

Aðferðir við frekari endurvinnslu malbiks - Endurheimt biks úr malbikskurli

Áfangaskýrsla



Aðferðir við frekari endurvinnslu malbiks - Endurheimt biks úr malbikskurli

Áfangaskýrsla

Mars 2025

Verkefnið er styrt af Rannsóknarsjóði Vegagerðarinnar.

Höfundar:

Edda Sóley Þorsteinsdóttir, Tæknisetri ehf.

Elín Ásgeirsdóttir, Malbikunarstöðinni Höfða

Höfundar skýrslunnar bera ábyrgð á innihaldi hennar. Niðurstöður hennar ber ekki að túlka sem yfirlýsta stefnu Vegagerðarinnar eða álit þeirra stofnana eða fyrirtækja sem höfundar starfa hjá.

Efnisyfirlit

Inngangur	3
Heimildaleit um endurvinnslu malbiks	4
Tækjabúnaður við einangrun biks	6
Innleiðing aðferðar til endurheimt biks	7
Mat á bindiefnisinnihaldi	8
Kornadreifing	9
Niðurstöður mælinga á mýkingarmarki og stungudýpt	10
Lokaorð	11
Viðauki 1. Verklýsing Tækniseturs fyrir endurheimt biks (test procedures)	12
Viðauki 2. Verklýsing Malbikunarstöðvar Höfða á mælingu á mýkingarmarki og stungudýpt. 16	
Viðauki 3. Skýrslueyðublað	18

Inngangur

Um fimmtíuþúsund tonn af malbiki eru notuð í íslensku vegakerfi árlega og endurvinnsla á malbiki er því afar mikilvægt skref til þess að innleiða hringrásarhagkerfið og draga úr losun gróðurhúsalofttegunda. Til þess að geta aukið hlutfall af endurunnu malbikskurli í malbiki er malbiksframleiðendum skylt að fylgja staðli ÍST EN 13108-8:2016. Til þessa hefur sjaldan reynt á það að öllu leiti, sé það gert hafa rannsóknir sem krafist er af staðlinum verið framkvæmdar erlendis, sökum aðstöðuleysis íslenskra malbiks rannsókna. Í þessu verkefni verða malbikssýni úr íslenska vegakerfinu prófuð með því að fylgja eftir staðlinum ÍST EN 13108-8 og athugað hvaða flöskuhálsar eða fyrirstöður gætu leynst í verkferlinu.

Tilgangur verkefnisins er að auðvelda malbiksframleiðendum notkun á endurunnu malbiki og auka þar af leiðandi hlutfall þess í vegakerfi landsins. Í verkefninu verða allir verkþættir staðalsins um endurvinnslu malbiks ÍST EN 13108-8:2016 framkvæmdir og skoðað hverjar helstu fyrirstöður og/eða flöskuhálsar þessara prófana eru fyrir malbiksiðnaðinn hérlandis. Verkefnið styður við nauðsynlega innviðauppbýggingu tækja, en ekki síður þeirra sérfræðiþekkingar sem nauðsynleg er til að framfylgja alþjóðlega viðurkenndu verkferli.

Markmiðið er að í framhaldi af þessu verkefni verði hægt að framkvæma prófanir á endurunnu malbiki fyrir þá aðila sem vilja nýta hærra hlutfall á endurunnu malbiki í bundin slitlög skv. tilskyldum stöðlum að öllu leyti hérlandis. Með því er vonast til að endurvinnsla malbiks muni aukast í takt við stefnu stjórnvalda um innleiðingu á hringrásarhagkerfi og aðgerðaráætlun stjórnvalda um að draga úr losun gróðurhúsalofttegunda frá mannvirkjaiðnaðinum.

Heimildaleit um endurvinnslu malbiks

Endurvinnsla og endurheimt á biki úr endurunnu malbiki (Reclaimed Asphalt Pavement - RAP) er mikilvægur þáttur til að auka sjálfbærni í vegagerð. Á heimsvísu er endurunnið malbik víða notað til að draga úr notkun á fersku steinefni, biki og íblöndunarefnum og draga þar af leiðandi úr umhverfis fótspori við malbiks framleiðslu. Skilvirkni endurvinnslu malbiks er háð því að af nákvæmni sé hægt að greina magn og eiginleika biksins í endurunna efninu og blanda hið endurútlagða malbik út frá því¹.

Staðlaðar aðferðir við endurheimt biks

Endurheimt biks og greining þess er nauðsynlegur þáttur til að stuðla að auknum sjálfbærari starfsháttum í vegagerð vegna aukinnar innleiðingar á endurunnu malbiki (RAP). Staðlarnir EN 12697-1 og EN 12697-3 lýsa ítarlega þeim aðferðum sem eru viðhafðar við mælingar á bikinnihaldi og einangrun biks úr leysi með hverfieimingu (rotary evaporator) og bik skilvindu. Þessi aðferðafræði tryggir nákvæmni og samræmi við einangrun á biki úr endurunnu malbiki til að meta magn og eiginleika biksins, sem veitir stöðugleika í gæðum á meðan framleiðslu stendur og eftir útlögn á malbiki.

Við endurheimt á biki koma nokkrar staðlaðar aðferðir til greina:

1. Bik skilja og hverfieiming: Þetta er algengsta aðferðin. Í bik skilvindu er bikið þvegið úr steinefnunum með leysi og leysirinn síðan skilinn frá með eimingu við undirþrýsting.
 - Hverfieimingartækni (rotary evaporator) er sérlega öflugt í að lágmarka oxun biksins þegar leysiefnið er aðskilið frá bikinu.
 - EN 12697-3 leggur áherslu á mikilvægi þess að ekki sé meira en 0,5% af steinefnaleifum í endurheimta bikinu sem getur annars valdið skekkju í mati á eiginleikum biksins.
2. Soxhlet skiljun: Þessi eimingaraðferð gefur mjög góða skiljun á bikinu. Hinsvegar getur langvarandi hitun valdið því að bikið verði fyrir öldrunar áhrifum og verði fyrir vikið harðara.
3. Sjálfvirkari mælitækni: Til eru tæki sem gera hvoru tveggja að skilja bik frá steinefnum með leysi og einangra svo bikið og eru aðlöguð EN stöðlunum sem fyrr eru nefndir. Hár kostnaður hefur hins vegar takmarkað mjög útbreiðslu slíkra tækja².

¹ Zhong, H.; Huang, W.; Lin, P.; Zhou, L.; Lv, Q. Critical Considerations and Effective Assessment of Extraction and Recovery Processes of RAP. *Constr Build Mater* **2023**, 403. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.133039>.

² Ma, J.; Dean, G.; Nawarathna, H. M. C.; Hesp, S. A. M. Development and Validation of an Accurate, Precise and Safe Method for the Acceptance Testing of Recovered Asphalt Binder. *Constr Build Mater* **2023**, 409. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2023.133960>.

Ný greiningartæki

Raman litrófsgreining hefur sýnt sig að vera hentugt til að greina samsetningu á endurheimtu biki:

- Kostir: Raman tækið greinir alifatískar og arómatískar sameindir og gefur innsýn inn í mögulegar breytingar á efninu vegna öldrunar eða íblöndunarefna (t.d. ef eiming á leysiefninu hefur ekki tekist nógu vel).
- Takmarkanir: Há flúrljómun biks getur truflað merkið sem tækið greinir. Að auki mælir Raman litrófsgreinir bara yfirborðið sem getur haft aðra samsetningu en efnið í heild sinni. Viðbótar greininga gæti því verið þörf fyrir alhliða greiningu, aðferða líkt og FTIR og TGA.

Þróun í leysiefnum og endurheimt

Val á leysi skiptir miklu máli þegar endurheimta á bik. Hefðbundnir leysar líkt og díklórmetan og þríklóréthýlen eru skilvirkir en eru þekktir fyrir eitrunaráhrif sem og slæm umhverfisáhrif. Ný "græn leysiefni" eins og HD PRO eru með minni eitrunaráhrif en samt sem áður áhrifarík við aðskilnað á biki og steinefnum. Grænni leysiefni eru að verða sífellt algengari eftir því sem iðnaðurinn færir í átt að sjálfbærari starfsháttum.

Þróun í greiningu á eiginleikum bindiefna

Það er farið að gera fleiri mælingar en áður á eiginleikum bindiefna, mælingar á flæðieiginleikum (Dynamic Shear Rheometer) sem veitir áveðna innsýn inn í viskóelastíska flæðieiginleika á ákveðnu hitastigsbili. Karbónýl index (IC=0) úr FTIR litrófi hefur einnig aukið getu okkar til að greina öldrun biksins af meiri nákvæmni. Með Raman litrófsgreiningu er hægt að kortleggja staðbundinn breytileika í efninu og getur það verið lykillinn að því að skilja staðbundna öldrun í endurunnu malbiki.

Helstu áskoranir og framtíðarsýn

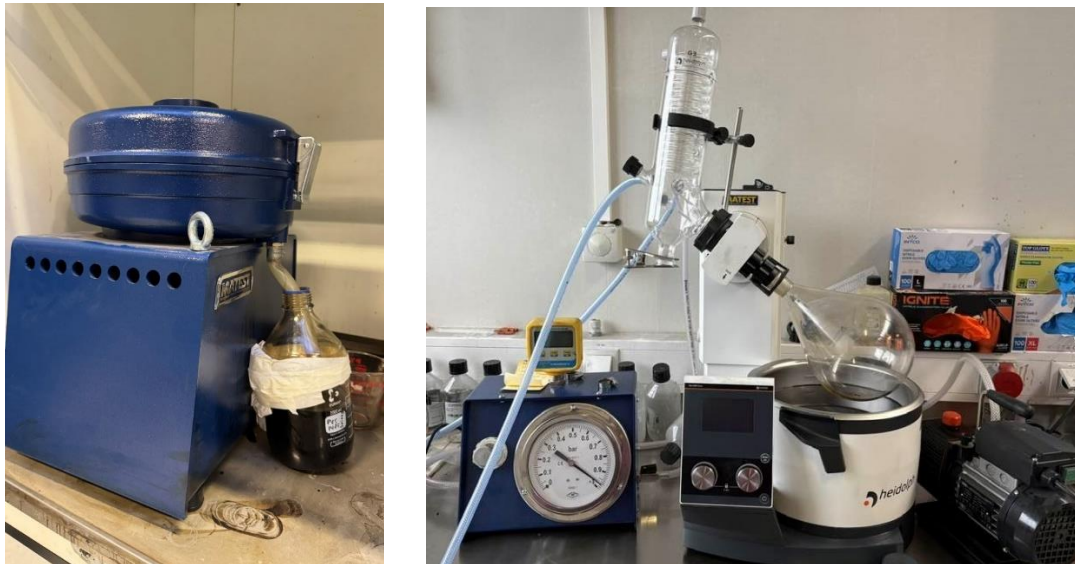
Þrátt fyrir miklar framfarir í greiningum á biki til að styðja við endurvinnslu eru ennþá nokkrar áskoranir til staðar:

- Tryggja algjöran aðskilnað á biki og leysiefni án þess að valda of mikilli öldrun vegna hita.
- Þróa staðlaðar aðferðir til að samþætta háþróa tækni líkt og Raman litrófsgreini inn í venjubundið gæðaeftirlit.
- Takast á við fjölbreytni í því malbiki sem kemur til endurvinnslu, sem getur haft áhrif á gæði endurunna efnisins sem lagt er út.

Með því að beita hátækni greiningaraðferðum í bland við hefðbundnari aðferðir, FTIR, TGA, DSR og Raman litrófsgreininum, er hentug leið til að yfirstíga þessi vandamál. Slíkar aðferðir geta veitt betri skilning á eiginleikum bindiefna og rutt leiðina að skilvirkari og sjálfbærari endurvinnsluaðferðum á endurunnu malbiki (RAP).

Tækjabúnaður við einangrun biks

Enginn búnaður var til hérlandis til endurheimtar biks samkvæmt EN stöðlum og því ekki hægt að innleiða þær aðferðir sem notaðar eru meðal þeirra Evrópuþjóða sem náð hafa árangri í að auka endurvinnslu malbiks. Fyrsta verk þess verkefnis sem skýrsla þessi fjallar um var því að greina hvernig tæki þyrfti að kaupa. Niðurstaðan var sú að Tæknisetur keypti skilvindu og hverfieimingartæki sem voru ætluð í þetta verkefni. Tækjaframleiðandi (Matest) staðfestir að tækin sem keypt voru séu gild í prófanir samkvæmt þeim stöðlum sem farið er eftir.



Mynd 1. Skilvinda (til vinstri) og hverfieimingartæki (til hægri) á rannsóknarstofu Tækniseturs.

Skilvindan (mynd 1. vinstra megin) getur tekið mest 3 kg af fræstu malbiki í einu. 0,5 - 1,0 kg af efni gefur nægt bik af sér fyrir mælingar á mýkingarmarki en fyrir mýkingarmark og stungudýpt þarf a.m.k. 3,0 - 6,0 kg af efni (það fer þó eftir magni biks í malbikinu). Þessi stærð er einnig nóg til mælinga á bik prósentu þar sem notast er við staðlana EN 12697-28 og EN12679-1. Stærð sýnis fer þá eftir stærðardreifingu steinefnisins, en fyrir þá stærð sem mest er notuð hérlandis í malbik, stærstu steinar 10-16mm, þá á sýnastærðin við mælingar að vera 1000-2000 grömm.

Hverfieimingartækið (mynd 1. hægra megin) er notað til þess að aðskilja bikið frá leysinum með minniháttar líkum á að eiginleikar biksins breytist. Prófið er framkvæmt með því að eima leysinn úr bikinu og einangra þar með bikið til frekari prófana. Til þess að eimingin geti átt sér stað þarf að vera hitabað með olíu sem hægt er að hita nægilega mikið til þess að leysirinn nái að gufa upp í kælispiralinn og ofan í safnflöskuna og eins vacuum dæla til að mynda lofttæmi.

Hverfieimingartækið samanstendur af eftirfarandi hlutum:

- Hverfieimingartækið (Mynd 1, hægra megin).
- Vacuum dæla
- Slöngur sem taka vatn bæði inn og út úr kerfinu.
- Gler kælisprall.
- Kúlulaga uppgufunarflaska (3000 mL, 2000 mL og 1000 mL).
- Safnflaska 1000 mL (tekur við leysinum sem skilst frá)
- Hitabað með stafrænum stillingum fyrir snúning og hita.
- Vacuum mælir

Við innleiðingu prófunaraðferðarinnar þurfti að ákveða hvaða leysir yrði notaður. Rétt þótti að fylgja staðlinum sem gefur valkost á átta leysum til þessa verks, fremur en að vera nýmóðins með umhverfisvæna leysa. Fyrir valinu varð tetraklóretýlen (C_2Cl_4) leysir, einnig kallaður perklóretýlen, sem hefur hæst suðumark þeirra leysa sem staðallinn býður upp á og því einnig minnsta uppgufun. Það var talið jákvætt fyrir vinnuumhverfið þótt vissulega þurfi starfsmenn samt að vera með grímu með kolafilter á meðan unnið er við einangrun biksins.

Innleiðing aðferðar til endurheimt biks

Malbikunarstöðin Höfði útvegaði útvegaði þurrkað fræst malbik til prófunar. Efnið er blanda af Hylit og íslensku steinefni (mynd 2).



Mynd 2. Endurunnið malbikssýni.

Fylgt er verklýsingu fyrir einangrun biks úr staðlinum EN 12697-3:2013. Lýsing á framkvæmdinni hjá Tæknisetri er í Viðauka 1. Engar prófanir eru gerðar við endurheimt

biksins, engar mæliniðurstöður eða mat á nákvæmni. Samt gerir staðallinn kröfur um að hverju biksýni fylgi skýrsla, skýrslueyðublað er sýnt í Viðauka 3.

Sýnið, 1,5 kg af malbiki var látið standa í leysinum (látið fljóta yfir sýnið) í eina klst., og svo í framhaldi 200 mL af leysi hellt ofan í skilvinduna eftir skilgreindu ferli þar til lausnin sem vandan skilaði af sér var hér um bil glær að lit. Það var til merkis um að steinefnið í vindunni væri biklaust. Síðan var leysiefnið eimað úr í samræmi við lýsingu á fyrsta fasa eimingar í staðlinum EN 12697-3. Suða var þá ekki lengur sjáanleg í bikinu. Það var sent til Malbikunarstöðvarinnar Höfða til prófunar. Í ljós kom að það var enn mjög mýkt af leysiefni (og í litlu magni), þessi milda eiming var ófullnægjandi og ekki tókst að framkvæma gildar mælingar.

Tafla 1. Eiming á tetraklóretýlen (suðumark 121°C) úr biki skv. ráðleggingum EN 12697-3

Fyrsti fasi		Annar fasi		Auka
T1	P1	T2	P2	T3
110°C	40 kPa	160°C	2,0 kPa	180°C

Æskilegt er að hitaálag á sýnið sé sem minnst við eiminguna, eimingarfasar ekki fleiri en þörf er á. Ferlið var endurtekið og nú eimað samkvæmt lýsingu á fösum 1 og 2 (tafla 1) (magn á endurheimtu biki var um 73-80 grömm). Hitaálag er nú meira á sýnið og meiri hætta á einhverri oxun. Bikið var greint í Raman tæki og sýndi það ekki merki um tilvist leysiefna. Ljóst þótti að ekki væri þörf á að taka aukaskref í eimingu við 180°C. Malbikunarstöðin Höfði mældi þá mýkingarmark, sýnið dugði ekki fyrir mælingu á stungudýpt.

Við þriðju prófun var skiljan fyllt, 3 kg af malbiki voru skilin, leysiefnið eimað frá í tveimur þrepum og sent til Malbikunarstöðvarinnar Höfða til mælinga (magn á endurheimtu biki var um 124 grömm). Raman tæki gaf til kynna að ekki væri leysiefni til staðar í sýninu. Nægði það magn til að mæla bæði mýkingarmark og eina stungudýpt (nota má sama sýnið í stungudýpt og mýkingarmark).

Mat á bindiefnisinnihaldi

Sú aðferð sem mest er notuð við mat á magni bindiefnis er að brenna það burt og mæla hvað sýnið léttist. Með þeirri aðferð fékkst að bik-prósentan væri 5,5%

Hægt er að fá mat á bik-prósentuna með því vigta það bik sem fæst úr einangruninni á því. Þessari aðferð er lýst í EN 12697-1:2020 lið 5.5.3. Þarna verður þó sýnileg rýrnun á bikinu því þegar bikinu er hellt úr eimingarflöskunni í mæliglas varð eitthvað bik eftir í flöskunni. Því er ljóst að þessi aðferð gefur lágt gildi. Í þessu tilfelli þá fengust 73-80 g af biki úr 1,5 kg af endurunnu malbiki sem samsvarar 4,9-5,3% af biki. Staðallinn kallar þessa aðferð „magn leysanlegs biks“ því stundum er malbik einnig með einhverjum óleysanlegum bindiefnum sem mælast þá ekki.

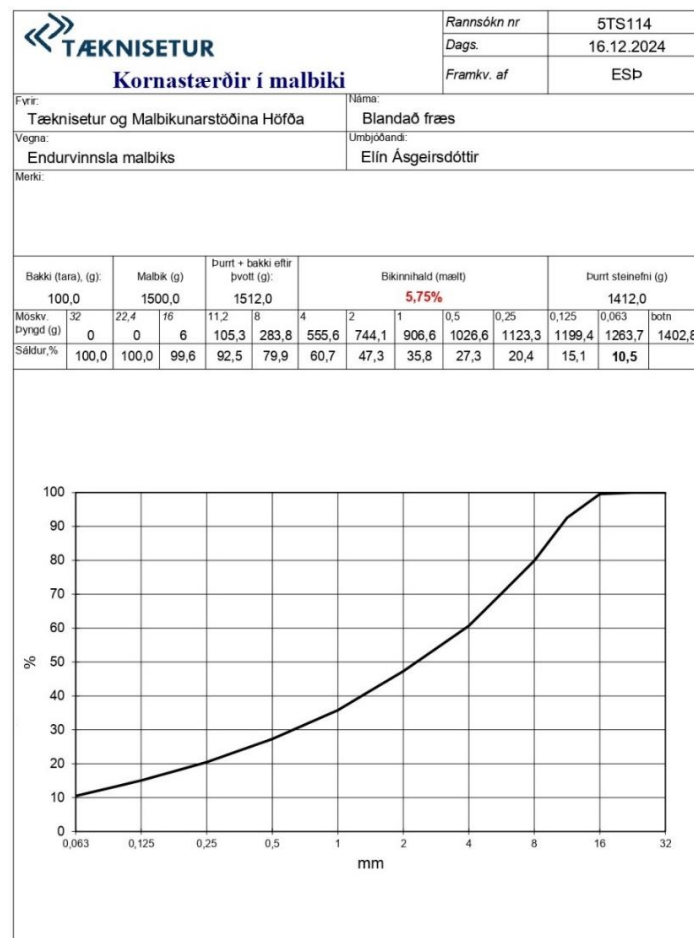
Þriðja aðferðin sem notuð hefur verið er að vigta malbikið fyrir skilvinduna og svo steinefnið eftir að bikið hefur verið þvegið úr í skilvindunni. Þessari aðferð er lýst í EN 12697-1:2020 lið 5.5.2. Þarna er hins vegar hætt við að fínefni tapist ýmist í skiljunni og við sigtun á efninu og gildið því nokkuð hátt. Niðurstaðan fyrir þetta sýni er að bindiefnisinnihaldið sé 5,75%.

Svolftíll munur er á mældu bindiefnisinnihaldi eftir því hvaða aðferð er notuð til að mæla það og eðlilegar skýringar á því. Það er samt væntanlega ekki aðalmálið hvaða aðferð er notuð, heldur að sama aðferð sé alltaf notuð og forskrift sem þróuð er fyrir íblöndun við endurvinnslu á malbiki taki mið af einni og sömu aðferðinni við mælingar á bindiefnisinnihaldi.

Kornadreifing

Ýmsar prófanir þarf að framkvæma á endurunnu malbiks fræsi ef ætlunin er að endurnýta það í umferðarþyngri vegi í meira magni en leyfilegt er í dag, þar á meðal er kornadreifing. Kornadreifingu þarf að framkvæma á endurunnu malbiks fræsi sem nýta á í nýtt malbik, hún er nauðsynleg þegar hanna á nýja malbiks blöndu. Kornadreifing er framkvæmd samkvæmt staðlinum EN 933-1:2012

Kornadreifing var gerð á steinefni (mynd 2.) sem hreinsað var í fyrstu keyrslunni. 1.5 kg af fræsi var þvegið í tetraklóretýlen (C_2Cl_4) (sjá verklýsingu í viðauka 1.). Efnið var vigtað fyrir aðskilnaðinn og svo þvegið steinefni vigtað eftir aðskilnað fyrir bik-prósentu mælingu (aðferð: EN 12697-1:2020 liður 5.5.2.), kornadreifing var svo gerð í framhaldinu (mynd 3.). Sú pappír sem notaður er á milli loks og skálar þarf að ofnpurrka og vigta við stofuhita fyrir prófið og svo eins eftir prófið ofnpurrkaðan ($110^{\circ}C \pm 5$) við stofuhita. Bursta svo vel af honum efnið sem festist á/í honum í bikskilju ferlinu ofan í steinefnið fyrir vigtun (til að tapa sem minnst af efni úr kornakúrfunni). Mismunurinn á sú pappír fyrir og eftir er svo bætt við viktina á steinefninu til að fá bik prósentuna.



Mynd 3. Kornadreifing malbiks fræs sem var rannsakað í þessari tilteknu rannsókn.

Niðurstöður mælinga á mýkingarmarki og stungudýpt

Malbikunarstöðin Höfði mældi mýkingarmark á biksýni sem Tæknisetur endurheimti í annarri tilraun og fór í gegnum tveggja fasa eimingu.

Tafla 1. Niðurstöður mýkingamarks mældar 23.01.2025 en ekki náðust marktækar mælingar á stungudýpt þar sem skorti á magn sýnis

Sýni	Niðurstöður mýkingamarks mælinga
Hægri:	45,4 °C
Vinstri:	42,4 °C
Munur:	3,0 °C
Meðaltal:	43,9 °C

Lágt mýkingarmark benti til þess að mögulega væri leysir enn til staðar.

Tæknisetur endurheimti síðar bik úr stærra sýni sem fór í gegnum tveggja fasa eimingu sem lýst er í staðli. Malbikunarstöðin Höfði mældi þá bæði mýkingarmark og stungudýpt og fengust trúverðugar niðurstöður.

Tafla 2 niðurstöður mýkingamarks mældar 13.02.2025 og stungudýpt mæld 18.02.2025

Sýni	Niðurstöður mýkingamarks mælinga
Hægri:	55,9 °C
Vinstri:	55,5 °C
Munur:	0,4 °C
Meðaltal:	55,7 °C

Sýni	Niðurstöður stungudýptar mælinga
1	30
2	30
3	31
4	32
Meðaltal:	31

Lokaorð

Við skoðun á hverjar væru helstu fyrirstöður og/eða flöskuhálsar í að taka upp alþjóðlaga viðurkennt verkleg við mikla íblöndun endurunnins efnis í malbik var niðurstaðan sú að það væri skortur á aðstöðu til að endurheimta bik úr fræs. Með þessu verkefni, kaupum á skilvindu og hverfieimingartæki og innleiðingu aðferðar við endurheimt biks hefur þeirri fyrirstöðu verið rutt úr vegi.

Aðferðafræðin sem hér hefur verið innleidd við að endurheimta bik og mæla mýkingarmark og stungudýpt virðist áreiðanleg. Raman litrófsgreininn samhliða FTIR styður þá niðurstöðu að tveggja fasa eiming dugi, að ekki þurfi að hækka hitastigið í eimingunni umfram 160°C. Hafandi innleitt þetta ferli styður við þá vegferð að auka notkun endurunnins malbiks og þróun í sjálfbærri vegagerð. Þetta verkefni er þó aðeins byrjunin á þeirri leið, næst þarf að þróa uppskriftir af endurunnu malbiki með íblöndun sem vegur á móti þeirri öldrun sem efnið hefur orðið fyrir í fyrra lífi. Hvaða flöskuhálsar þá koma í ljós er erfitt að segja, en þeir verða greindir næsta árið og leitast við að komast hjá þeim.

Í upphafi verkefnis voru nokkrar áhyggjur hjá þátttakendum um að kostnaður við ferlið yrði hár og að það geti í einhverjum tilfellum verið full tímafrekt og tafið framkvæmdir. Það væru hindranir. Í því sambandi þarf að skoða að hvaða marki mælingar á mýkingamarki duga og hvenær þurfi líka að taka stungudýptina og jafnvel aðrar mælingar. Við endurheimt biks til mýkingarmarksmælinga ætti að jafnaði að duga að skilja 0,5 kg af fræsi á meðan 3-6 kg þarf fyrir stungudýpt, mun tímafrekara og kostnaðarsamara ferli við aðskilnað og eimingu.

Vonast er til að það ferli sem unnið er að þróun á geti á komandi árum stutt við stefnu veghaldara um að styðja við hringrásarhagkerfið og lækka sótspor sitt.

Viðauki 1. Verklýsing Tækniseturs fyrir endurheimt biks (test procedures)

1. Upplýsingar frá verkkaupa

1.1

Er sýnið þurrt eða þarfnast það þurrkunar Tækniseturs?

Hvernig lýsir verkkaupi sýninu?

Er beðið um aðra þjónustu Tækniseturs en endurheimt biks?

Er áætlað bikinnihald nægilega hátt til að 3 kg af malbiki dugi fyrir þær mælingar sem verkkaupi hyggst gera?

Ætlar verkkaup hugsanlega einungis að mæla mýkingarmark og þarf þá mun minna bik?

2. Undirbúningur

2.1 Meðhöndlun og söfnun sýna:

Uppistaða endurunnins malbiks (RAP) er malað efni eldri vega sem fræstir hafa verið upp á stöðum þar sem leggja á út nýtt malbik. Tryggja þarf að endurunna malbikssýnið sé einsleitt með því að taka sýni úr mismunandi stöðum í haugnum (efst, miðju og neðst), í samræmi við kröfur ÍST EN 12697-28:2020. Við geymslu á efni skal hafa það á þurrum og hreinum stað áður en frekari prófanir og vinnsla á sér stað.

2.2 Forvinnsla sýna: Þurrkun

Þurrka skal sýnið við 25°C til að losa í burtu allan raka sem kann að vera í sýninu sem gæti haft áhrif á aðskilnaðinn. Ef það er ennþá raki í sýninu þegar aðskilja á bikið frá getur það torvelað að leysirinn nái að leysa bikið.

2.3 Val á leysi og undirbúningur

Staðalinn EN 12697-3 gefur upp valmöguleika á nokkrum gerðum af leysum sem má nota við aðskilnað. Tekin var sú ákvörðun að nota leysinn tetrachloroethylene (C_2Cl_4) einnig nefndur perklóretýlen. Tetrachloroethylene er mjög eitrað efni og verður því að nota eftirfarandi hlífðarbúnað ásamt því að vinna með efnið í vel loftræstu rými.

- Kolagrímu
- Hlífðargleraugu
- Hanska (einnig hitapolna hanska)
- Vinnuslopp

3. Bikskiljuferli

3.1 Undirbúningur fyrir aðskilnað á biki og steinefnum.

Opna skilvinduna með því að losa ytra og innra lokið Vigta skal að hámarki 3000g af malbiki (nema upplýsingar frá verkkaupa gefi tilefni til að minna magn dugi til) Hella svo um það bil 600 mL (fyrir 1.5 kg) og um það bil 800 mL (fyrir 3.0 kg) af tetraklóretýlen (C_2Cl_4) leysi yfir sýnið í skilvindu skálinni eða þar til leysirinn hylur sýnið. Sýnið er svo látið liggja í bleyti í allt að eina klst áður en skiljun biks frá steinefni hefst (sem auðveldar aðskilnaðinn). Þurrkaður síu hringur við stofuhita er vigtaður fyrir aðskilnað og settur ofan á bikskiljuskálina og stilltur af, innra lokið því næst fest (það er mjög mikilvægt að festa það vel og skorða síu hring þannig að hann sitji jafnt yfir skálinni). Svo að lokum er ytra lokið fest.

Önnur leið til að hraða aðskilnaði á biki og steinefnum er að í stað þess að láta efnið liggja í bleyti í 1 klst við stofuhita skal setja endurunna malbikið með leysinum í skilvinduskálinni ofan í ultrasonic bað við 30°C í 15-20 mín Þetta hjálpar leysinum að smjúga inn í malbikskornin og minnkar talsvert tímann sem það tekur að skilja að bik og steinefni.

3.2 Skiljun biks frá steinefni

- Eftir eina klst er sýnið keyrt af stað og er hraðinn aukinn hægt og rólega þar til hann fer upp í 3600 hringi á mínútu í hverri keyrslu, hraðinn færður niður aftur rólega þegar það minnkar flæðið úr tækinu.
- Bikblandan (leysir og bik) lekur svo ofan í safnflösku sem er stillt undir slöngu sem liggur frá tækinu. Gott að nota 2 lítra flösku til að taka á móti leysi og bikinu (mynd 1. Vinstra megin).
- Í hverja viðbótar keyrslu skal setja 200 mL af leysi (C_2Cl_4) og keyra hraðan rólega upp í 3600 hringi á mínútu á nýjan leik.
- Ferlið er endurtekið þar til að búið er að tryggja að allt bik sé aðskilið frá steinefninu sem er gert með því að fylgjast með og sjá til þess að leysirinn sem kemur frá bikskilju tækinu sé um það bil glær. Þessar endurteknu keyrslur með smáum viðbótum á leysi í bikskilju eru mikilvægar til að ná hreinni bindiefnislausn sem hentar vel til endurheimtar á biki.
 - Svart/brúnleitt → Halda áfram að bæta við leysi
 - Gulleitt/glært → Aðskilnaði er lokið
 - Skýjaður leysir (með fínum ögnum) → Stoppa til að koma í veg fyrir mengun

4 Endurheimt á biki úr leysi

4.1 Uppsetning á safn- og uppgufunarflösku

Gæta þarf að uppgufunarflaskan sé hrein og þurr áður en bik-leysi blandan er sett ofan í. Passa að setja alls ekki meira en 500 mL af lausn í flöskuna til að koma í veg fyrir hvelsuðu og að hún skjótist upp í kælispíralinn gott að miða við max 400 mL (nota 3000 mL föska í verkið). Setja því næst uppgufunarflöskuna með blöndunni á gler snúnings skaftið og festa með áfastri klemmu og lækka hana niður í olíubaðið. Festa svo að lokum safnflöskuna með sértækri járn klemmu á kælispíralinn. Tryggja þarf að öll samskeyti séu loftþétt með því að nota hitaþolið vaselín, passa þetta sérstaklega vel á glersnúnings skaftinu sem uppgufunarflaskan tengist við þar sem flaskan getur orðið föst þar.

4.2. Kæling

Kælislöngur (bláar slöngur á mynd 1. hægra megin) eru tengdar við sitthvorn stútinn á kælispíral. Annars vegar við Inntak sem er tengt við kaldavatnslögn og hins vegar við frárennsli sem skilar út vatni í vaskinn sem er búið að fara í gegnum kælispíralinn. Kveikja þarf á krana við kaldavatnslögn sem er tengdur við tækið og passa að það sé stöðugt, rólegt flæði til að koma í veg fyrir ofhitnun á kerfinu (passa þó að hafa ekki of mikinn kraft á vatninu). Köldu vatninu er dælt í gegnum spíralinn til kælingar allan tíman á meðan keyrsla á sér stað.

4.3 Hitabað

Fylla hita baðið með viðeigandi vökva, oftast olía, sem var notað við þessa prófun til þess að geta hitað leysinn nægilega upp (ekki þörf á að tæma hitabaðið eftir próf).

Í fyrsta fasanum var hitastigið á olíunni stillt á $110 \pm 5^\circ\text{C}$, baðið þarf að ná 110°C áður en kveikt er á snúningnum.

4.4 Kveikja á snúning og loft dælu

Þegar hitinn hefur náð $110^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ er fyrst kveikt á loft dælunni og svo snúningnum (oftast 70 ± 15 hringir á mínútu) til að mynda þunna filmu fyrir skilvirkari uppgufun og í framhaldinu er skrúfað varlega fyrir tappann neðst á kælispiralnum til að hefja eimun.

4.5 Tæma uppsöfnunarflösku milli keyrslna

Tæma þarf uppsöfnunarflöskuna þegar magnið í henni nær upp á um það bil miðja flösku. Til þess að tæma hana þarf að byrja á að opna varlega fyrir skrúfu tappann neðst á kælispiralnum, slökkva á snúning og hækka upp uppgufunarflöskuna svo að lokum slökkva á vacuum dælunni. Þegar það á að kveikja aftur á tækinu og hefja aðskilnað á nýjan leik er farið öfuga leið við þegar slökkt var. Kveikt á dælu, snúning/lækka flösku niður og svo loka fyrir tappann. Í þessu ferli er hægt að bæta bik/leysi blöndu á uppgufunarflöskuna ef það er lítið í henni og á ennþá eftir að aðskilja meira efni. Leysir sem er búið að aðskilja er hellt í hreint ílát sem svo má endurnýta þegar aðskilja á bik frá steinefni næst.

4.6 Fyrsti fasi uppgufunar

Viðhalda þarf hitastiginu $110 \pm 5^\circ\text{C}$ og vacuum þrýstingnum 40 kPa í fyrri fasanum á meðan mesta megnið af leysinum er eimaður úr. Hægt er að hafa þrýstinginn 2,0 kPa í fyrri fasanum þegar 3000 mL flaskan er notuð og ekki meira magn en 400 mL af leysi/bik blöndu í henni við eiminguna til að tryggja að ekki verði hvelsuða með 2 kPa þrýsting og miklu magni af leysi. Fylgjast þarf með þéttingu leysisins í móttökuflöskunni (að hann sé tær í botninum) og eins vacuum mælinum til að viðhalda ákjósanlegum þrýsting.

4.7 Seinni fasi uppgufunar

Eftir að búið er að aðskilja mesta magnið af leysinum úr blöndunni er hitastig olíunnar hækkað upp í $160 \pm 5^\circ\text{C}$, og þrýstingur á vacuum dælu lækkaður enn frekar niður í 2,0 kPa til að losna við restar af leysinum eða halda áfram með 2,0 kPa þrýsting ef sú stilling var notuð í fyrri fasanum. Mikilvægt er að nota minni uppgufunarflösku (1000 eða 2000 mL flöskurnar) í seinni fasa eimingar til að minnka líkur á að tapa biki vegna þess hve seigja þess er há (bikið þekur þá minna yfirborð í flöskunni og minna efni tapast þar af leiðandi). Hérna er hitinn aukinn í $160 \pm 5^\circ\text{C}$ og þrýstingur hafður 2 kPa. Tímalengd sem fer í seinni fasa eiminguna á að miðast við 10-15 mínútur. Mikill hiti í langan tíma ($>160^\circ\text{C}$) getur valdið oxun á bikinu. Þegar búið er að aðskilja allan leysi úr sýninu og hella bikinu í hreint ílát er mögulegt að setja meiri leysi í flöskuna og losa um bikið sem sat eftir sem er oft þó nokkuð magn og eima aftur til að ná í rest af bikinu. Þá þarf að hækka aftur þrýstinginn í 40 kPa (eða hafa þrýstinginn áfram í 2,0 kPa) og lækka hitann í $110 \pm 5^\circ\text{C}$ og eima leysinn úr. Þegar mest af leysinum er uppgufaður skal hækka hitann aftur og lækka þrýsting (ef á við). Fylgjast þarf með suðunni í sýninu, þegar það hættir að sjóða er búið að eima allan leysinn úr bikinu.

5 Eftirvinnsla og frágangur á tækjum

5.1 Opna fyrir loftið

Losa varlega skrófu tappann neðarlega á kælispíralnum til að koma í veg fyrir skyndilega suðu. Slökkt er á snúning, uppgufunarflaska hækkuð upp og að lokum slökkt á vacuum dælunni. Hreint ílát er núllstílt á vog og endurheimta bikinu er strax hellt ofan í hreint ílát. Geyma þarf bikið í vel lokuðu íláti, í dimmu umhverfi við stofuhita til að forðast oxun.

5.2 Hreinsa kerfið

Skola kælispíralinn og slönguna með leysi til að fjarlægja leifar ef einhverjar eru. Og að lokum skal slökkva á vatnskælingunni og aftengja vacuum dæluna.

6 Samantekt

- Heildar ferlið, þar með talin aðskilnaður á biki/steinefni og endurheimt á bikinu var lokið á innan við 24 klukkustundum til að minnka líkur á öldrun á bikinu vegna langvarandi snertingar við leysinn.
- Með því að fylgja þessari aðferð tryggir það eins vel og hægt er að endurheimta bikið viðhaldi upprunalegum eiginleikum sínum með lágmarks oxunar- eða hitabreytingum.
- Með því að fylgja þessum nákvæmu skilyrðum varðandi eiminguna er lykilatriði til að fá nákvæmar og endurtakanlegar niðurstöður í síðari mælingum á eiginleikum biks.
- Raman litrófsgreiningu er beitt til þess að meta hvort efnabreytingar á endurheimtu bikinu hafi átt sér stað og flæðiþrófanir til að styðja við niðurstöður Raman's tækisins og tryggja heildstæða greiningu.

Viðauki 2. Verklýsing Malbikunarstöðvar Höfða á mælingu á mýkingarmarki og stungudýpt.

Mælingar á mýkingarmarki og stungudýpt

Mikilvægt er að greina eiginleika biks í malbikskurli til þess að unnt sé að minnka stífni sem ágerist gjarnan við öldrun malbiks. Algengast er að mæla mýkingamark (EN 1427) og stungudýpt (EN 1426) til þess að ákvarða hvernig best megji haga nýtingu malbikskurls.

Mýkingamark ákvarðar hitastig þar sem bik hefur mýkst nægjanlega til að stálkúla komast í gegnum bikið sem steipt hefur verið í stálhring við stýrðar aðstæður. Þetta próf er sérstaklega gagnlegt til að meta hegðun biks við hækkandi hitastig.

Mýkingamark (EN 1427)

Hefðbundin prófunaraðferð (EN 1427):

- sýninu er hellt í tvo staðlaða stálhringi og látið kólna.
- Hringirnir eru settir í fljótandi vatnsbað
- Tvær stálkúlur (3,5 g hvor) eru settar á sýnin, ein á hvorn hring.
- Baðið er hitað upp á 5°C hraða á mínútu.
- Leiser nemur fall kúlunnar og stöðvar mælingu þegar kúlan hefur fallið.
- Hitastig þar sem mýkt biksins gerir kúlunum kleyft að falla 25 mm er skráð sem mýkingamark.

Staðlaðar kröfur:

- Prófunin verður að fara fram á rannsóknarstofu sem er viðhaldið við 25°C ± 0,5°C.
- Vatnsbaðið verður að vera reglulega prófað til að tryggja jafna hitun.
- Prófunarbúnaðurinn, þar á meðal hringir, kúlur og hitamælir, verða að uppfylla staðla.
- Munur á hitastigi tveggja mælinga í sama baði skal vera innan við 3,5 °C sé bik með SBS en 2,0 °C sé bik án SBS.
- Magn sýnis skal vera nægjanlegt til að steypa 4 hringi. Til að forðast endurtekt og skemmdir á sýnum, skal undirbúið sýni ekki vera minna en 10g.

Stundudýpt (EN 1426)

Mælir eiginleika biks með því að ákvarða hversu langt stöðluð nál kemst í gegnum sýnið við fastar aðstæður tíma, álags og hitastigs.

Hefðbundin prófunaraðferð (EN 1426):

- sýninu er hellt í staðlað ílát og kælt niður í 25°C ± 0,1°C.
- 100 g nál er sett á lóðrétt fallstiku
- Nálin er lækkuð þar til hún kemur við yfirborð biks og látin falla í 5 sekúndur.
- Dýpt nálar er mæld í tíunda hluta úr millimetra (0,1mm).
- Þrjár til níu mælingar eru teknar og meðaltal reiknað.

Staðlaðar kröfur:

- Prófunin verður að fara fram á rannsóknarstofu sem er viðhaldið við $25^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$.
- Sýnið verður að vera í vatnsbaði í 60 til 90 mínútur fyrir prófun.
- Prófunarbúnaðurinn, þar á meðal nál og tímamælir, verða að uppfylla staðla.
- Sé niðurstaða ≤ 49 skal munur á milli mælinga vera ≤ 2 , sé niðurstaðan $50 - 149 \leq 4$, sé niðurstaðan $150 - 249 \leq 6$ og fyrir niðurstöðu >250 skal niðurstaðan vera ≤ 8 .
- Til að tryggja að hægt sé að taka nægjanlegan fjölda mælinga skal notast við bolla með 70mm þvermáli og skal hann vera fylltur nægjanlega til að tryggja að lægsta mæling sé a.m.k. 10mm frá botni bolla. Skal undirbúið sýni því ekki vera minna en 200 g. Undantekning, hægt er að nota minna magn en 200 g í stungudýpt ef bikið er stíft, þá getur gild mæling náðst með minna magni, því nálin sekkur minna.

Viðauki 3. Skýrslueyðublað



Endurheimt bindiefnis úr malbiki

Verkkaupi	Malbikunarstöðin Höfði
Lýsing verkkaupa á sýni	Blanda af fræsi (Hylit og íslenskt efni)
Sýnisnúmer TækniSETURs	5TS114
Móttaka sýnis	apríl 2024
Dagsetning prófunar	Des 2024 - feb 2025

Bindiefnið var þvegið úr sýninu með tetraklóretýlen leysi sem síðan er eimaður burt með hverfieimingu (rotary evaporator). Fyrri eimun var við 110°C og 40 kPa þrýsting, seinni eimun við 160°C og 2 kPa þrýsting. Prófunin var framkvæmd skv. staðlinum EN 12697-3:2013+A1.

Dags.

Undirritun

TækniSETUR ehf.
Árleyni 2-8
112 Reykjavík