

Primljen / Received: 15.6.2017.
 Ispravljen / Corrected: 16.11.2017.
 Prihvaćen / Accepted: 15.12.2017.
 Dostupno online / Available online: 10.6.2018.

Lijevani asfalt s dodatkom reciklirane poliuretanske pjene

Autori:



Doc.dr.sc. **Miguel Ángel Salas**, dipl.ing.građ.
 Sveučilište Burgos, Španjolska
 Građevinski fakultet
masalas@ubu.es



Doc.dr.sc. **Heriberto Pérez-Acebo**, dipl.ing.građ.
 UPV/EHU Sveučilište pokrajine Baskije
 Tehnički fakultet u Bilbau, Španjolska
 Odjel za strojarstvo
heriberto.perez@ehu.eus

Pregledni rad

Miguel Ángel Salas, Heriberto Pérez-Acebo

Lijevani asfalt s dodatkom reciklirane poliuretanske pjene

U radu se analizira mogućnost upotrebe reciklirane poliuretanske pjene kao veziva/modifikatora za lijevani asfalt. Rezultati pokazuju da se tvrđi bitumen dobiva s povećanjem poliuretanske pjene do 5 % kada obradivost mješavine postaje nepovoljna. Proizvedena je mješavina lijevanog asfalta s 4 % poliuretanske pjene u bitumenu. Zabilježena je manja vrijednost dubine utiskivanja u usporedbi s uzorkom bez dodatka te je ustanovljeno da se modificirani lijevani asfalt može koristiti na cestama s teškim prometnim opterećenjem. Dobiveni rezultati pokazuju da postoje dobri izgledi za širu primjenu ovog otpadnog polimera.

ključne riječi:

lijevani asfalt, poliuretanska pjena, modifikator bitumena, polimerom modificirani bitumen

Subject review

Miguel Ángel Salas, Heriberto Pérez-Acebo

Introduction of recycled polyurethane foam in mastic asphalt

The aim of this paper is to analyse the suitability of recycled polyurethane (PU) foam as a binder modifier in mastic asphalts (MA). The results show that harder bitumen is achieved with an increasing percentage of PU, up to 5 %, when the workability of the sample becomes poor. A MA mix with a 4 % of PU in bitumen was manufactured. A lower indentation was observed when compared to a virgin sample, and it was established that the modified MA can be used on heavy-traffic roads. These results suggest a promising use of this waste polymer.

Key words:

polyurethane foam, mastic asphalt, bitumen modifier, polymer modified bitumen, indentation test

Übersichtsarbeit

Miguel Ángel Salas, Heriberto Pérez-Acebo

Gussasphalt mit Zusatz von wiederverwertetem Polyurethanschaum

In der Abhandlung analysiert man die Möglichkeit der Verwendung von wiederverwertetem Polyurethanschaum als Bindemittel/Modifizierer für Gussasphalt. Die Ergebnisse zeigen, dass man Hartbitumen durch eine Erhöhung des Polyurethanschaums bis 5% erhält, wenn die Verarbeitbarkeit der Mischung schlecht wird. Hergestellt wurde eine Gussasphaltmischung mit 4% Polyurethanschaum im Bitumen. Verzeichnet wurde ein geringerer Wert der Einpresstiefe im Vergleich zur Probe ohne Zusatz, und es wurde festgestellt, dass der modifizierte Gussasphalt bei Straßen mit einer schweren Verkehrsbelastung verwendet werden kann. Die erhaltenen Ergebnisse zeigen, dass es gute Aussichten für eine breitere Verwendung dieses Abfallpolymers gibt.

Schlüsselwörter:

Gussasphalt, Polyurethanschaum, Bitumenmodifizierer, polymermodifiziertes Bitumen

1. Uvod

Lijevani asfalt (eng. *mastic asphalts* - MA) može se definirati kao gusta mješavina sastavljena od krupnozrnatog agregata i/ili pijeska i/ili sitnozrnatog agregata, i/ili punila i bitumena, pri čemu ta mješavina može sadržavati i aditive [1]. Ona se od ostalih vrsta asfaltnih mješavina razlikuje po sastavu, primjeni i prijenosu opterećenja [1]. Prvo, u pogledu sastava treba napomenuti da su osnovne komponente MA bitumensko vezivo, čiji udio varira od 6,0 M% do 9,5 M% (maseni udio) ovisno o namjeni asfalta [2] (pri čemu uobičajena vrijednost iznosi oko 8 M% [1]), i punilo (materijal veličine zrna $\leq 0,063$ mm) čija količina može iznositi do 30 M% [2]. Dakle, do 40 M% mješavine otpada na bitumenski mort (vezivo + punilo), a preostali se dio mješavine sastoji od krupnozrnatog agregata. Ti se postoci razlikuju od vrijednosti koje se primjenjuju za asfaltni beton (AC), gdje je bitumenski mort zastupljen sa samo 10-15 M% [1]. Drugo, opterećenje se kod MA uglavnom prenosi pomoću krutosti bitumenskog morta, a ne pomoću kostura krupnozrnatog materijala kao što je to slučaj kod AC. I na kraju, MA se može koristi za razne namjene: najviše na pločama mostova, kao sredstvo za hidroizolaciju na ravnim krovovima, te kao kolnički zastor u središtima gradova [3-5]. Od 1960. godine mješavine MA upotrebljavaju se na pločama mostova u Europi i Japanu s obzirom na vrlo dobra hidroizolacija svojstva i veću otpornost na savijanje u usporedbi s drugim materijalima [3]. Osim toga, kada se koristi MA, izbjegavaju se vibracije koje se javljaju tijekom ugradnje uobičajenih AC mješavina, što bi moglo biti pogubno za povijesne građevine u središtima gradova. Ova se mješavina upotrebljava i na pločnicima i biciklističkim stazama gdje se traži debljina sloja od 30 do 50 mm. Ostale namjene MA uključuju primjenu na podnim konstrukcijama zgrada i tvornica, zatim na parkiralištima na krovovima zgrada, na hidrotehničkim građevinama i u okviru izvođenja spremnika [1].

Lijevani asfalt miješa se i proizvodi pri vrlo visokim temperaturama koje variraju u rasponu od 220 °C do 240 °C. Zbog niske viskoznosti, lijevanje se asfalt ne treba zbijati prilikom ugradnje jer nakon lijevanja ima svojstvo samozbijanja [1]. Lijevani se asfalt nanosi pri visokim temperaturama bilo ručno ili pomoću razastirača (finišera) s ravnalicom [6]. Osim toga, kod tog asfalta je udio šupljina ispunjenih zrakom zanemariv.

Sve asfaltirane ceste, pa čak i besprijekorno projektirane i izvedene prometnice, ipak s vremenom propadaju uslijed prometnog opterećenja, starenja materijala ili utjecaja okoline [7-10]. Kako bi se poboljšala svojstva bitumena, tj. usporio proces propadanja, u praksi se vrlo često upotrebljavaju različite vrste aditiva. U tu se svrhu provode ispitivanja različitih vrsta modifikatora. Neke od supstancija koje služe za te potrebe jesu sumpor [11], polifosforna kiselina [12], mineralne kiseline [13], razne vrste voska [14, 15] te polimeri. Polimeri koji se u tu svrhu najviše koriste jesu stiren-butadien-guma (SBR), etilen vinil acetat (EVA) te polietilen (PE). Osim toga, kako je bitumenski mort osnovna komponenta za prenošenje opterećenja,

lijevanom se asfaltu dodaju različiti aditivi – uglavnom voskovi, guma, vlakna, pigmenti i polimeri [2, 6].

S druge strane, proteklih je desetljeća postignut međunarodni konensus o potrebi provođenja mjera u svrhu poticanja što održivijega razvoja isto kao i što prikladnijeg upravljanja prirodnim resursima [19]. Brojna izvješća upućuju na činjenicu da industrijske zemlje proizvode velike količine otpadnog materijala. Općenito, materijali se uzimaju iz prirode, izravno koriste ili prerađuju u konačne proizvode, te se zatim upotrebljavaju i konačno pohranjuju na odlagališta ili spaljuju [20]. Evropska unija poduzima mjere kako bi poboljšala djelotvorno korištenje resursa uz istovremeno smanjenje utjecaja na klimu i okoliš te u tom smislu potiče ponovnu uporabu i recikliranje otpadnih materijala [21]. Neki se otpadni materijali recikliraju tako da se nastoji ponovno izraditi isti proizvod. Međutim, unatoč napretku u razvoju takvih postupaka recikliranja, reciklirani materijali ipak u nekim slučajevima ne mogu udovoljiti kriterijima kakvoće pa se njihovo korištenje ne dopušta. Upravo zbog toga građevinska industrija ima izuzetnu priliku da otpadne materijale pretvoriti u sirovine [20]. Dodatne informacije o tome mogu se naći u odgovarajućoj literaturi [22, 23].

U području cestovnih prometnica, razni otpadni materijali danas se uspješno koriste u izradi kolničkih konstrukcija. Vezano uz recikliranje kolničkih konstrukcija postavljena su dva osnovna cilja: očuvanje prirodnih resursa te poboljšanje svojstava materijala [20]. Ovdje će se razmatrati otpadni materijali koji se danas najčešće upotrebljavaju.

Drobjeni kameni materijal koji se dobiva preradom otpadnog betona nastaje tijekom građenja i rušenja. Taj se materijal najčešće koristi kao krupnozrnati agregat koji se ugrađuje u nosive i tamponske slojeve kolničkih konstrukcija [24]. Uspješni se rezultati također postižu ugradnjom tog materijala u razne asfaltne mješavine [25]. Reciklažni asfaltni materijal (RAP) često se koristi u ponovnoj uporabi, i to naročito za ugradnju u tamponske i bitumenske slojeve [26-29]. Asfaltni beton s velikim udjelom RAP-a ima slične karakteristike kao mješavine s prirodnim agregatom. Istraživana je i primjena stakla u cestogradnji, ali je utvrđeno da ne zadovoljava zbog morfologije čestica [31, 32]. Temeljito je ispitana mogućnost primjene otpadnih guma kako bi se utvrdila mogućnost njihove uporabe u asfaltnim mješavinama. Najzanimljiviji napredak postignut je kod mješavina s dodatkom gumenog granulata koji se može dodati ili bitumenu ili samoj mješavini [33-35]. Otpadna keramika također je zanimljiv alternativni izvor agregata. Takvi su se proizvodi u početku koristili u tamponskih slojevima ili betonskim kolnicima [36, 37], ali postoje i objavljeni materijali koji svjedoče o njihovoj uporabi u splitmastiks asfaltu [38]. U Europi se u području cestogradnje često upotrebljava i čeličanska troska [39]. Zahvaljujući brojnim istraživanjima koja su do sada provedena o polimernim bitumenima, danas nam je dostupan velik broj studija o primjeni otpadnih polimera u cestogradnji [40].

Ovdje će se razmatrati reciklirani polimeri koji se danas najčešće koriste. Reciklirani polietilen-tereftalat (PET) najviše se koristi u cestogradnji kao zamjena za agregat [41, 42] i kao modifikator bitumena te – nakon kemijske obrade – kao sredstvo protiv ljuštenja [43, 44]. Ustanovljeno je da PET ugrađen u splitmastiks asfalt povećava krutost i otpornost tog asfalta na trajne deformacije [45, 46]. Bitumen modificiran polietilenom iskazuje bolje rezultate u pogledu Marshalove stabilnosti [47], pojave kolotraga [48], penetracije, točke razmekšanja i duktilnosti [49]. Svojstva bitumena pri niskim i visokim temperaturama poboljšavaju se dodavanjem etilenvinil-acetata [50]. Međutim, kako bi se to omogućilo, prethodno se trebaju vrlo pažljivo odabratiti sredstva za povezivanje i katalizatori [51]. Poliuretan (PU) se upotrebljava u raznim područjima kao što su rukovanje, skladištenje i transport hrane u hladnom lancu, izrada namještaja, madracu, cipela i automobila, te kao toplinska izolacija zgrada. Općenito uvezvi, PU se u konačnici ili odlaže na odlagališta ili spaljuje, a samo se manji dio (10 %) reciklira. Zajedno s velikom količinom otpada koji se generira tijekom iskapanja, građenja i rušenja, PU predstavlja otprilike 30 % od svih otpadnih materijala koji se generiraju u Europskoj uniji [20]. PU nije kompatibilan s bitumenom, te kombinacija tih dvaju materijala rezultira nestabilnošću sustava [52]. Međutim, taj se problem može riješiti ili pomoću plastifikatora ili prethodnim tretiranjem bitumena pomoću modificirane gline, maleinskog anhidrida ili dibazičnih kiselina. Sredstva za izradu hidroizolacijskih ili brtvenih obloga poboljšavaju se dodavanjem prepolimera PU [53]. Carrera i dr. [54] primjenjuju PU kao reaktivni polimer koji se dodaje bitumenskim sredstvima za izradu bitumena modificiranog poliuretanom. U ovom slučaju, do modifikacije bitumena dolazi zbog reakcije izocijanatnih grupa (-N=C=O) prepolimera s funkcionalnim grupama koje sadrže aktivne atome vodika, uglavnom -OH, koji su obično prisutni u micelijima asfaltena. Proučava se i utjecaj molekularne težine i udjela izocijanata na reologiju poliuretanskih bitumena [55]. U vezi s otpadnom poliuretanskom pjenu, treba naglasiti da su prijašnja istraživanja bila usredotočena na njenu primjenu u mortovima [56, 57] i laganim žbukama [58]. U području cestogradnje, Izquierdo i dr. [59] analizirali su primjenu PU u izradi bitumenske pjene zbog kompatibilnosti izocijanatnih spojeva s pjenama, pri čemu je cilj bio kombinirati hidroizolacijska svojstva bitumena s izolacijskim svojstvima prskanih PU pjena (dobri izolatori zvuka i topline) kako bi se dobio novi proizvod. Pokazalo se da je postupak djelotvoran, ali se polimer kao otpad ne upotrebljava.

U ovom se radu istražuje mogućnost primjene otpadne poliuretanske pjene kao modifikatora bitumena u lijevanim asfaltima. Osim toga, ispituje se mogućnost njezine upotrebe u cestogradnji, čime se izbjegava njeno pohranjivanje na odlagalištima i smanjuje potrošnja ograničenih prirodnih resursa, što je i sam po sebi itekako značajno. Dodatno se istražuju i mogućnosti poboljšanja svojstava lijevanog asfalta i načina njegove primjene.

2. Metodologija

Eksperimentalni se program sastojao od nekoliko koraka. U prvom koraku je karakterizirana polimerna poliuretanska otpadna pjena, pri čemu su prikupljeni podaci o podrijetlu i obliku u kojem je dostavljena, te o kemijskom sastavu, prividnoj gustoći i granulometriji nakon postupka usitnjavanja. Nakon toga su projektirani i proizvedeni modificirani bitumeni s različitim masenim udjelom reciklirane pjene u inicijalnom bitumenu. Provedeno je ispitivanje penetracije i određivanje točke razmekšanja (metodom prstena i kuglice) radi određivanja karakteristika svakog uzorka. Zatim je na temelju rezultata ispitivanja prethodno modificiranih bitumena za daljnja ispitivanja odabran uzorak s najvećom količinom otpadnog poliuretana koji ispunjava propisane zahtjeve. Na kraju je projektiran i proizведен lijevani asfalt s prethodno odabranim polimernim bitumenom, a rezultati dobiveni ispitivanjem dubine utiskivanja uspoređeni su s mješavinom MA sa standardnim uzorkom bitumena.

3. Materijali

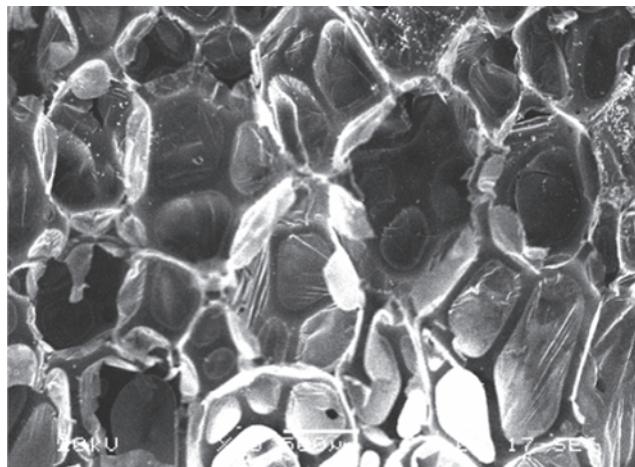
3.1. Otpadna poliuretanska pjena

Kao modifikator bitumena korišten je otpadni termostabilni poliuretan. Radi se o nusproizvodu generiranom tijekom proizvodnje poliuretana koji se u građevinarstvu koristi kao toplinska izolacija. Poliuretanska pjena dobivena je od tvrtke iz Burgosa (Španjolska) u kojoj se tijekom proizvodnje generira više od 5 % tog otpadnog materijala. Mogućnost nalaženja alternativne primjene tog nusproizvoda je značajna jer se time izbjegava pohranjivanje na odlagalištu. Tvrtka je otpadni materijal isporučila u obliku kompaktnih poliuretanskih traka koje su prikazane na slici 1.



Slika 1. Otpadna traka poliuretanske pjene dobivena iz tvornice

Prije samog ispitivanja polimer je analiziran pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa (SEM). Kemijski je sastav određen elementalnom analizom CHNS pomoću analizatora LECO CHNS-932 i primjenom postupka rendgenske difrakcije (slika 2.). Dobiveni rezultati prikazani su u tablici 1.



Slika 2. Analiza otpadne poliuretanske pjene pomoću pretražnog elektronskog mikroskopa

Tablica 1. Elementalna analiza otpadne poliuretanske pjene postupkom CHNS

| Element | [%] |
|---------------|--------------|
| C | 61,4 |
| O | 5,5 |
| N | 6,8 |
| H | 12,4 |
| Ostalo | 13,9 |
| Ukupno | 100,0 |

Svi poliuretani su organski spojevi nastali reakcijom dviju različitih kemikalija: poliola (sa završnim skupinama $-OH$) i diizocijanata (sa završnim skupinama $-N=C=O$), koje reagiraju pomoću katalizatora koji se dodaje u malim količinama kako bi se aktivirala reakcija polimerizacije. Stoga se može reći da su vrijednosti kemijskog sastava, visoke vrijednosti ugljika, kisika, dušika i vodika, točne. Udio ostalih komponenata vrlo je nizak te se može zaključiti da se radi o rezidualnim komponentama koje pripadaju katalizatoru.

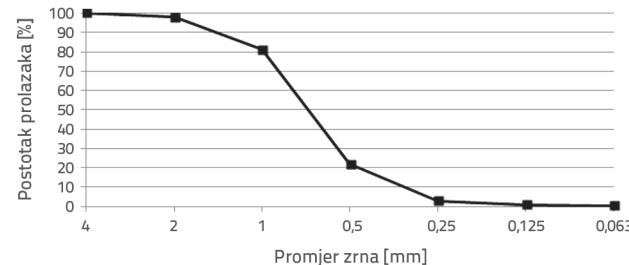
Tablica 2. Zahtjevi za bitumen B35/50 [61]

| Karakteristike | Norma | J.M. | Bitumen 35/50 |
|--|--------------------------|--------|------------------|
| Penetracija pri 25 °C | EN 1426 | 0,1 mm | 35-50 |
| Točka razmekšanja | EN 1427 | °C | 50-58 |
| Kratkotrajno starenje EN 12607-1 | Promjena mase | % | ≤ 0,5 |
| | Zadržana penetracija | % | ≥ 53 |
| | Porast točke razmekšanja | °C | ≤ 11 |
| Indeks penetracija | EN 12591 EN 13924 | | od -1,5 do + 0,7 |
| Točka loma po Fraasu | EN 12593 | °C | ≤ -5 |
| Točka paljenja (plamište), klivilendska metoda otvorene šalice | ISO 2592 | °C | ≥ 240 |
| Topljivost | EN 12592 | % | ≥ 99,0 |

Kako bi se mogle koristiti kao modifikator bitumena, trake poliuretanske pjene moraju se prethodno usitniti. To je provedeno pomoću usitnjivača Retsch SM 100, koji omogućuje usitnjivanje na nekoliko veličina, a za ovo istraživanje odabrane su veličine od 0 do 3 mm. Materijal dobiven nakon usitnjivanja prikazan je na slici 3. Granulometrijski sastav prikazan je na slici 4. Prividna gustoća usitnjene pjene iznosi 72 kg/m³. Na kraju je ustanovljeno da se poliuretanska pjena ne ubraja u opasni otpad [60].



Slika 3. Izgled usitnjene poliuretanske pjene



Slika 4. Granulometrijski sastav usitnjene poliuretanske pjene

3.2. Bitumen

Za proizvodnju lijevanog asfalta, kao bazni materijal modifikacije izabran je bitumen penetracije 35/50. Bitumen je isporučila tvrtka Balgorza SNA sa sjedištem u mjestu Vitoria-Gasteiz

(Španjolska). Ovaj tip bitumena u skladu je sa zahtjevima španjolskih propisa [61], kao što se može vidjeti u tablici 2.

3.3. Agregati

Agregati su dopremljeni iz kamenoloma Ofitas de San Felices koji se nalazi na lokaciji Haro (Španjolska). Za potrebe ispitivanja usvojena je maksimalna nominalna veličina agregata od 11 mm (MA 11). Agregati su ofitnog podrijetla i potpuno drobljeni. Specifična težina iznosi $2,84 \text{ g/cm}^3$. Koeficijent Los Angeles iznosi 9,8 %, a otpornost agregata na polirnost, PSV vrijednost, iznosi 57. Usitnjeni vapnenac korišten je kao punilo. Ispunjeni su i dodatni zahtjevi u pogledu mehaničkih svojstava za primjenu u MA [2].

4. Rezultati i rasprava

4.1. Polimerom modificiran bitumen

Postupak je proveden u tvornici Firmes Alaveses u mjestu Vitoria-Gasteiz (Španjolska). Modificirani bitumeni pripremljeni su dodavanjem različite količine poliuretanskog otpadnog materijala referentnom bitumenu. Dodane količine varirale su od 1 M% (maseni udio) do 5 M%. Odustalo se od dodavanja poliuretanske pjene u količini od 5 M% ili više bez katalizatora, jer bi u takvim slučajevima obradivost modificiranog bitumena postala izuzetno niska. Ovaj se nedostatak može izbjegći dodavanjem reaktivnog polimera ili pretpolimera, kao što su i napravili neki autori [53, 54].

Karakterizacija referentnog bitumena provedena je ispitivanjem penetracije pri 25°C te određivanjem točke razmekšavanja metodom prstena i kuglice (R&B).

Penetracijski pokus glavno je ispitivanje klasifikacije bitumena prema Europskom normizacijskom okviru, a provodi se u skladu s normom EN 1426:2007 [62]. Općenito vrijedi da niža vrijednost penetracije označava tvrdi bitumen. Rezultati penetracijskog pokusa prikazani su u tablici 3. Kao što možemo uočiti, vrijednosti se smanjuju s povećanjem udjela reciklirane PU pjene. To znači da se tvrdoča modificiranog bitumena povećava s povećanjem udjela polimera.

Također je provedeno i laboratorijsko ispitivanje određivanja točke razmekšavanja, i to za referentne uzorke i za uzorke modificiranog bitumena. Ispitivanje je provedeno prema metodi prstena i kuglice (R&B) koja je definirana u europskoj normi EN 1427-2007 [63]. Tim se ispitivanjem dobivaju podaci o ponašanju bitumena pri visokim radnim temperaturama, tj. dobiva se konvencionalna približna gornja granica viskoelastične konzistencije. U pokusu se određuje temperatura pri kojoj se ostvaruje specifična konzistencija bitumena. Rezultati ispitivanja prikazani su u tablici 3. Kao što pokazuju i raniji rezultati penetracijskog pokusa, veća količina poliuretanske pjene uzrokuje povećanje vrijednosti točke razmekšanja. Kao što vidimo kod gornje granice od 5 M%, tvrdoča bitumena raste s dodavanjem otpadne PU pjene, što dovodi do loše obradivosti. Kako se vrijednosti penetracije i točke razmekšavanja nalaze između uobičajenih granica za tu vrstu veziva, za proizvodnju i ocjenu lijevanog asfalta usvojen je postotak od 4 M%, jer se tada dobiva viša tvrdoča uz visok udio otpadnog materijala.

4.2. Lijevani asfalt

Izrađena su dva uzorka lijevanog asfalta. Prvi uzorak s oznakom "N11 Normal" proizведен je bez polimera te je u ispitivanju

Tablica 3. Polimerom modificirani bitumen

| Uzorak | Karakteristike | Penetracija [10^{-1} mm] | Točka razmekšanja [$^\circ\text{C}$] |
|--------|--|--------------------------------------|--|
| B | Referentni bitumen 35/50 | 41 | 53,5 |
| BM1 | Bitumen modificiran s 1 M% reciklirane poliuretanske pjene | 34 | 56,5 |
| BM2 | Bitumen modificiran s 2 M% reciklirane poliuretanske pjene | 33 | 57,5 |
| BM3 | Bitumen modificiran s 3 M% reciklirane poliuretanske pjene | 31 | 58 |
| BM4 | Bitumen modificiran s 4 M% reciklirane poliuretanske pjene | 29 | 65,5 |

Tablica 4. Granulometrija uzorka lijevanog asfalta (N11 Normal i N11 PUR)

| Sito [mm] | Postotak prolaza | | | | | | | |
|------------|------------------|-----|-----|----|----|------|------|-------|
| | 11,2 | 8 | 5,6 | 4 | 2 | 0,5 | 0,25 | 0,063 |
| N11 Normal | 100 | 100 | 100 | 86 | 57 | 41,3 | 36 | 28,1 |
| N11 PUR | 100 | 100 | 100 | 81 | 56 | 41 | 36 | 27,4 |

Tablica 5. Postoci pojedinačnih komponenata u uzorcima MA

| Uzorak | Temperatura kuhanja [$^\circ\text{C}$] | Vezivo/agregat [%] | Punilo/ bitumen [%] | Gustoča [g/cm^3] |
|------------|--|--------------------|---------------------|-----------------------------|
| N11 Normal | 230 | 8,43 | 3,30 | 2419,70 |
| N11 PUR | 230 | 8,70 | 3,10 | 2403,80 |

Tablica 6. Ispitivanje dubine utiskivanja za lijevane asfalte [65]

| | Ispitivanje W | Ispitivanje A | Ispitivanje B | Ispitivanje C | Ispitivanje D |
|-------------------------------|----------------------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| Temperatura [°C] | 25 | 25 | 40 | 40 | 22 |
| Površina šipke | 31,7 mm ² | 5 cm ² | 5 cm ² | 1 cm ² | 1 cm ² |
| Naneseno opterećenje [kg] | 31,7 | 52,5 | 52,5 | 52,5 | 52,5 |
| Vrijeme nanošenja opterećenja | 1 min 10 s | 6 min | 31 min | 31 min | 300 min |
| Razdoblje mjerena | od 10 s do 70 s | od 1 min do 6 min | od 1 do 31 min | od 1 do 31 min | od 1 do 300 min |

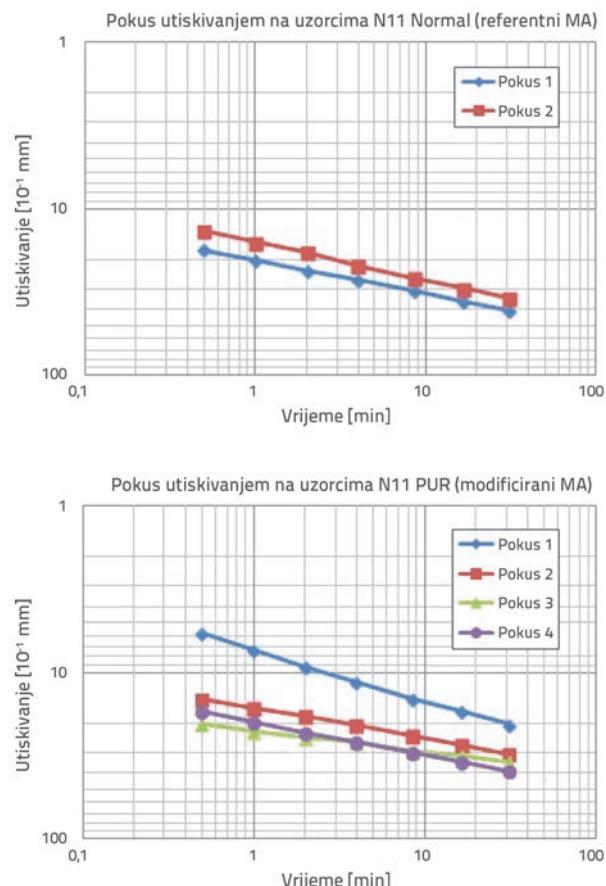
Tablica 7. Metoda ispitivanja specifične namjene lijevanog asfalta i odgovarajuće vrijednosti dubine utiskivanja

| Namjena | Referentni naziv | Metoda ispitivanja | Uobičajena debљina sloja [mm] | Zadane vrijednosti [10 ⁻¹ mm] |
|---------------------------------------|------------------|--------------------|-------------------------------|--|
| Pješačke površine | AP | B test | 20 – 25 | 20 ≤ l ≤ 50 |
| Ceste | AVL | B test | 25 – 30 | 10 ≤ l ≤ 30 |
| Ceste s teškim prometnim opterećenjem | AVP | B test | 30 – 40 | 5 ≤ l ≤ 15 |
| Zvučna izolacija katova zgrada | AIP | C test | | 1 ≤ l ≤ 12 |
| Unutarnji industrijski katovi | AIC | C test | 25 – 30 | 10 ≤ l ≤ 30 |
| Teški unutarnji industrijski katovi | AIP | C test | 25 – 30 | 1 ≤ l ≤ 12 |
| Zaštita katova od utjecaja kiselina | | C test | | 10 ≤ l ≤ 30 |
| Sportske površine | | B test | | 20 ≤ l ≤ 50 |

korišten kao referentni MA. Drugi uzorak "N11 PUR" proizveden je s 4 M% reciklirane PU pjene, a odabran je na temelju vrijednosti dobivenih ispitivanjem modificiranog bitumena. Uzorci su izrađeni u skladu s europskom normom EN 13108-6 [2]. Granulometrije agregata, odabrane za oba uzorka u skladu s EN 13108-6 [2], prikazane su u tablici 4. Postoci svake komponente iskazani su u tablici 5. za oba uzorka, N11 Normal i N11 PUR. Ispitivanje dubine utiskivanja [64] i vrijednosti tvrdoće definirano je u europskim normama o lijevanim asfaltima kao referentno ispitivanje za predstavljanje otpornosti materijala na trajne deformacije. Prema španjolskim normama o korištenju MA [65], za lijevani se asfalt koristi pet metoda ispitivanja dubine utiskivanja (tablica 6.). U tablici 7. prikazana je metoda ispitivanja koja se primjenjuje za specifičnu namjenu lijevanog asfalta, kao i odgovarajuće vrijednosti dubine utiskivanja.



Slika 5. Uzorci lijevanog asfalta nakon ispitivanja dubine utiskivanja: N11 Normal (lijevo) i N11 PUR (desno)



Slika 6. Rezultati ispitivanja dubine utiskivanja za N11 PUR (referentni uzorak) (gore) i N11 PUR (uzorak izmjenjen polimerom) (dolje)

Tablica 8. Sažeti prikaz rezultata ispitivanja dubine utiskivanja

| Uzorak | | Dubina utiskivanja u 1. min [10 ⁻¹ mm] | Dubina utiskivanja u 31. min [10 ⁻¹ mm] | Dubina utiskivanja [10 ⁻¹ mm] |
|------------|---------|--|---|---|
| N11 Normal | Pokus 1 | 20,2 | 41,0 | 20,80 |
| | Pokus 2 | 15,8 | 34,3 | 18,50 |
| | Prosjek | | | 19,65 |
| N11 PUR | Pokus 1 | 7,3 | 20,4 | 13,1 |
| | Pokus 2 | 16,2 | 30,8 | 14,6 |
| | Pokus 3 | 22,3 | 34,6 | 12,3 |
| | Pokus 4 | 19,9 | 38,9 | 19,0 |
| | Prosjek | | | 14,75 |

Kako se u ovom radu obrađuje lijevani asfalt za primjenu na cestovnim prometnicama, ispitivanje je provedeno prema metodi B. Dva ispitivanja su provedena na uzorku N11 Normal i četiri na uzorku N11 PUR (slika 5.). Rezultati dobiveni ispitivanjem tih uzoraka prikazani su na slici 6.

Rezultati ispitivanja dubine utiskivanja dobiveni za uzorak N11 Norma homogeniji su od rezultata za uzorak N11 PUR. Ipak, konačni rezultati prikazani u tablici 8. pokazuju da su na modificiranom MA dobivene niže vrijednosti dubine utiskivanja. Prema tablici 7., lijevani asfalt N11 PUR može se koristiti na cestama s teškim prometnim opterećenjem jer su poboljšana mehaničkih svojstva mješavine. To znači da je postignuto poboljšanje u odnosu na početni lijevani asfalt N11 Normal bez modifikacija.

Znatno smanjenje vrijednosti dubine utiskivanja s 19,65 na 14,75 (24,9 %) postignuto je nakon dodavanja otpadne PU pjene, što je omogućilo korištenje nove mješavine MA na cestama s teškim prometnim opterećenjem. Osim toga, uočena je i mala promjena gustoće (tablica 5.).

Prema tome može se ustvrditi da ova ispitivanja dokazuju mogućnost primjene otpadne poliuretanske pjene. U početku je odabran bitumen s većom količinom pjene. Prema rezultatima penetracijskog pokusa, dobiveno je tvrde modificirano vezivo, s najvišom točkom razmekšanja. Pri izradi lijevanog asfalta s tim postotkom, viša vrijednost tvrdoće dovela je do nižih vrijednosti dubine utiskivanja, što omogućuje primjenu ovog materijala na cestama s teškim prometnim opterećenjem. Novi materijal pokazuje bolju otpornost na opterećenje, te su stoga postignuta dva osnovna cilja ovog istraživanja: ostvareno je smanjenje količine otpadnih materijala a istovremeno su poboljšane karakteristike materijala.

5. Zaključak

U ovom preliminarnom radu provedena su laboratorijska ispitivanja radi ocjenjivanja mogućnosti primjene otpadne

poliuretanske pjene kao dodatka lijevanom asfaltu. Povećanjem količine PU s 1 M% na 4 M% (maseni udio) rasla je i tvrdoća bitumena. Uzorci s 5 ili više M% PU odbačeni su zbog neodgovarajuće obradivosti, jer bi mogli nastati problemi u proizvodnji i ugradnji mješavina lijevanog asfalta. Predlaže se dodavanje polimera tijekom proizvodnje modificiranog bitumena kako bi se postotak poliuretanske pjene povećao i na vrijednosti iznad 5 M% uz poboljšanu obradivost.

Ispitivanje točke razmekšanja, metodom prstena i kuglice, upozorilo je na povećanje temperature razmekšanja usporedno s porastom količine PU u mješavini.

Na temelju tih rezultata izrađena je mješavina lijevanog asfalta s 4 M% otpadne poliuretanske pjene i onda je ta mješavina uspoređena sa standardnim MA bez dodataka u bitumenu. Poboljšana su mehanička svojstva lijevanog asfalta s bitumenom modificiranim pomoću otpadne PU pjene, što je dokazano ispitivanjem dubine utiskivanja. Dok se referentni MA može upotrebljavati na cestama s malim i srednjim prometnim opterećenjem, vrijednosti dobivene ispitivanjem dubine utiskivanja pokazuju da se modificirana mješavina MA može upotrebljavati i na cestama s teškim prometnim opterećenjem. Vrijednosti dubine utiskivanja povećane su za gotovo 25 %, bez promjene gustoće.

Treba ipak napomenuti da se ovi zaključci temelje na malom broju uzoraka i ispitivanja. Dodatna su istraživanja potrebna kako bi se ispitala mogućnost uvođenja otpadne poliuretanske pjene kao veziva/modifikatora u propise o lijevanim asfaltima. U zaključku ovog uvodnog rada može se ustvrditi da je utjecaj otpadne PU na mješavine lijevanog asfalta svakako pozitivan. Ukratko, može se zaključiti da su postignuta dva osnovna cilja ovog istraživanja. S jedne strane, dobiven je poboljšani lijevani asfalt koji se može upotrebljavati na cestama s teškim prometnim opterećenjem. S druge pak strane, u novom se materijalu upotrebljava otpadni materijal koji bi inače trebao završiti na odlagalištu. Predložen je dakle bolji i održiviji materijal.

LITERATURA

- [1] International Mastic Asphalt Association (IMAA), The Mastic Asphalt Industry – A global perspective, International Mastic Asphalt Association, 2013. http://www.europaspahlt.com/fileadmin/user_upload/pdf/Health___Safety/IMAA_global_perspective_mastic_asphalt_13_03_06.pdf
- [2] CEN – European Committee for Standardization, EN 13108-6: Bituminous mixtures – material specifications – Part 6: Mastic asphalt, 2016.
- [3] Kim, T.W., Baek, J., Lee, H.J., Choi, J.Y.: Fatigue performance evaluation of SBS modified mastic asphalt mixtures, Construction and Building Materials, 48 (2013), pp. 908-916, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.07.100>
- [4] Šimun, M., Rukavina, T., Dimter, S.: Rutting resistance of waterproofing-asphalt pavement systems on bridges, GRAĐEVINAR, 65 (2013) 10, pp. 879-886.
- [5] Guilian, Z., Xiaoning, Z., Wu, C.: Evaluation of steel bridge deck MA mixture properties during construction, Journal of Marine Science and Technology, 23 (2015) 3, pp. 293-301.
- [6] Edwards, Y., Tasdemir, Y., Butt, A.A.: Energy saving and environmental friendly wax concept for polymer modified mastic asphalt, Materials and Structures, 43 (2010), pp. 123-131, <https://doi.org/10.1617/s11527-010-9603-y>
- [7] Androjić, I.: Ageing of hot mix asphalt, GRAĐEVINAR, 68 (2016) 6, pp. 477-483, <https://doi.org/10.14256/JCE.1420.2015>
- [8] Pérez-Acebo, H., Bejan, S., Gonzalo-Orden, H.: Transition probability matrices for flexible pavement deterioration models with half-year cycle. International Journal of Civil Engineering, (2017), <https://doi.org/10.1007/s40999-017-0254-z>.
- [9] Gaspar, L.: Management aspects of road pavement rehabilitation, GRAĐEVINAR, 69 (2017) 1, pp. 31-40, <https://doi.org/10.14256/JCE.1629.2016>
- [10] Pérez-Acebo, H., Mindra, N., Railean, A., Rojí, E.: Rigid pavement performance models by means of Markov Chains with half-year step time. International Journal of Pavement Engineering, (2017), <https://doi.org/10.1080/10298436.2017.1353390>.
- [11] Smagulova, N., Kairbekov, Z., Aubakirov, E., Yermoldina, E.: Production of bitumens from coal sources modified by elementary sulfur, Advanced Materials Research, 535 (2012), pp. 1815-1818, <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.535-537.1815>
- [12] Masson, J.F.: Brief review of the chemistry of polyphosphoric acid (PPA) and bitumen. Energy & Fuels, 22 (2008) 4, pp. 2637-2640.
- [13] Giavarini, C., Mastrotfini, D., Scarsella, M., Barré, L., Espinat, D.: Macrostructure and rheological properties of chemically modified residues and bitumens. Energy & Fuels, 14 (2000) 2, pp. 495-502.
- [14] Tasdemir, Y.: High temperature properties of wax modified binders and asphalt mixtures, Construction and Building Materials, 23 (2009) 10, pp. 3220-3224.
- [15] Biro, S., Gandhi, T., Amirkhanian, S.: Midrange temperature rheological properties of warm asphalt binders, Journal of Materials in Civil Engineering, 21 (2009) 7, pp. 316-323.
- [16] Ait-Kadi, A., Brahimi, H., Bousmina, M.: Polymer blends for enhanced asphalt binders, Polymer Engineering and Science, 36 (1996) 12, pp. 1724-1733.
- [17] Fawcett, A. H., McNally, T.: Blends of bitumen with polymers having a styrene component, Polymer Engineering and Science, 41 (2001) 7, pp. 1251-1264.
- [18] García-Morales, M., Partal, P., Navarro, F. J., Martínez-Boza F.J., Gallegos, C., González, N., González, O., Muñoz, M. E.: Viscous properties and microstructure of recycled EVA modified bitumen, Fuel, 83 (2004), pp. 31-38, [https://doi.org/10.1016/S0016-2361\(03\)00217-5](https://doi.org/10.1016/S0016-2361(03)00217-5)
- [19] Pérez I., Toledano, M., Gallego, J. Taibo, J.: Mechanical properties of hot mix asphalt made with recycled aggregates from reclaimed construction and demolition debris, Materiales de Construcción, 57 (2007) 285, pp. 17-29.
- [20] Poulikakos, L.D., Papadaskalopoulou, C., Hofko, B., Gschösser, F., Cannone Falchetto, A., Bueno, M., Arraigada, M., Sousa, J., Ruiz, R., Petit, C., Loizidou, M., Partl, M.N.: Harvesting the unexplored potential of European waste materials for road construction, Resources, Conservation and Recycling, 116 (2017), pp. 32-44, <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2016.09.008>
- [21] European Parliament, European Waste Framework Directive 2008/98/EG, Brussels, 2008.
- [22] Arribas, I., Santamaría, A., Ruiz, E., Ortega-López, V., Manso, J. M.: Electric arc furnace slag and its use in hydraulic concrete, Construction and Building Materials, 90 (2015), pp. 68-79.
- [23] Santamaría, A., Rojí, E., Skaf, M., Marcos, I., González, J.J.: The use of steel making slags and fly ash in structural mortars, Construction and Building Materials, 106 (2016), pp. 364-373.
- [24] Bennert, T., Papp Jr., W.J., Maher, A., Gucunski, N.: Utilization of construction and demolition debris under traffic-type loading in base and subbase applications, Transportation Research Record, 1714 (2000), pp. 33-39, <https://doi.org/10.3141/1714-05>
- [25] Arabania, M., Moghadas Nejad, F., Azarhoosha, A.; R.: Laboratory evaluation of recycled waste concrete into asphalt mixtures, International Journal of Pavement Engineering, 14 (2013) 6, pp. 531-536.
- [26] Dimitrović, J., Rukavina, T., Dimter, S.: Properties of unbound base course mixes with recycled asphalt, GRAĐEVINAR, 68 (2016) 4, pp. 269-277, <https://doi.org/10.14256/JCE.1515.2015>
- [27] Rahbar-Rastegar, R., Daniel, J.S.: Laboratory versus plant production: impact of material properties and performance for RAP and RAS mixtures, International Journal of Pavement Engineering, (2016), <https://doi.org/10.1080/10298436.2016.12158243>.
- [28] Hamzah, M.O., Gungat, L., Golchin, B.: Estimation of optimum binder content of recycled asphalt incorporating a wax warm additive using response surface method. International Journal of Pavement Engineering, (2016), <https://doi.org/10.1080/10298436.2016.12151779>.
- [29] Blasl, A., Khalili, M., Falla, G.C., Oeser, M., Liu, P., Wellener, F.: Rheological characterization and modelling of bitumen containing reclaimed components, International Journal of Pavement Engineering, (2017), <https://doi.org/10.1080/10298436.2017.1321415>
- [30] Poulikakos, L.D., dos Santos, S., Bueno, M., Kuentzel, S., Hugener, M., Partl, M.N.: Influence of short and long term aging on chemical: microstructural and macro-mechanical properties of recycled asphalt mixtures. Construction and Building Materials, 51 (2014), pp. 414-423, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.11.004>
- [31] Disfani, M.M., Arulrajah, A., Bo, M.W., Hankour, R.: Recycled crushed glass in road work applications, Waste Management, 31 (2011), pp. 2341-2351, <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2011.07.003>

- [32] Pasetto, M., Baldo, N.: Resistance to permanent deformation of road and airport high performance asphalt concrete base courses, *Advanced Materials Research*, 723 (2013), pp. 494–502, <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.723.494>
- [33] Dondi, G., Tataranni, P., Pettinari, M., Sagiorgi, C., Simone, A., Vignali, V.: Crumb rubber in cold recycled bituminous mixes: comparison between traditional crumb rubber and cryogenic crumb rubber, *Construction and Building Materials*, 68 (2014), pp. 370–375, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.06.093>
- [34] Liang, M., Xin, X., Fan, W., Luo, H., Wang, X., Xing, B.: Investigation of the rheological properties and storage stability of CR/SBS modified asphalt, *Construction and Building Materials*, 74 (2015), pp. 235–240, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.10.022>
- [35] Kisgyörgy, L., Tóth, C., Geiger, A.: Elastic modulus of asphalt with chemically stabilized rubber bitumen, *GRADEVINAR*, 68 (2016) 7, pp. 533–541, <https://doi.org/10.14256/JCE.1451.2015>
- [36] Koyuncu, H., Guney, Y., Yilmaz, G., Koyuncu, S., Bakis, R.: Utilization of ceramic wastes in the construction sector, *Key Engineering Materials*, 264 (2004), pp. 2509–2512, <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.264-268.2509>
- [37] Huang, B., Dong, Q., Burdette, E.G.: Laboratory evaluation of incorporating waste ceramic materials into Portland cement and asphaltic concrete, *Construction and Building Materials*, 23 (2009), pp. 3451–3456, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2009.08.024>
- [38] Muniandy, R., Aburkaba, E., Mahdi, L.: Effects of mineral filler particle size and type on permanent deformation of stone mastic asphalt (SMA) mixtures, *Chemical Engineering*, 49 (2012), pp. 9902–9909.
- [39] Pascal, S., Jan-Erik, L., Maria, A., Paul, F.K.: Reproducing ten years of road ageing – accelerated carbonation and leaching of EAF steel slag, *Science of the Total Environment*, 407 (2009), pp. 5110–5118, <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2009.05.039>
- [40] Kalantar, Z.N., Karim, M.R., Mahrez, A.: A review of using waste and virginpolymer in pavement, *Construction and Building Materials*, 33 (2012), pp. 55–62, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2012.01.009>
- [41] Hassani, A., Ganjidoust, H., Maghanaki, A.A.: Use of plastic waste (poly-ethylene terephthalate) in asphalt concrete mixture as aggregate replacement, *Waste Management and Research*, 23 (2005), pp. 322–327, <https://doi.org/10.1177/0734242X05056739>
- [42] Moghaddam, T.B., Karim, M.R., Syammaun, T.: Dynamic properties of stone mastic asphalt mixtures containing waste plastic bottles, *Construction and Building Materials*, 34 (2012), pp. 236–242.
- [43] Brebeanu, G., Stanica-Ezeanu, D., Bombos, D.: Studies regarding the additivity of asphalts with PET wastes, *Materiale Plastice*, 40 (2003), 206–208.
- [44] Mendes, L.C., Dias, M.L., Rodrigues, T.C.: Chemical recycling of PET waste with multifunctional pentaerythritol in the melt state, *Journal of Polymers and Environment*, 19 (2011) 1, pp. 254–262.
- [45] Chen, Z., Wu, S.P., Zhu, Z.H., Liu, J.S.: Experimental evaluation on high temperature rheological properties of various fiber modified asphalt binders, *Journal of Central South University of Technology*, 15 (2008), pp. 135–139, <https://doi.org/10.1007/s11771-008-0332-0>
- [46] Ahmadinia, E., Zargar, M., Karim, M.R., Abdelaziz, M., Shafiq, P.: Using waste plastic bottles as additive for stone mastic asphalt, *Materials and Design*, 32 (2011), pp. 4844–4849.
- [47] Casey, D., McNally, C., Gibney, A., Gilchrist, M.D.: Development of a recycled polymer modified binder for use in stone mastic asphalt, *Resources, Conservation and Recycling*, 52 (2008) 10, pp. 1167–1174.
- [48] Jeong, K.D., Lee, S.J., Kim, K.W.: Laboratory evaluation of flexible pavement materials containing waste polyethylene (WPE) film, *Construction and Building Materials*, 25 (2011) 4, pp. 1890–1894.
- [49] Fang, C.Q., Yu, R.E., Zhang, Y., Hu, J.B., Zhang, M., Mi, X.H.: Combined modification of asphalt with polyethylene packaging waste and organophilic montmorillonite, *Polymer Testing*, 31 (2012) 2, pp. 276–281.
- [50] Garcia-Morales, M., Partal, P., Navarro, F.J., Martinez-Boza, F., Gallegos, C.: Linear viscoelasticity of recycled EVA-modified bitumens, *Energy & Fuels*, 18 (2004), pp. 357–364, <https://doi.org/10.1021/ef034032u>
- [51] Fang, C.Q., Zhou, S.S., Zhang, M.R., Zhao, S.J., Wang, X., Zheng, C.Z.: Optimization of the modification technologies of asphalt by using waste EVA from packaging, *Journal of Vinyl and Additive Technology*, 15 (2009) 3, pp. 199–203.
- [52] Bukowski, A., Gretkiewicz, J.: Polyurethane synthesis reactions in asphalts, *Journal of Applied Polymer Science*, 27 (1982) 4, pp. 1197–1204.
- [53] Singh, B., Gupta, M., Kumar, L.: Bituminous polyurethane network: preparation, properties and end use, *Journal of Applied Polymer Science*, 101 (2006) 1, pp. 217–226.
- [54] Carrera, V., Partal, P., García-Morales, M., Gallegos, C., Pérez-Lepe, A.: Effect of processing on the rheological properties of polyurethane/urea bituminous products, *Fuel Processing Technology*, 91 (2010) 9, pp. 1139–1145.
- [55] Carrera, V., Cuadri, A.A., García-Morales, M., Partal, P.: Influence of the prepolymer weight and free isocyanate content on the rheology of polyurethane modified bitumens, *European Polymer Journal*, 57 (2014), pp. 151–159, <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2014.05.013>
- [56] Junco, C., Gadea, J., Rodríguez, A., Gutiérrez-González, S., Calderón, V.: Durability of lightweight masonry mortars made with White recycled polyurethane foam, *Cement and Concrete Composites*, 34 (2012) 10, pp. 1174–1179.
- [57] Mounanga, P., Cherkaoui, K., Khelidj, A., Courtial, M., Noirfontaine, M.N.D., Dunstetter, F.: Extrudable reactive powder concretes: hydration, shrinkage and transfer properties, *European Journal of Environmental and Civil Engineering*, 16 (2012) sup 1, pp. s99–s114.
- [58] Gutiérrez-González, S., Gadea, J., Rodríguez, A., Junco, C., Calderón, V.: Lightweight plaster materials with enhanced thermal properties made with polyurethane foam wastes, *Construction and Building Materials*, 28 (2012) 1, pp. 653–658.
- [59] Izquierdo, M.A., Navarro, F.J., Martínez-Boza, F.J., Gallegos, C.: Bituminous polyurethane foams for building applications: Influence of bitumen hardness, *Construction and Building Materials*, 30 (2012), pp. 706–713, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.12.088>
- [60] Ministerio de Medio Ambiente, Orden MAM/304/2002, de 8 de febrero, por la que se publican las operaciones de valorización y eliminación de residuos y la lista europea de residuos, BOE, núm. 43, de 19 de febrero de 2002, 6494–6515, Gobierno de España, Madrid, 2002.

- [61] Ministerio de Fomento, Orden FOM/2523/2014, de 12 de diciembre, por la que se actualizan determinados artículos del pliego de prescripciones técnicas generales para obras de carreteras y puentes, relativos a materiales básicos, a firmes y pavimentos, y a señalización, balizamiento y sistemas de contención de vehículo, Gobierno de España, Madrid, 2015.
- [62] CEN – European Committee for Standardization, EN 1426:2007. Bitumen and bituminous binders – determination of needle penetration, 2007.
- [63] CEN – European Committee for Standardization, EN 1427:2007. Bitumen and bituminous binders – determination of the softening point – ring and ball method, 2007.
- [64] CEN – European Committee for Standardization, EN 12697-20:2012 Bituminous mixtures — Test methods for hot mix asphalt — Part 20: Indentation using cube or cylindrical specimens (CY), 2012.
- [65] Asociación Nacional del Asfalto Fundido (ASNAFU), Prescripciones y técnicas comunes a los asfaltos fundidos. Edición 1. Madrid: ASNAFU, 2010.