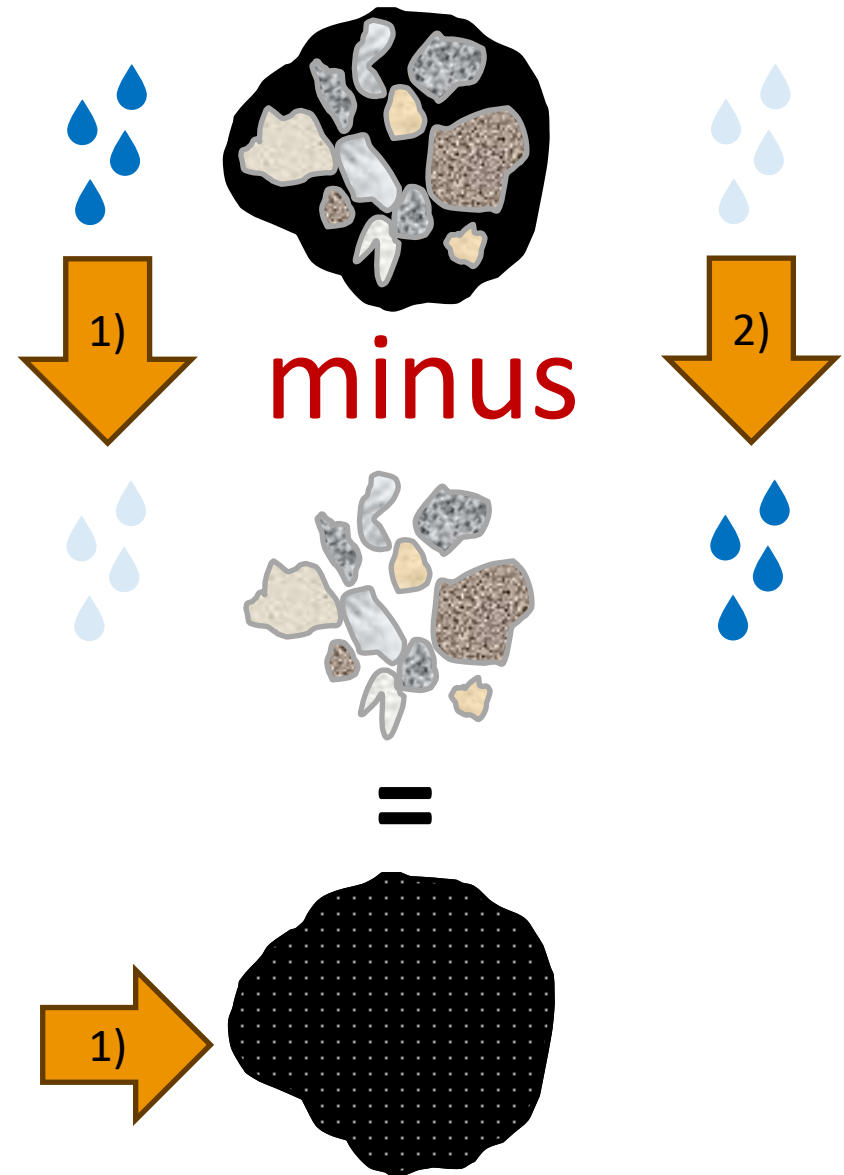
- Andel ekstraksjonsmaskiner
  - ca. 50 % frem til 2013
  - dominerende fra 2018
- Rapporter 2014 til 2017
  - 2014: ingen rapport
  - 2015: redusert omfang
  - 2016 – 2017 ?



## Tørking av tilslag etter ekstraksjon

# Bindemiddel ved differanse

- Vi analyserer
  - Vekt av Asfalt før ekstraksjon
  - Vekt av Tilslag etter ekstraksjon
- Vi beregner
  - Vekt av Bindemiddel etter ekstraksjon  
= Vekt av Asfalt – Vekt av Tilslag
- Feil vekt av **asfalt eller tilslag**
  - => Feil vekt av **bindemiddel**
  - => Feil **bindemiddelmengde**
- Eksempler
  - 1) Alt som «blir borte» regnes som bindemiddel
  - 2) Alt som «legges til» trekkes fra bindemiddelet



NS-EN 12697-1, Annex C (normative):  
Determination of residual mineral matter in  
the binder extract by incineration

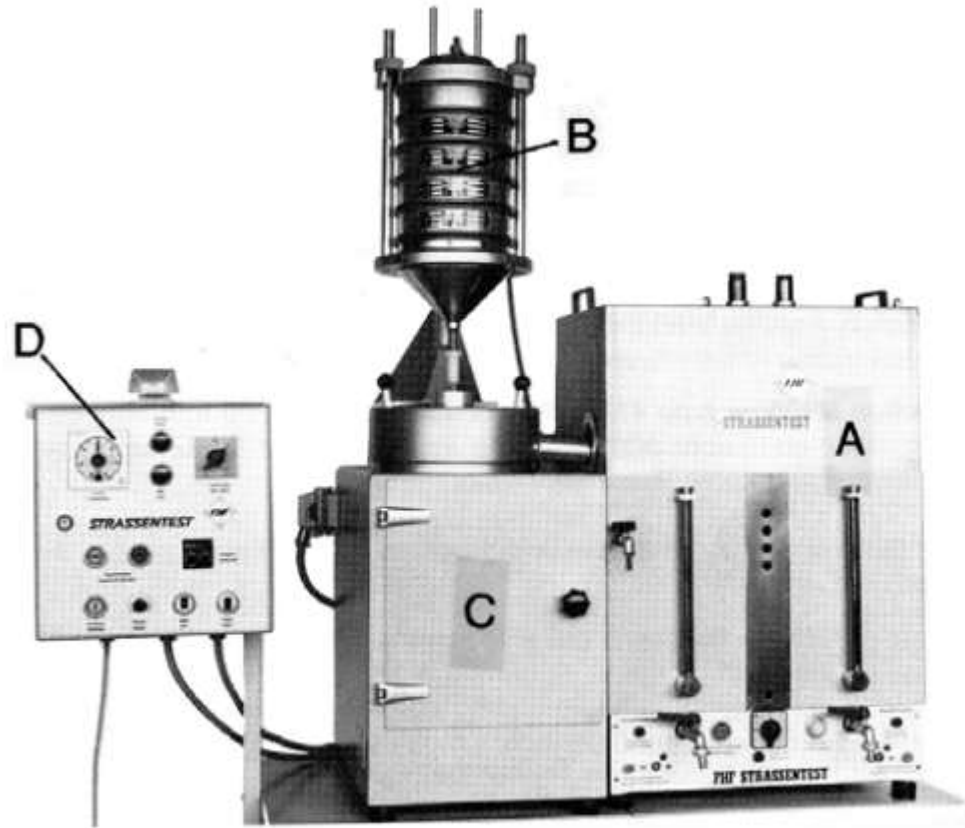
## Tørking av tilslag etter ekstraksjon

### Hva er riktig og hvorfor

- Det er ofte forskjell på
  - vitenskapelig riktig resultat
  - og teknisk riktig resultat
- Må følge en omforent beskrivelse
  - som er teknisk/praktisk hensiktsmessig å utføre
  - og gir «godt nok» resultat
- Akseptabelt resultat
  - avhenger av kontekst og bruk, eksempelvis:
    - Til eget eller veiledende bruk
    - Til kontroll opp mot regelverk eller kontrakt
    - Som del av økonomisk oppgjør
    - Vil retningen på avviket (eksempelvis for høyt eller lavt) ha betydning

## Håndbok 014 (versjon mars 2005)

- Erstattet versjon nov. 1997
- Omnummerert i 2014
  - fra Hb014 til R210
- Figur til høyre
  - A: Løsemiddel og gjenvinning
  - B: Siktesats
  - C: Sentrifuge
  - D: Styringspanel



*Figur 14. 5511-1 Strassentest ekstraksjonsmaskin*



## Tørking av tilslag etter ekstraksjon

### Beskrivelse i Håndbok 014:2005

#### *Preparering av asfaltprøven før innveiling*

Alle asfaltprøver må varmes for oppdeling, nedkvartering eller prepareres for hensiktsmessig ekstraksjon i "Strassentest". Kaldt og halvvarmt produsert masse og borkjerner må tørkes før analysering. Prøven må da oppvarmes til  $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$  og holdes varm til stabil vekt oppnås.

*Kommentar 1: Vekten regnes som stabil dersom forskjellen ikke er større enn 0,05 % mellom to veiinger med 30 minutters avstand.*

- Tørking av siktesats etter ekstraksjon

- Tørking av asfalt før ekstraksjon
  - Kald og halvvarm (med vann?)

- Sentrifugen stopper.
- Overfør siktesats med bunn og sentrifugesylinder til tørkeskap, med temperatur  $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$  og tørk til konstant vekt.

*Kommentar: Konstant vekt er i følge NS-EN 12697-2 når to etterfølgende veiinger med minimum 30 minutters mellomrom ikke varierer med mer enn 0,1 %. Norske erfaringer tilsier at det holder å tørke siktesats og sentrifugesylinder i 10 minutter.*

- Siktesats og sentrifugesylinder avkjøles til romtemperatur.

## Historisk regelverk

År	NS-EN 12697-1	NS-EN 12697-2	Hb014/R210	Ringanalysen
2002	?		?	
2003				
2004				
2005				
2006	110 °C, 30 min, 0,05 %	110 °C, 30 min, 0,1 %	Asfalt før ekstraksjon: 110 °C, 30 min, 0,05 %  Tilslag etter: 110 °C, 30 min, 0,1 % Erfaring at det holder med ? °C, 10 min	Ingen krav
2007				
2008				
2009				
2010				
2011				
2012	110 °C, 60 min, 0,1 %		Ingen krav	
2013				
2014				
2015				
2016				
2017				
2018				
2019				
2020				
2021				
2022				
2023				
2024	110 °C, 30 min			

- Enkelte uklarheter
- Hva skal vektendring måles av?
  - Materialet (asfalt/stein)
  - Utstyr med material
- Det logiske er materialet
- Dette er ekstra viktig ved bestemmelse av bindemiddelmengde
  - en liten verdi som finnes ved differanse av større verdier
  - den relative forskjellen oppskaleres

# Ringanalysen ekstraksjon

- NS-EN 12697-serien definerer tørking til konstant vekt som
  - Tørking ved 110 °C i 1 time med en vektendring på mindre enn 0,1 %
- Er 30 minutter eller 15 minutter tilstrekkelig tørketid for å oppnå konstant masse ?
  - I Ringanalysen studerer vi de to mot hverandre og ikke mot kravet på 60 minutter.
  - Vi kan ikke få et direkte svar, men kanskje et indirekte svar?
- Dersom 15 minutter tørking gir samme resultat som 30 minutter tørking, kan vi forvente at resultatet også vil være det samme etter 1 time tørking.
  - Da vil 15 minutter være tilstrekkelig
- Skulle det også vise seg at resultatet blir det samme «rett ut fra maskina» kan vi (i teorien) droppe tørking i varmeskap.

## Revisjon av asfaltstandardene: NS-EN 12697-1

### 6 Drying to constant mass

#### 6.1 General

In all the test procedures in this document it is necessary, at some stage, to ensure that materials or equipment are dried to constant mass. On all such occasions, the method in 6.2 to 6.3 shall be used. In case of a method by difference, the potential present water will be considered as binder.

#### 6.2 Apparatus

**6.2.1 Oven or drying cabinet**, of suitable capacity and capable of holding the required temperatures.

**6.2.2 Balance**, with an accuracy of  $\pm 0,1$  g.

**6.2.3 Desiccator**, of suitable capacity (optional).

#### 6.3 Procedure

**6.3.1** Place the material or equipment in the oven or drying cabinet and dry to constant mass.

**NOTE 1** In case of an oven, a temperature of  $(110 \pm 5)$  °C is usually suitable. Where it is necessary to dry a test portion before analysis a temperature of  $(80 \pm 5)$  °C can be more suitable to avoid binder drainage, but a longer time will be necessary.

**NOTE 2** In case of a drying cabinet lower temperatures are used. The lower the temperature, the longer it will take to dry to constant mass.

**NOTE 3** Constant mass is defined as successive weighings after drying at least 1 h apart not differing by more than 0,1 %.

For convenience, it is recommended that the successive weighings to determine constant mass should be carried out whilst the material is hot. It may be advisable to protect the balance from heat.

**6.3.2** When constant mass has been achieved, cool in a moisture-free atmosphere and weigh.

**NOTE** A moisture-free atmosphere can be obtained by cooling in a desiccator.

- NS-EN 12697-1:2020
  - Krav kan ikke stå i merknader (notes)
  - Tørking kan utføres ved andre temperaturer enn 110 °C.
  - Kontrollveiinger kan gjøres varmt.

## Revisjon av asfaltstandardene: NS-EN 12697-2

~~The recovered aggregate shall be dried to constant mass. Particles shall be separated completely.~~

~~NOTE 1 — "Constant mass" is defined as successive weighings after drying at least 1 h apart not differing by more than 0,1 %.~~

~~NOTE 2 — Other regimes for achieving constant mass can be used provided that they can demonstrate that they give the same results as drying at  $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$ .~~

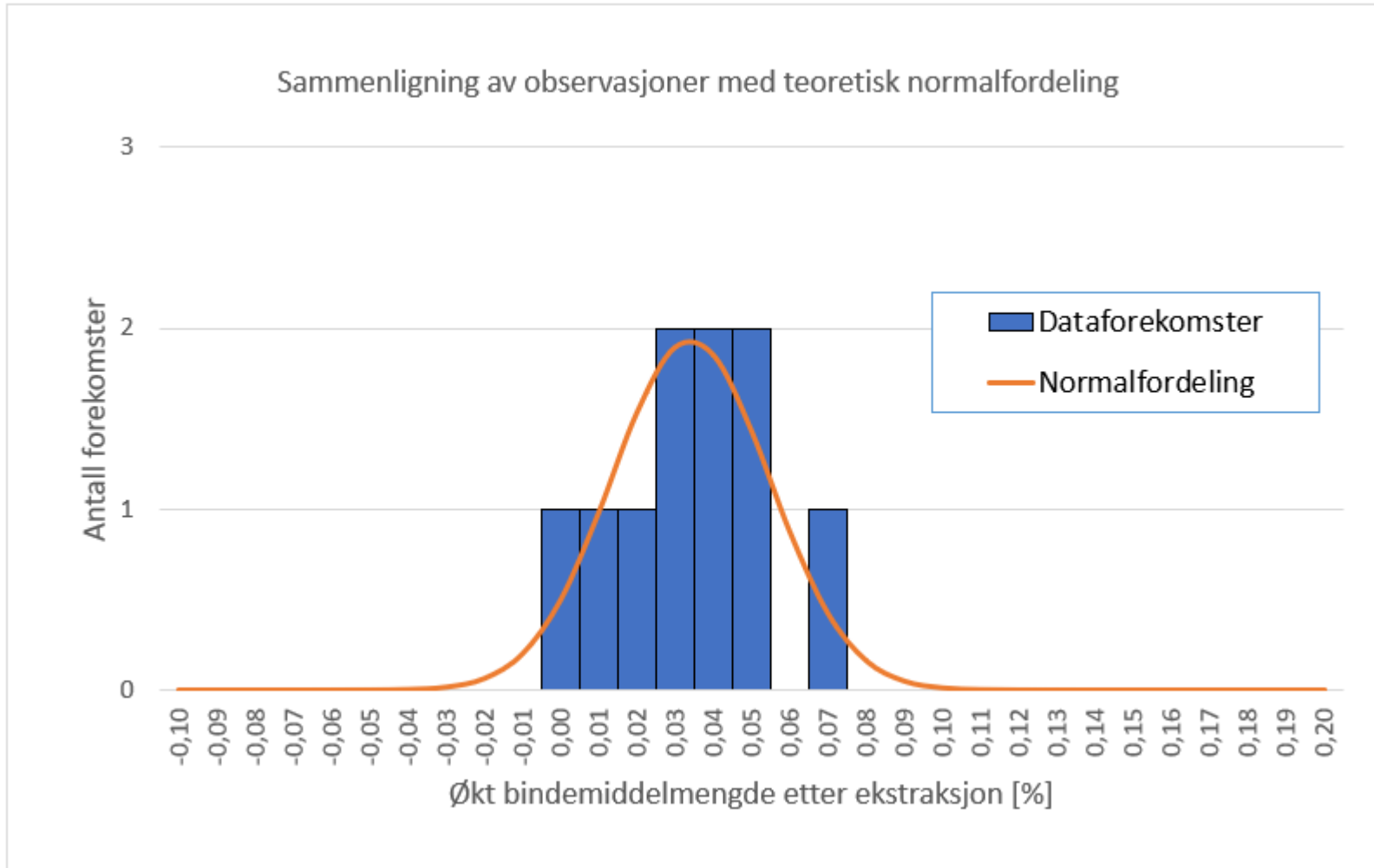
In case the recovered material is not dry it shall be dried to constant mass at a temperature of  $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$ . Particles shall be separated completely.

Other procedures for achieving constant mass can be used provided it can be demonstrated that they give the same results as drying at  $(110 \pm 5) ^\circ\text{C}$ .

NOTE Constant mass is obtained when the change of mass between two determinations at an interval of at least 30 min is less than 0,1 % (by mass).

- pr-EN 12697-2:2022 (Draft 2022-04-13)
- I prinsippet samme tørking som i NS-EN 12697-1
- Ved ekstraksjon benyttes mer flyktige løsemidler enn vann
  - Ved systematisk gjennomgang av NS-EN 12697-2 ble dette påpekt.
    - Tørketiden ble noe tilfeldig foreslått redusert til 30 minutter.
    - Dette skiller tørketiden fra den generelle definisjonen.
    - Tørketiden blir da et særkrav og kan ikke stå i merknad.

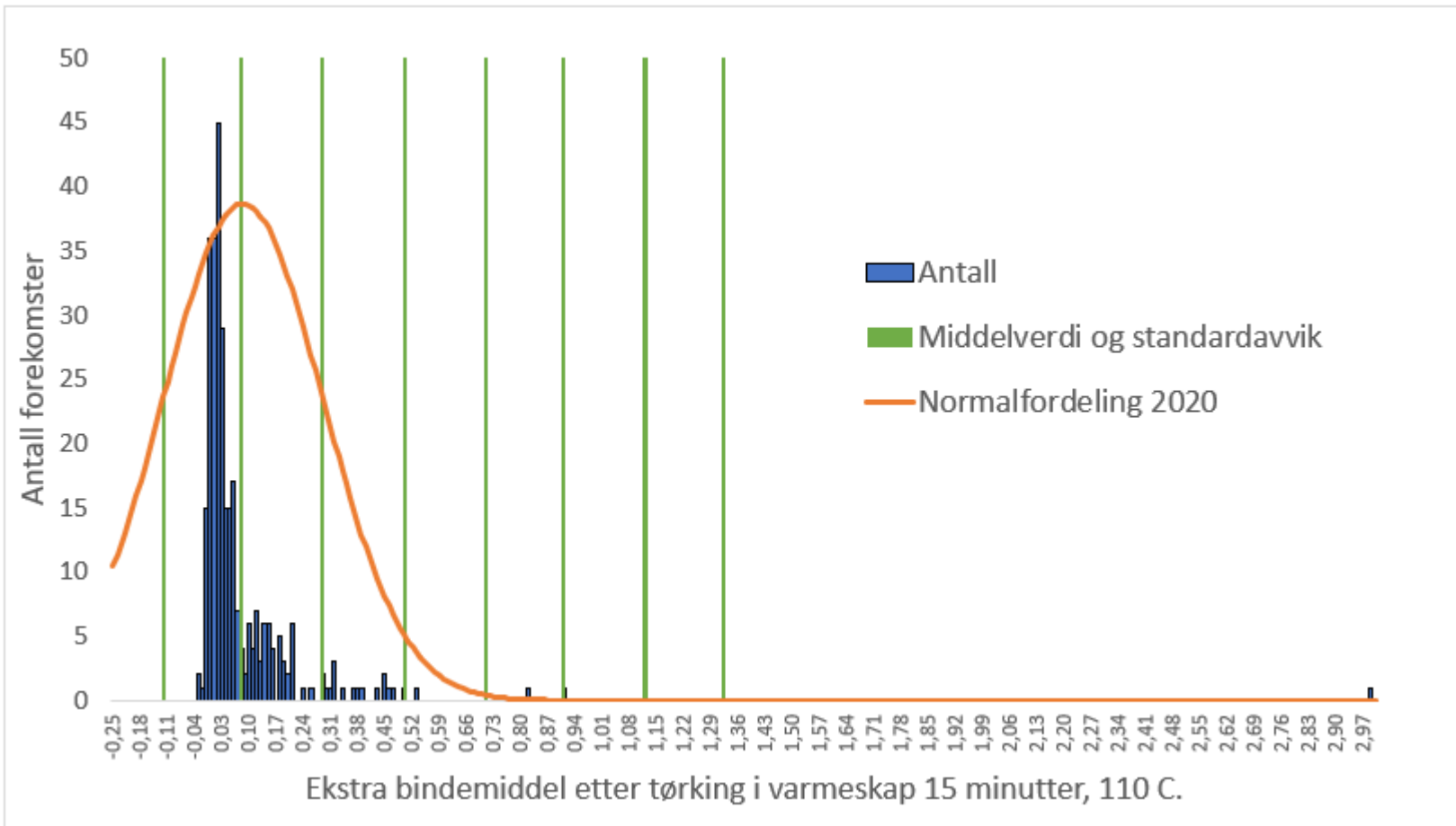
## Eksempel på resultater for én lab i 2023



# Kan vi anta Normalfordeling?

- Har vi kontinuerlige data = Ja, selv om de ved rapportering og presentasjon er gruppert (Avrundet til 1 desimal)
- Er de normalfordelt = Neppe (Snitt nær 0 og antagelig større spredning på data over snitt enn under snitt)
- Har vi tilfeldige data = Tja
- Har vi nok data = Nei
- Har vi lik spredning mellom dataene (de ulike årene) = Nei
  
- Vi kunne og skulle kanskje ha foretatt en parvis analyse (om vi viste hvilke deltakere som var hvilke fra år til år)
- Vi har flere enn 2 grupper med datasett, både for år og for laboratorier
  
- Ingen «konklusjoner» her er avhengig av at dataene faktisk er normalfordelte

## Fordeling av 299 enkeltmålinger fra 36 laboratorier, 2020

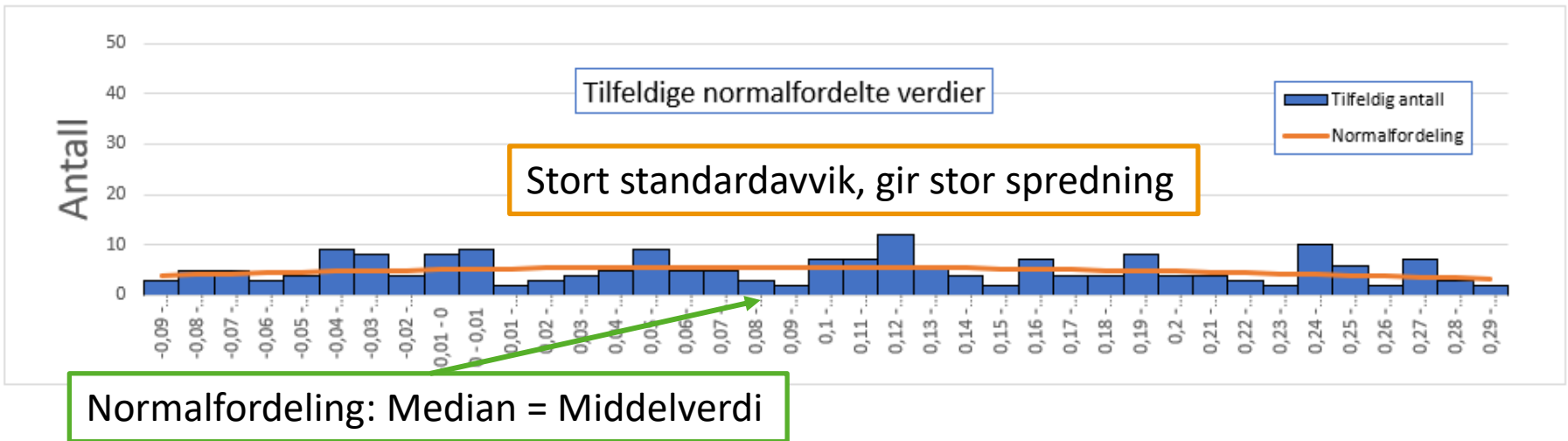
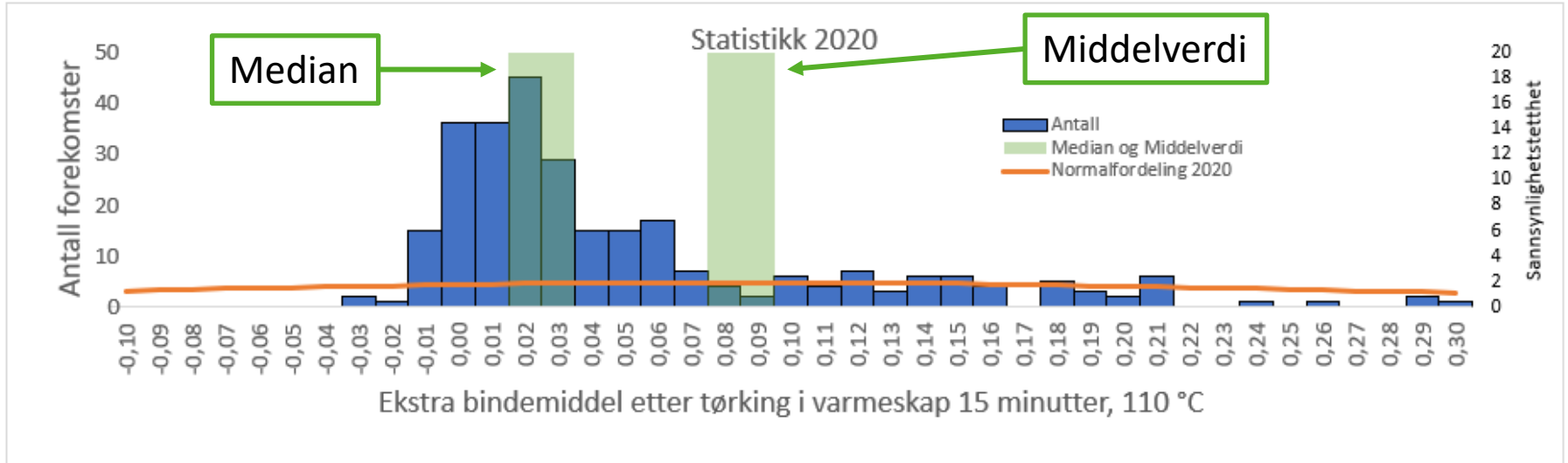


Gjennomsnitt og standardavvik forutsetter ikke normalfordeling

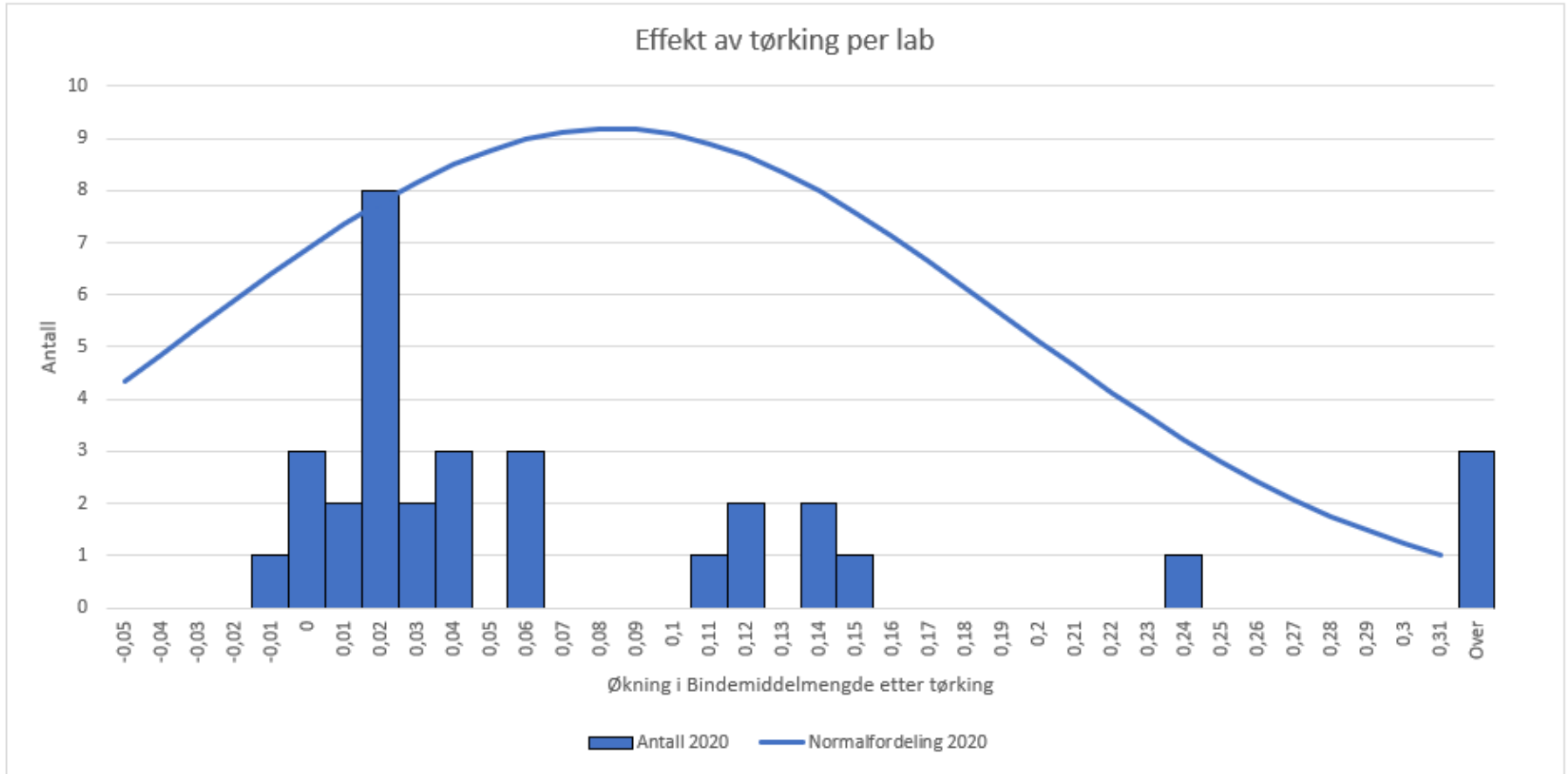
Kurvene som representerer normalfordeling er én mulig teoretisk presentasjon av data med et gitt snitt og standardavvik



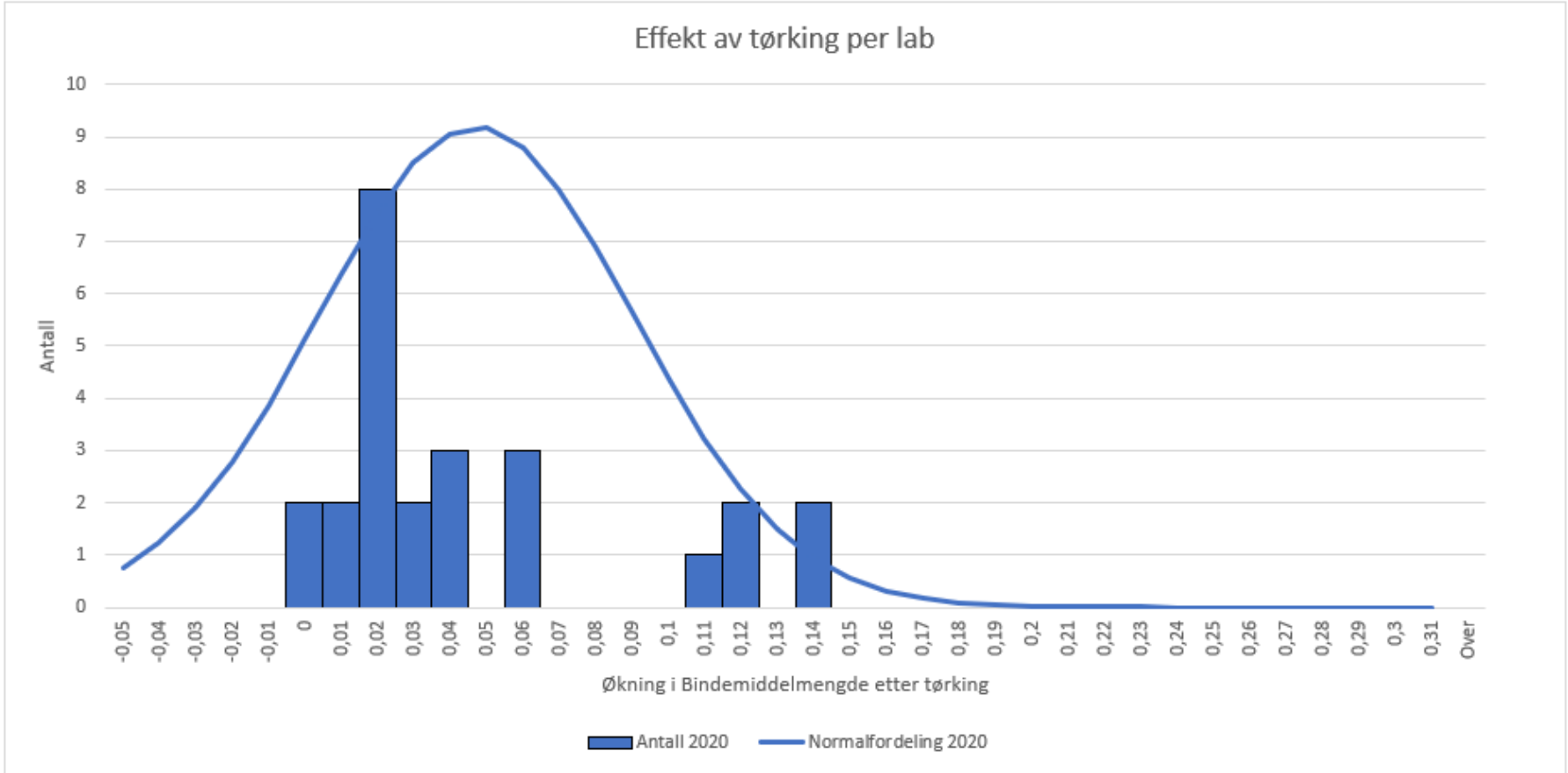
# Faktiske målinger mot reell simulert normalfordeling



# Grupperer resultater per lab: 32 laboratorier i 2020

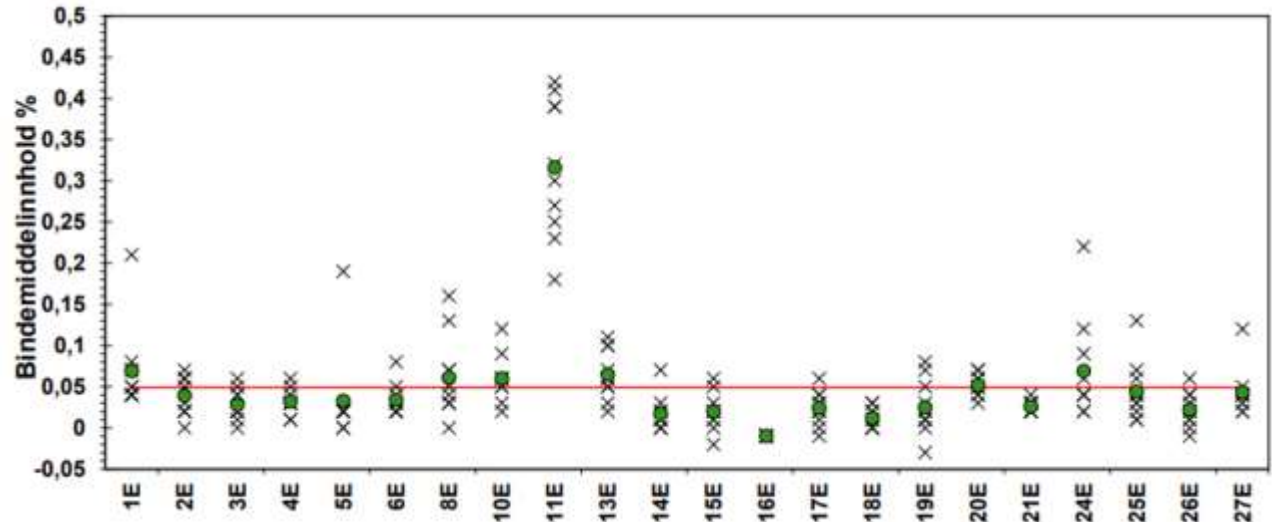
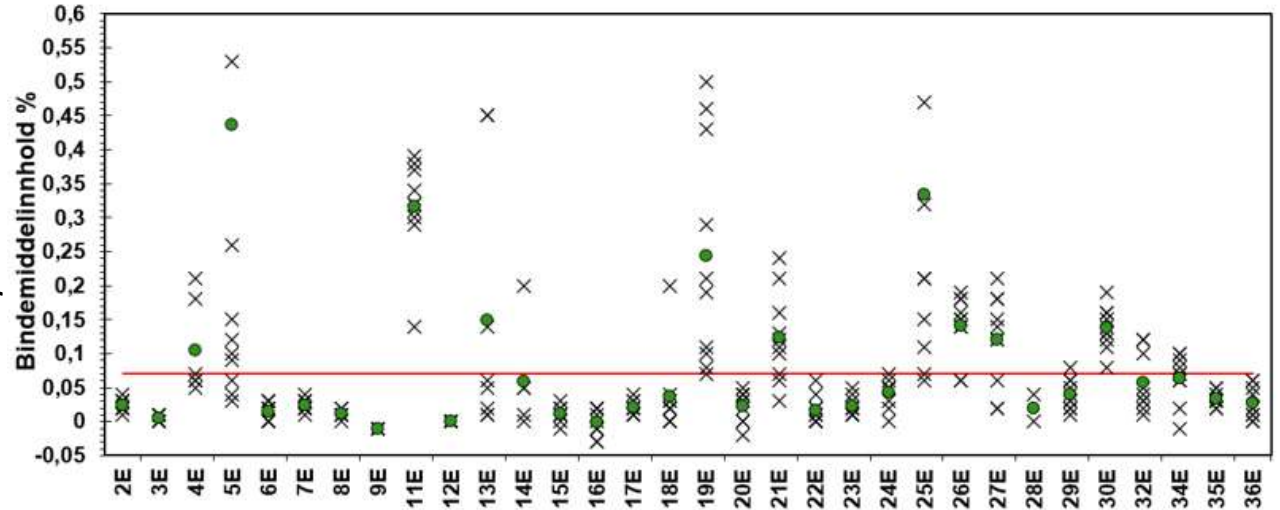


# Fjerning av ekstremverdier: 7 laboratorier utelatt!, 25 igjen.

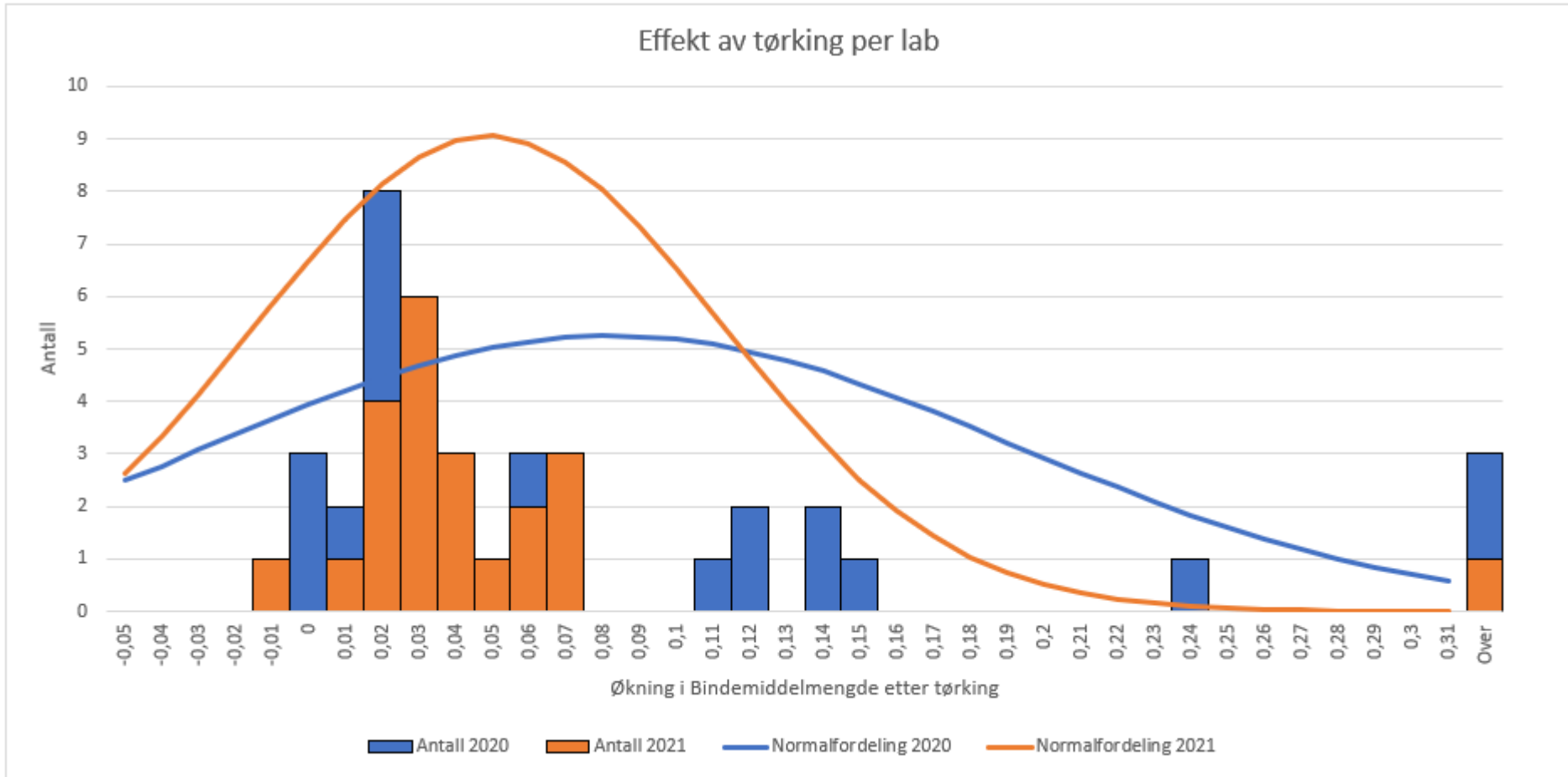


## Forskjell i dataene fra 2020 (øverst) til 2021 (nederst)

- Færre deltakere
- Mindre variasjon
  - mellom måleserier
  - og innad i måleserier
- Antall laboratorier under gjennomsnittet
  - 2020: 63 %
  - 2021: 68 %
- Ekstremverdier
  - Noen er ikke tatt med i gjennomsnittet
  - Flere kunne nok vært utelatt

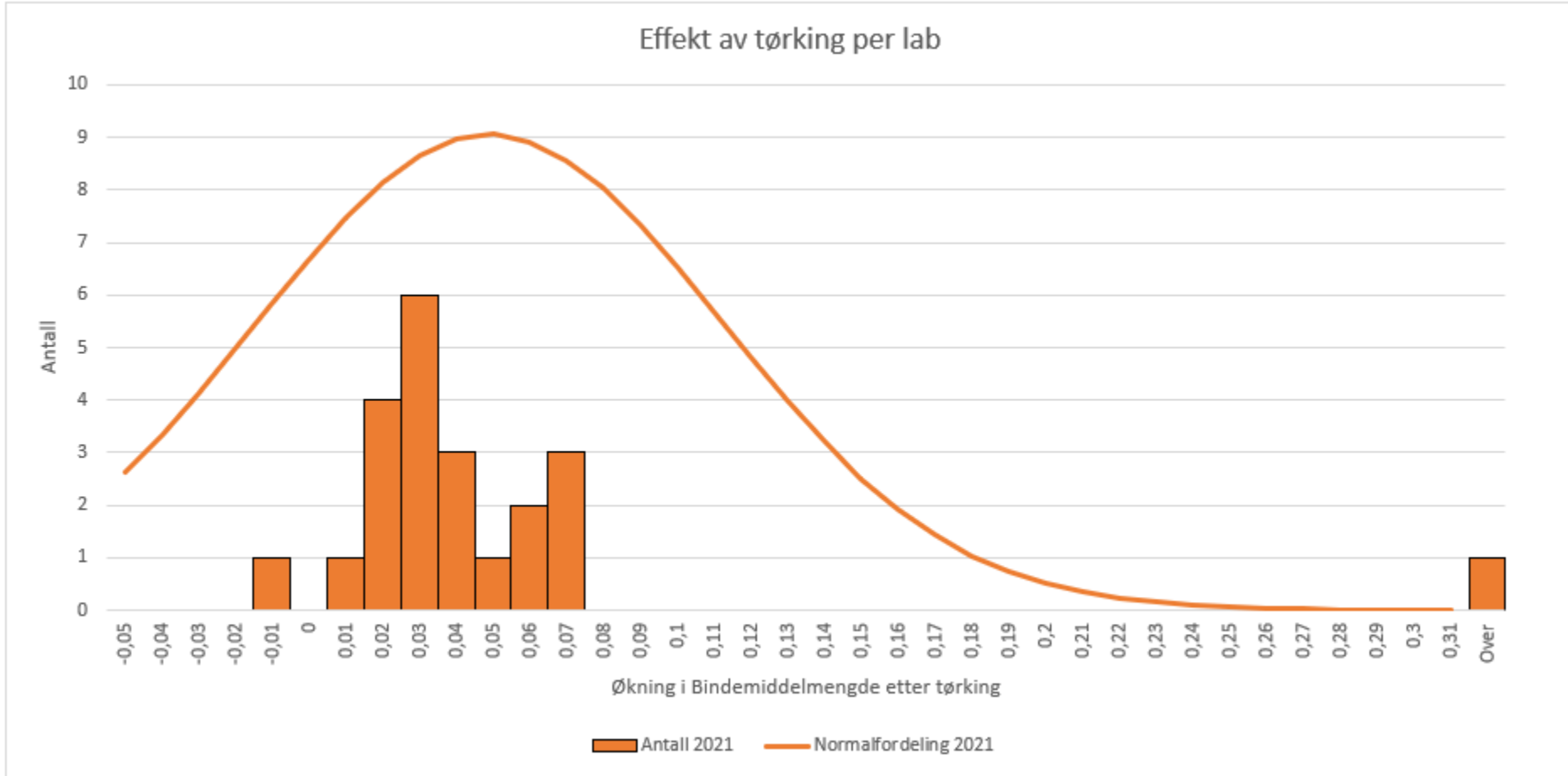


## Forskjell mellom 2020 og 2021 (ingen verdier utelatt)

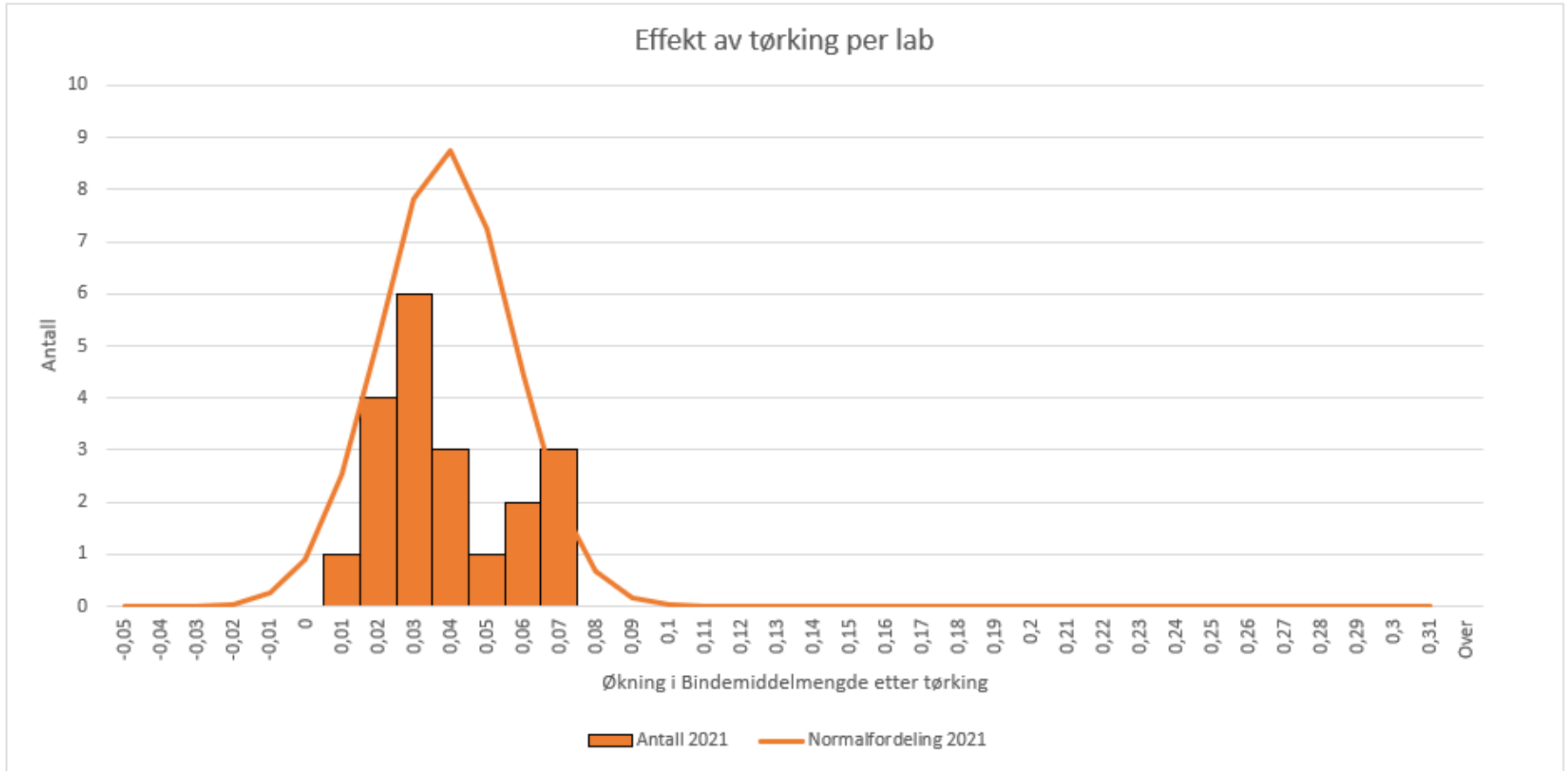


- Ser at datasettet fra 2021, før fjerning av ekstremverdier har mindre variasjon

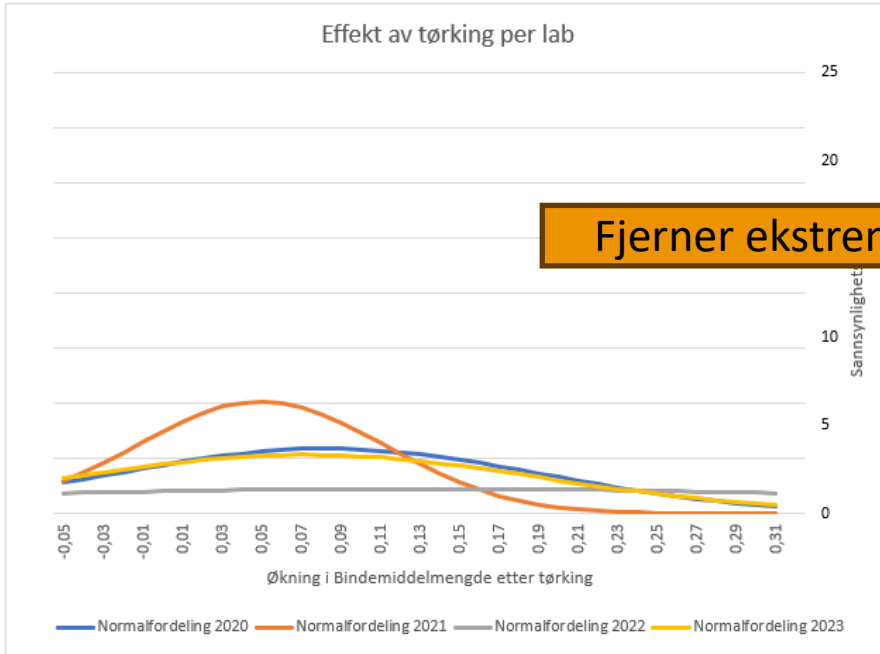
## 2021: Enkelt å rettferdiggjøre fjerning av ekstremverdier



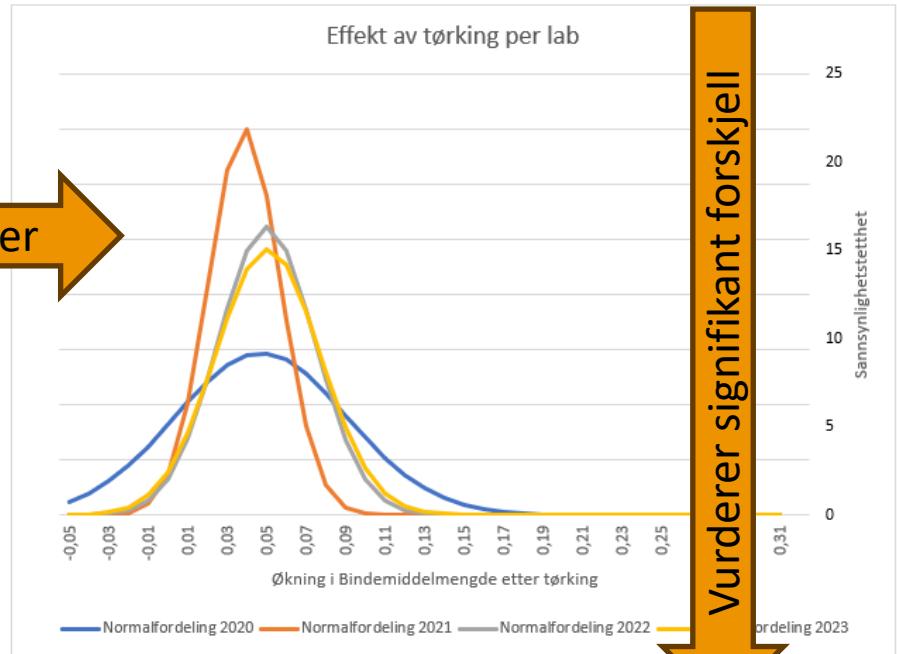
## 2021: Data etter fjerning av 1 ekstremverdi og 1 feilføring



## Data 2020 – 2023 før og etter fjerning av ekstremverdier



Fjerner ekstremmer



Vurderer signifikant forskjell

	År 2020	År 2021	År 2022	År 2023
År 2020	100 %	39 %	80 %	75 %
År 2021	39 %	100 %	17 %	14 %
År 2022	80 %	17 %	100 %	95 %
År 2023	75 %	14 %	95 %	100 %

H0: Snitt X = Snitt Y  
 Dersom  $p < 5\%$  => H0 kan forkastes og gjennomsnittene er signifikant forskjellige

Uansett fordelingsmodell: Det er ikke grunnlag for å si at noen datagrupper skiller seg signifikant ut fra andre. År 2021 skiller seg mest ut. Fjerning av flere ekstremverdier ville dyttet snittet og standardavviket for de andre årene nærmere verdiene fra 2021.

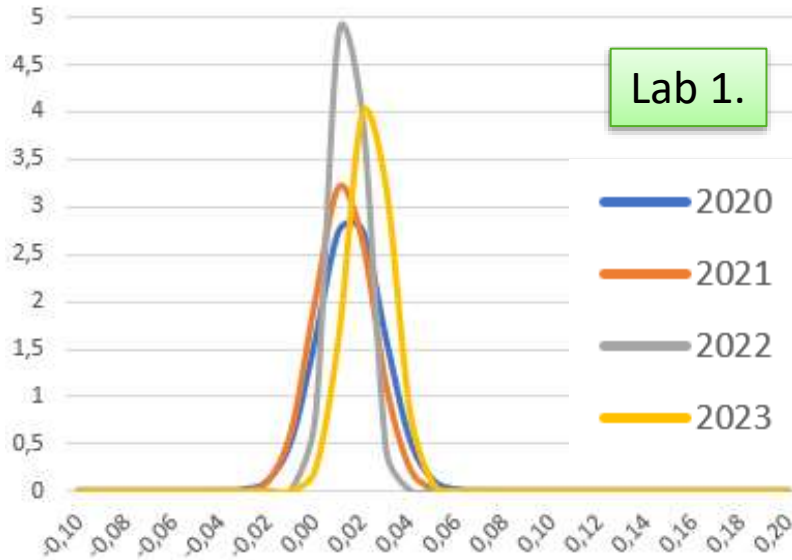


# Effekt av tørking, målt i økt bindemiddelmengde etter tørking

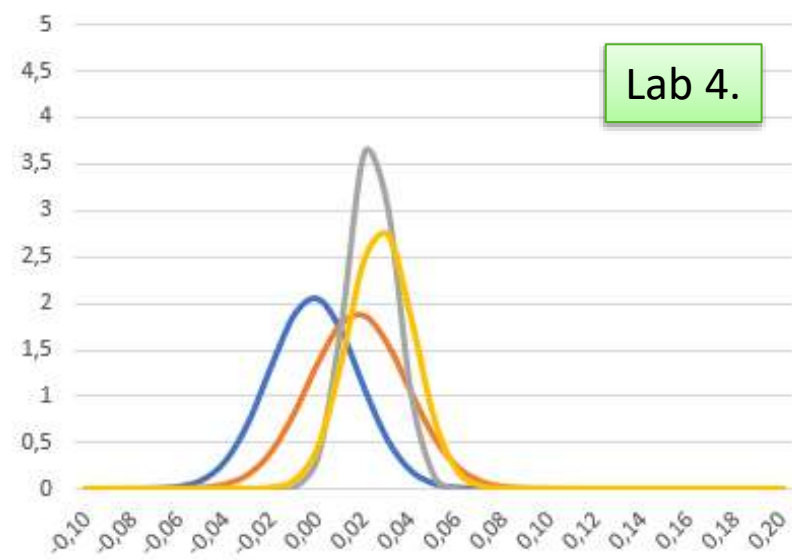
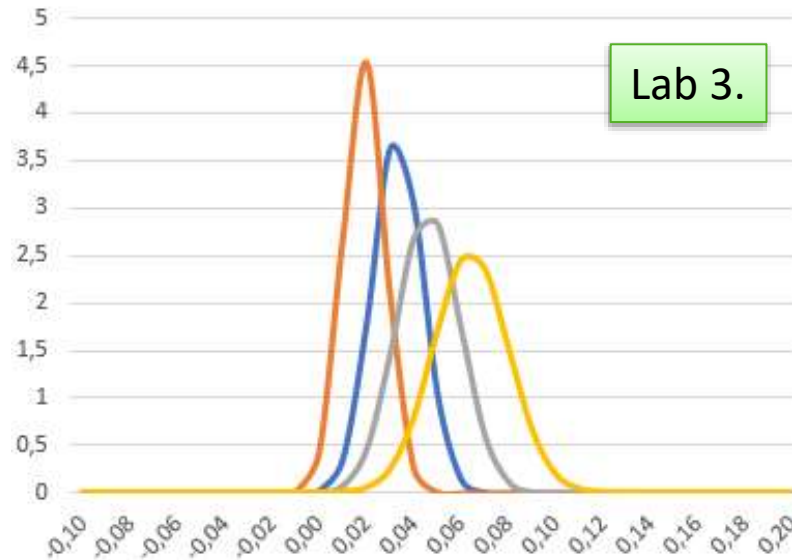
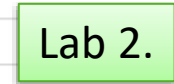
	År 2020	År 2021	År 2022	År 2023
Tørketid [min]	15	15	15	30
Antall datasett	25	20	13	16
Gjennomsnitt [%]	0,047	0,039	0,050	0,051
Standardavvik [%]	0,043	0,018	0,024	0,026

- Ekskluderte data
  - Data med 10 differanser = 0,0 (bekreftet at det er data som ikke er utført)
  - Data med 10 differanser = -0,01 (svært usannsynlig og ikke bekreftet)
  - Data med forhåndsvarslet endring i vaske- og destillasjonsprosedyre (2020, Lab 18, Prøve 10: ga 0,2 % forskjell, som var en tierpotens økning)
  - Data med stor motsatt effekt av tørking
  - Data med svært avvikende gjennomsnittsverdi
  - Data med store standardavvik
- For å finne effekten av tørking er det mer egnet med studier med kontrollert variasjon
  - Ekstremdata er en kilde til informasjon om hva som kan undersøkes
  - Studier kan gjennomføres mellom laboratorier med innbyrdes signifikante forskjeller

# Parvise data: Prøver for 4 laboratorier, 2020 - 2023

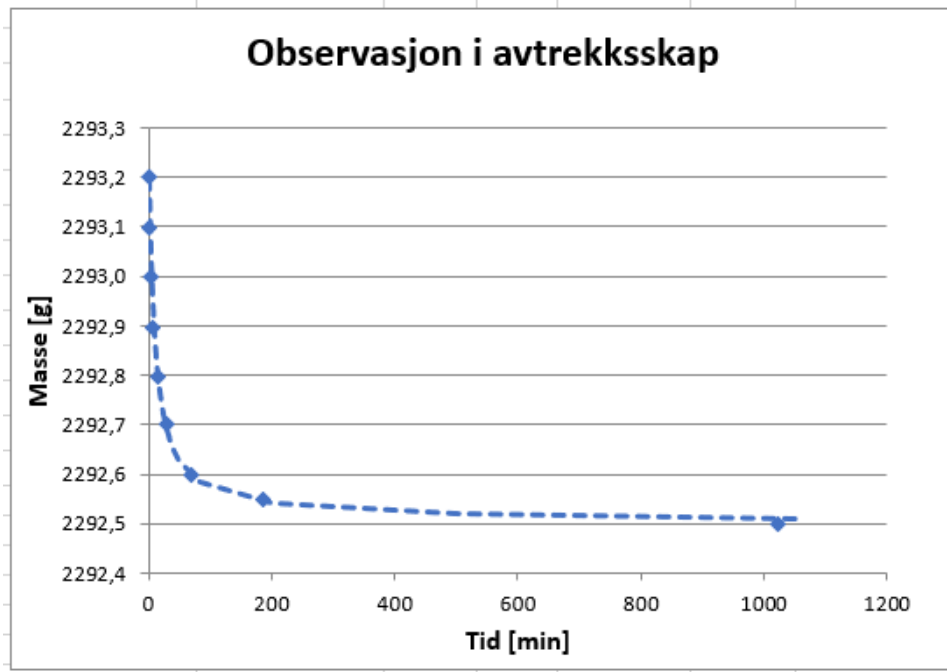


- Operatører:
1. Samme
  2. ?
  3. Ulike
  4. Samme 2022 og 2023



# Normal endring av vekt ved lufttørking ?

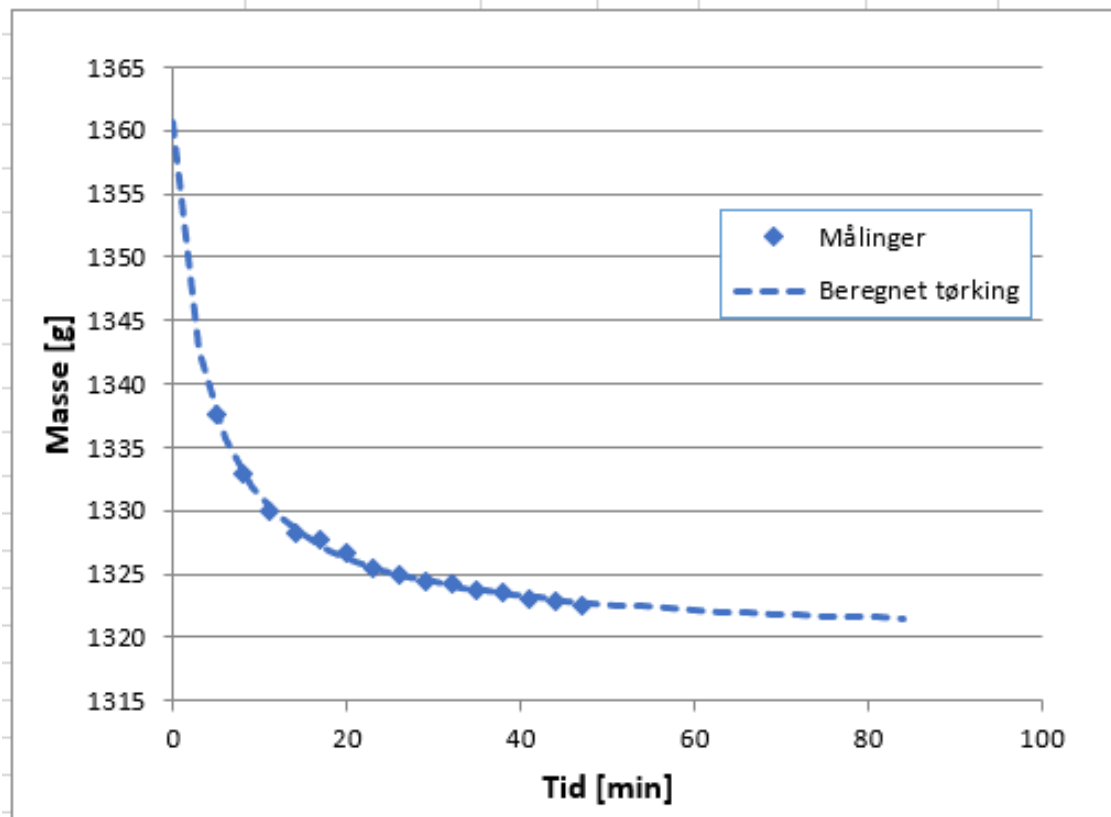
- Veiing av veiekøye over tid ved lufttørking



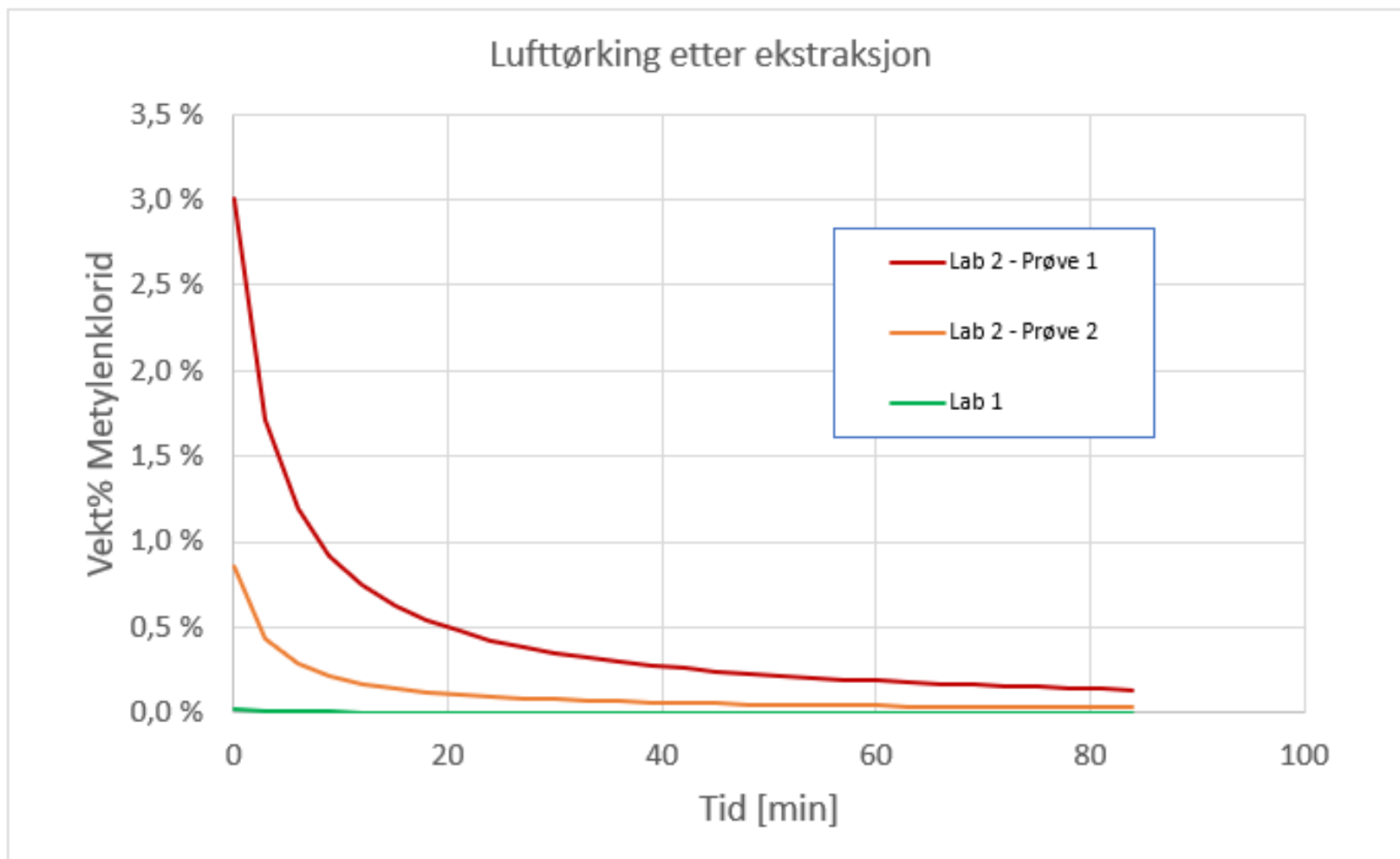
Endringen i grafen tilsvarer  
10 min: + 0,02 % Bindemiddel  
1 døgn: + 0,05 % Bindemiddel

# Lufttørking for et av laboratoriene med ekstremverdi

Modelltilpasning og beregnede data		
Optimalisert med problemløserfunksjonen		
Tørrvekt	mt	1319,71 [g]
Metylenklorid i våt køye	mV_0	40,99 [g]
Halvtørrtid	b	3,84 [min]



## Sammenligning av «normal» tørking med «ekstrem» tørking

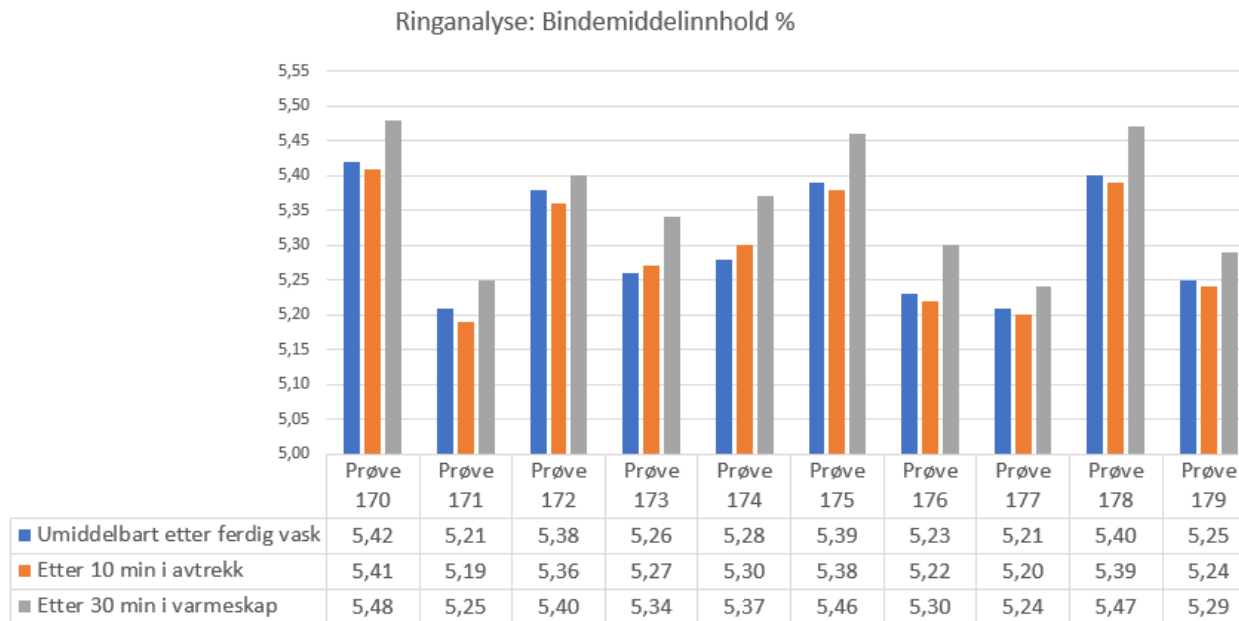


# Sluttstatus er definert, men ikke før-status

- Tørking er standard
  - De som tørker, spør
    - Hvordan måler vi uten å tørke?
    - Når tar vi ut prøven?
    - Venter vi til destillasjon er ferdig?
    - Når veier vi prøven før tørking?
    - Skal det lufttørkes eller ikke?
- Forhold som ellers ikke nødvendigvis har betydning, kan få det, når det ikke tørkes i ovn
  - Vaske og gjenvinningsprosedyre er ikke spesifisert i ringanalysen
    - Har det, eller andre forhold, betydning for hvordan prøven er når den tas ut?

# Studere veiekøye og sentrifugesylinder, hver for seg

- Det er ikke skilt på veiekøye og sentrifugesylinder i ringanalysen
  - Vi har noen rådata tilgjengelig (for et utvalg av laboratorier)
- Sentrifugesylinder: Samlet sett er det observert marginal endring ved tørking i varmeskap. En del stokastisk endring (begge veier) er observert.
- I ringanalysedataene under ser man en nedgang i estimert bindemiddel etter 10 minutter lufttørking. Det skyldes i hovedsak høyere! fillervekt. Denne endres lite ved tørking i varmeskap. Den økte bindemiddelmengden etter varmeskap skyldes lavere vekt av køye.



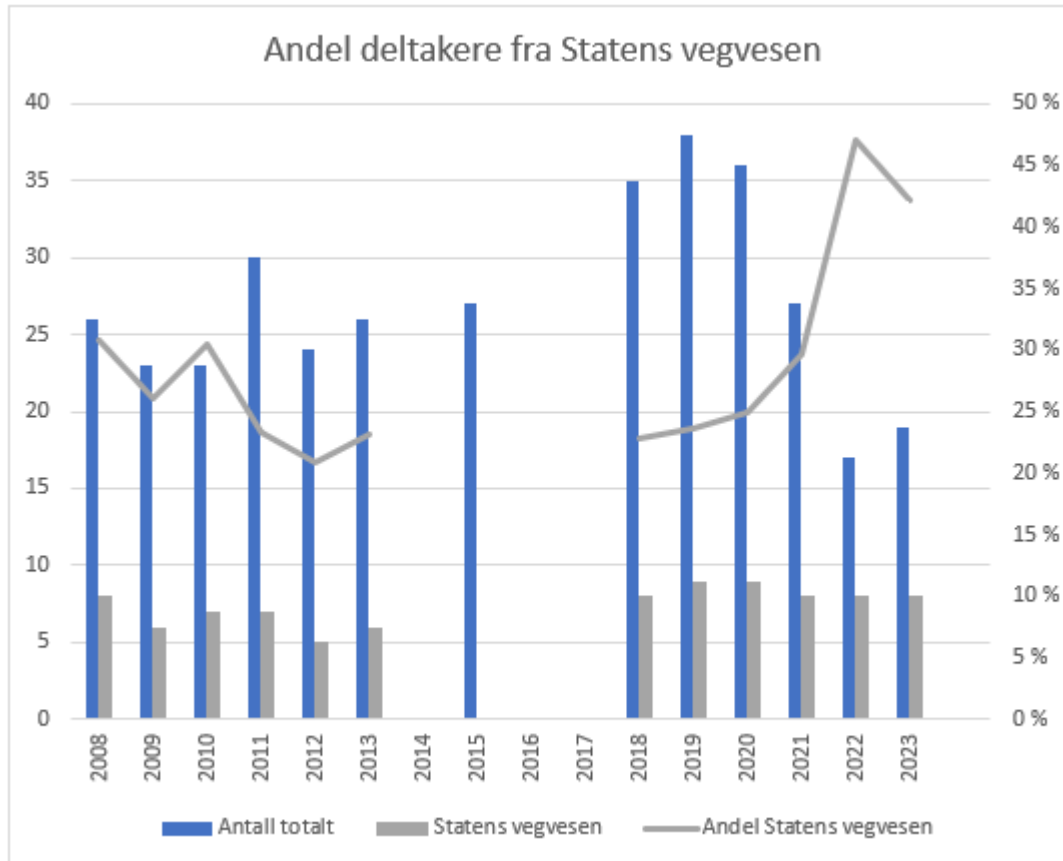
# Belastning på ulike sikt i Ringanalysen 2023

Overvekt	170	171	172	173	174	175	176	177	178	179
22,4 mm	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok
16,0 mm	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok
11,2 mm	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok
8,0 mm	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok
4,0 mm	ok	ok	16 %	ok	ok	12 %	3 %	ok	14 %	10 %
2,0 mm	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok
1,0 mm	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok
0,5 mm	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok	ok
0,25 mm	ok	ok	ok	ok	ok	1 %	ok	ok	ok	ok
0,125 mm	23 %	ok	55 %	ok	7 %	55 %	16 %	20 %	26 %	27 %
0,063 mm	31 %	ok	61 %	ok	18 %	60 %	23 %	25 %	38 %	39 %
Total mengde asfalt	1438,7	1155,4	1711,5	1027,6	1301,5	1665,8	1382,3	1350,1	1498,2	1481,9
Prosent av minste prøve	140 %	112 %	167 %	100 %	127 %	162 %	135 %	131 %	146 %	144 %

- De minste prøvene overholdt «krav» til mengde på alle sikt.
- Variasjonen i mengde asfalt var på 61 % målt fra den minste prøven
- De tyngste prøvene hadde overvekt på 3 (4) sikt



# Bransjedeltakelse – Noen tanker



- Statens vegvesen har stabil deltakelse
- Øvrige deltakere synker
- Andel Statens vegvesen er opp fra 23 % til 45 %
- Statens vegvesen skal redusere antall laboratorier fra 9 til 4
- EBA formaliserer arbeidsgruppe på Lab/Teknisk
- Hvordan påvirker alt dette NAMet-arbeidet?
  - Obs! Ringanalysen er ikke NAMet