

Thesis 233

Predikterad viskositet i  
blandningar av olika bitumensorter

---

Isabell Erlandsson

# Predikterad viskositet i blandningar av olika bitumensorter

Isabell Erlandsson

Bachelor degree

CODEN:LUTVDG/(TVTT-5199/1-30 / 2012

Thesis / Lunds Tekniska Högskola,  
Intuitionen för Teknik och samhälle,  
Trafik och väg,

ISSN 1653-1922

Intuitionen för Teknik och samhälle,  
Trafik och väg, 233

Isabell Erlandsson

## Predikterad viskositet i blandningar av olika bitumensorter

2012

### *Ämnesord:*

Bitumen, viskositet, temperatur, viskosimeter, WLF

### *English title:*

Predicted viscosity of mixtures of different bitumen grades

### *Citeringsanvisning:*

Isabell Erlandsson, Predikterad viskositet i blandningar av olika bitumensorter. Lund, Lunds Tekniska Högskola, Institutionen för Teknik och samhälle. Trafik och väg 2012. Thesis 233

Trafik och väg  
Institutionen för Teknik och samhälle  
Lunds Tekniska Högskola, LTH  
Lunds Universitet  
Box 118, 221 00 LUND

Department of Technology and Society  
Transport and Roads  
Faculty of Engineering, LTH  
Lund University  
Box 118, SE-221 00 Lund, Sweden

## **Abstract**

Viscosity is a measure of the internal friction of a fluid, in other words, its resistance to be stirred. In this study are the viscosity measured on liquid bitumen. Bitumen is manufactured from crude oil and is commonly used as one of the components in asphalt pavement.

The measurements of viscosity are performed with a *dynamic rotational viscometer*. This equipment is not an ordinary method for viscosity measurement of bitumen because of a preconception of lack of accuracy. Therefore, it was interesting to prove that the viscometer is as good as any other commonly used methods for viscosity measurement of bitumen.

This study includes measurements of a stiff and a soft grade of bitumen and mixtures with different proportions of the two types. The thesis aims to predict the viscosity of the mixtures by measuring the viscosity and the penetration value, a measurement of bitumen's stiffness below the viscosity range, of the two components. These measurements are then used to form a mathematical equation, in this case *WLF equation*, which emulates the measured behavior.

The result from viscosity measurements with the viscometer and the estimated viscosity values from WLF equation indicate that the results are accurate enough. The conclusion is that it is possible to predict a viscosity for different kinds of bitumen and mixtures. Knowing of the viscosity equations of the two components, the equation for any given blend can be calculated from the proportions in the mixtures.

## Sammanfattning

I stort sett är alla bekanta med *bitumen*, namnet kanske inte ger någon ledtråd i sig men många känner säkerligen igen det som den svarta komponenten i en asfaltmassa.

Bitumen framställs ur råolja och utgör tillsammans med stenmaterial en av de grundläggande beståndsdelarna i asfalt. Huvuduppgiften för bitumen är att fungera som bindemedel mellan stenmaterialet, tack vare sin icke-vattenlösliga förmåga, och är en av orsakerna till varför vägbeläggningarna har en svart till rödbrun färg.

Egenskaperna hos bitumen i flytande form kan beskrivas med begreppet *viskositet*. Med viskositet avses en vätskas inre friktion, med andra ord ett mått på hur trögflytande en vätska är. Ju högre värde på viskositeten desto mer trögflytande är vätskan. Bitumen förekommer i olika typer och kvaliteter, det finns t.ex. sorter som mjuknar vid ca 30°C och styvare som mjuknar vid ca 50°C. Beroende på ändamål väljs bitumenkvalitet därefter. För t.ex. vägbyggnad i varma klimat väljs ett styvare bitumen som inte mjuknar vid för låga *temperaturer*.

Mätning av viskositet har i detta arbete utförts med en s.k. *rotationsviskosimeter* av märket Brookfield. Detta mätinstrument används inom en rad olika områden, bl.a. plast- och livsmedelsindustrin. Inom oljeindustrin har den dock fått stämpeln om att enbart visa ungefärliga värden på viskositeten, därför går lite av det här arbetet ut på att påvisa att instrumentet duger lika bra som något annat ur precisionssynpunkt. Dessutom ger denna typ av instrument mer information på köpet än vad de vanliga metoderna för viskositetsmätningar gör, t.ex. kapillärviskosimeter.

Arbetet har omfattat mätningar på ett styvt och ett mjukt bitumen samt blandningar med olika proportioner av de båda bitumensorterna. Genom att mäta viskositet och penetration, ett mått på bitumenets hårdhet, på de rena sorterna är det sedan möjligt att prediktera viskositeten för blandningarna, vilket är syftet med studie. Prediktionen sker genom tillämpning av matematiska formler. I det här arbetet har den så kallade *WLF-ekvationen* använts, benämningen kommer från upphovsmännen till sambandet d.v.s. Williams, Landel och Ferry. Ekvationen är presenterad i en vetenskaplig artikel från 1955.

Uppmätt och beräknad viskositet för både komponenterna och för blandningarna är redovisade i ett så kallat *Bitumen Test Data Chart (BTDC)*, även kallat *Heukelomdiagram* efter sin skapare Willem Heukelom som varit verksam på oljeföretaget Shell. Förutom viskositet utmarkeras även respektive bitumens penetrationspunkt i diagrammet.

Mätningar med Brookfield viskosimeter utfördes med s.k. programmerade körningar som automatiskt samlade in mätvärden utan att behöva bevakas. Varje mätserie sträckte sig mellan en hög temperatur, där bitumenet är mycket lättflytande, till en låg temperatur där bitumen börjar övergå till en styvare form. Totala tiden för en mätning kunde ta upp mot 8 timmar och därför fanns intresset att samla in värden genom

automatisering. Eftersom ingen vid LTH tidigare har studerat närmare på just detta gick en del tid av arbetet åt att försöka utforma programmerade körningar. Det visade sig vara svårare än beräknat men några lösningar, om än enkla, skapades. Förslag till fortsatt arbete med Brookfield viskosimeter är att finna fler funktioner som underlättar för en automatiserad körning.

För varje bitumensort upprepades viskositetsmätningen 2 till 4 gånger och att döma av resultaten från skattning av viskositeten med WLF-formeln, uppvisade rotationsviskosimeterens mätvärden på trovärdigt resultat.

Valet av tillämpade ekvationer stärktes av både viskositetsmätningarna med Brookfield viskosimeter och av att Heukelom själv använde sambandet för att anpassa viskositetsskalan i sitt diagram, BTDC.

Det visade sig nämligen vara möjligt att beräkna en viskositet för vilken temperatur som helst och även för det omvända, d.v.s. en temperatur för en valfri viskositet. Genom att beskriva viskositetens temperaturberoende med ett matematiskt samband kan viskositeten anges steglöst över hela temperaturskalan. Med kännedom om viskositetsekvationerna hos två komponenter kan ekvationen för en valfri blandning beräknas med ledning av andelarna i receptet.

*Nyckelord: viskositet, bitumen, temperatur, viskosimeter, WLF*

## Summary

Bitumen is manufactured from crude oil and it is well known as one of the components in asphalt pavement, where its main task is to act like glue in the mineral aggregate. In everyday language bitumen is sometimes, especially in the USA, referred to as asphalt.

The characteristics of bitumen in liquid form can be described by the term viscosity. Viscosity means the internal friction of the fluid, i.e. its resistance to be stirred. The higher the value, the more viscous is the fluid.

Bitumen occurs in different varieties and qualities, there are some types that softening at 30°C and stiffer kinds which softening at 50°C. The quality of bitumen is then chosen according to the intended function. For example for roads in hot climates is stiffer bitumen that doesn't softening at too low temperatures an appropriate choice.

In this report the measurements of viscosity are performed with a so called *dynamic rotational viscometer*, made by Brookfield. The equipment is used by several kinds of industries, for instance plastic and food. Within the bitumen industry the method has historically not been referred to in quality testing because of a preconception of lack of accuracy. Therefore parts of this study is about proving that dynamic rotational viscometer is as good as any other commonly used methods for viscosity measuring of bitumen.

This study includes measurements of a stiff and a soft grade of bitumen and mixtures with different proportions of the two types. The thesis aims to predict the viscosity of the mixtures by measuring the viscosity and the penetration value, a measurement of bitumen's stiffness below the viscosity range, of the two components. These measurements are then used to form a mathematical equation, in this case the so-called *WLF equation*, which emulates the measured behavior. It is named after the authors Williams, Landel and Ferry and the equation is presented in a scientific article from 1955.

Measured and estimated viscosity is reported in a *Bitumen Test Data Chart (BTDC)*, also known as *Heukelomdiagram* after its creator Willem Heukelom of Shell Company, presented in 1973. Besides a continuous line of viscosity the penetration value are plotted for each component and their mixes in the diagram.

The Brookfield viscometer measurements were carried out by automated and programmed runnings. No one at LTH had tried this before, so it was performed in a rather simple manner. This area is proposed to be subject for further improvements.

The viscosity readings from the measurements with the viscometer and the estimated viscosity values from WLF equation indicate that the results are accurate enough. The suitability of choosing the WLF equation to describe bitumen viscosity is proven by the

results but also by the fact that Willem Heukelom himself used this equation to form the viscosity scale in his diagram, the BTDC.

The conclusion of this report is that it is possible to predict a viscosity for any given temperature and also for the reverse situation, i.e. find a temperature for any given viscosity. By describing the temperature dependence of the viscosity with a mathematical relationship, the viscosity can be described continuously over the whole temperature range. Knowing of the viscosity equations of the two components, the equation for any given blend can be calculated from the proportions in the mixture.

*Keywords: viscosity, bitumen, temperature, viscometer, WLF*



## **Förord**

Detta kandidatarbete har utförts i samarbete med Per Tyllgren, Svenskt VägCentrum, och Avdelningen för Vägbyggnad på Lunds Tekniska Högskola och är ett tillvalt arbete i årskurs 3 på civilingenjörsprogrammet Väg- och vattenbyggnad vid LTH.

Jag vill tacka min handledare Per Tyllgren som har hjälpt mig med upplägget av arbetet samt svarat på alla mina frågor. Vill tacka Jesper Palmér som har handlett mig i den praktiska delen utav arbetet, gett mig värdefulla tips samt korrekturläst rapporten.

Vidare vill jag tacka min examiner Ebrahim Parhamifar för de uppmuntrande kommentarerna och den hjälp jag fått. Tack Azur Kujundzic och Johan Lund för hjälp med praktisk handledning.

Sist vill jag uttrycka min tacksamhet gentemot mina föräldrar och min syster. Med tålmodiga öron har de lyssnat på mina funderingar både innan arbetet tog vid och under dess gång.

Lund, juni 2012

Isabell Erlandsson

## Innehåll

Abstract.....	i
Sammanfattning.....	ii
Summary.....	iv
Förord.....	vi
Innehåll.....	vii
1 Inledning.....	1
1.1 Bakgrund.....	1
1.2 Syfte.....	2
1.3 Metod.....	2
1.4 Avgränsningar.....	2
2 Grundläggande fakta.....	3
2.1 Reologi.....	3
2.1.1 Historik.....	3
2.1.2 Definition.....	3
2.2 Viskositet.....	3
2.2.1 Definition.....	4
2.2.2 Dynamisk och kinematisk viskositet.....	4
2.2.3 Enheter.....	5
2.2.4 Newtonska vätskor och icke-Newtonska vätskor.....	5
2.3 Bitumen.....	6
2.3.1 Framställning.....	6
2.3.2 Namngivning och gradering.....	7
2.3.3 Användningsområden.....	8
2.3.4 Reologiska egenskaper.....	8
2.4 Heukelomdiagram.....	9
2.5 WLF.....	10
3 Metod.....	12
3.1 Undersökta bitumensorter.....	12
3.2 Viskositetsmätning med Brookfield viskosimeter.....	13
3.2.1 Brookfield viskosimeter.....	13
3.2.2 Förberedelser.....	14

3.2.3	Stabiliseringstid .....	14
3.2.4	Mättemperatur och temperaturriktning.....	14
3.2.5	Spindelhastighet .....	15
3.2.6	Insamling av mätvärden .....	15
3.3	Studie om bitumen Newtonskhet.....	16
3.3.1	Syfte och hypotes .....	16
3.3.2	Avgränsningar .....	16
3.3.3	Genomförande .....	16
3.4	Penetrationstest .....	17
3.4.1	Förberedelser .....	17
3.4.2	Genomförande .....	17
3.5	WLF .....	18
4.	Resultat .....	20
4.1.	Syfte med mätningar och beräkningar .....	20
4.2.	Bestämning av konstanterna i WLF-formeln .....	20
4.3.	Studie av bitumens Newtonskhet .....	20
4.4.	Val av spindel.....	21
4.5.	Penetration.....	22
4.6.	Viskositetsmätningar med Brookfield viskosimeter .....	23
5.	Diskussion och förslag till fortsatt arbete .....	27
5.1.	Tillämpade matematiska formler .....	27
5.2.	Viskositetsmätningar .....	27
5.3.	Justering av Heukeloms BTDC-diagram .....	27
5.4.	Studier om Newtonskhet .....	27
5.5.	Övergång till dynamiska mätmetoder .....	27
5.6.	Rekommendationer och förslag till fortsatt arbete.....	28
	Referenslista .....	29

# 1 Inledning

## 1.1 Bakgrund

Genom destillation av råolja erhålls bitumen. Denna mörka och tjärliknande kolväteblandning används främst som bindemedel i asfaltblandningar, därav asfaltens vanligtvis svarta till rödbruna färg. Bitumen förekommer i olika kvaliteter, allt från styva till mjuka. För t.ex. vägbeläggningar är valet av bitumenkvalitet beroende på bl.a. klimat och andel tung trafik som förväntas trafikera vägen. Mjuka bitumen övergår från fast till flytande form vid lägre temperaturer än vad styva sorter gör. Det innebär att de mjuka varianterna är mer flexibla och är följsamma med underlagrets rörelser och det lämpar sig bra i t.ex. kalla klimat eftersom risken för sprickbildning minskar. För kraftigt belastade vägar är styvare bitumen ett lämpligare val eftersom beläggningen ska tåla belastning under en viss dimensionerad tid utan att deformeras i för stor utsträckning (Read&Whiteoak, 2003).

För att åstadkomma önskade egenskaper, t.ex. styvhet, hos bitumen är en normal process i tillverkningen att blanda komponenter med olika viskositeter. Med viskositet avses hur trögflytande en vätska, i detta fall bitumen, är. För några år sedan var en praktiserad metod vid asfalttillverkning att blanda två komponenter till avsedd kvalitet på plats. Det handlade då om halvvarm tillverkning av mjukasfalt, d.v.s. blandning under 120°C (Tyllgren 2012) (Nynas 2012a). I Danmark har denna teknik använts under flera år vid tillverkning av varmasfalt (> 120°C). Man har genom att av en mjuk och en styv sort blandat sig till mellanliggande kvaliteter. Med denna teknik behövs enbart två förvaringstankar ute på plats istället för att ha en tank för varje enskild bitumenkvalité, vanligtvis behövs då 4 tankar. Dessutom är en annan finess med blandningen att man kan precis välja den kvalitet man har behov av (Tyllgren 2012).

Det finns flera formler för att beräkna slutproduktens kvalitet, där samtliga formler är approximationer. Slutresultaten grundar sig på riktigheten i data som stoppas in i ekvationerna. I vissa fall kan man gissa och göra provblandningar som i efterhand kan justeras. Detta gäller dock inte i samtliga fall utan ibland måste man gissa rätt med en gång, t.ex. vid tillverkning av varmasfalt där det är svårt att i efterhand justera för att få den slutprodukt man önskar.

Tidigare har metoderna för att mäta bitumens egenskaper varit penetration (för bestämning av hårdhet), Kula&Ring (för bestämning av mjukpunkten, d.v.s. den temperatur då bitumen blir flytande) eller kapillärviskosimeter (mätning av viskositeten för flytande bitumen). Detta förutsätter dock att viskositeten ligger inom vissa gränser. Att länka samman resultaten från de olika metoderna kan ibland vara problematiskt, eftersom det är svårt att översätta resultat från en metod till en annan och sedan jämföra. Det är också svårt att bara jämföra resultaten från de olika metoderna.

Istället för att använda kapillärviskosimeter kan bitumens viskositet mätas med en så kallad rotationsviskosimeter. Detta instrument mäter den dynamiska viskositeten och tack vare att den har ett brett register kan de enskilda blandningskomponenterna mätas med samma instrument som deras olika blandningar. Sammanlänkningen underlättas genom användning av bara en mätmetod och precisionen förbättras i prediktionen av blandningarnas viskösa egenskaper. De tillämpade blandningsformlerna kan på så vis kontrolleras och eventuellt justeras för att de ska fungera bättre (Tyllgren 2012).

## 1.2 Syfte

Avsikten med detta arbete är att finna matematiska samband för att beskriva viskositetens temperaturberoende hos bitumen och sedan jämföra utfallet med uppmätta viskositetsvärden. Arbetet omfattar också undersökning av användbarheten av *dynamisk rotationsviskosimeter* för mätningar på bitumen.

## 1.3 Metod

Arbetet inleddes med litteraturstudier för att skaffa grundläggande kunskap inom berörda fack.

Mätinstrumentet som användes i arbetet tog tid att bekanta sig med, både hur den manuella körningen och hur programkörningen fungerade. Eftersom ingen tidigare vid LTH har kört med programmerad körning låg mycket fokus på detta arbetsbesparande tillvägagångssätt för att med programmets hjälp samla in stor mängd viskositetsdata för ett bitumenprov vid olika temperaturer.

Kontrollmätning av bitumen gjordes genom penetrationsmetoden eftersom det finns mycket erfarenhetsdata med denna metod.

Tillämpade matematiska formler, i detta fall WLF (William-Landel-Ferrys ekvation), har använts för att först beskriva viskositeten hos två kända bitumentyper, ett mjukt och ett styvt, och sedan prediktera viskositeten för deras blandningar. Predikteringarna jämfördes sedan med viskositetsmätningar för samtliga bitumensorter. Förutsättning att just WLF ska fungera är att bitumen har hastighetsoberoende egenskaper. Därför utfördes en studie, om än kortfattad, för att påvisa detta.

## 1.4 Avgränsningar

Studien är gjord på bitumen som är tillverkade av Nynas. Mätningarna är begränsade till bitumensorterna 50/70, 160/220, 330/430 samt de två eget tillverkade blandningarna mellan 50/70 och 330/430.

Beräkningar av predikterad viskositet för blandning mellan mjukt (330/430) och styvt (50/70) bitumen har skett genom tillämpning av William-Landel-Ferry ekvationen (WLF). Andra ekvationer kan tillämpas för fallet med bitumen, t.ex. Arrhenius ekvation, men i detta arbete är det avgränsat till WLF eftersom den också är tillämpbar på flytande polymerer som enbart har temperaturberoende viskositet.

## 2 Grundläggande fakta

För att få en överblick över vilka ämnesområden detta arbete omfattar presenteras i detta stycke de mest relevanta teoretiska grunderna. Vissa delar berörs bara kortfattat. Läsare som vill fördjupa kunskaperna hänvisas till refererad litteratur.

### 2.1 Reologi

#### 2.1.1 Historik

Ordet reologi härstammar från grekiskans ”lära” och ”flyta”. Vetenskapen har fått sitt namn av att reologernas första problem var att beskriva olika materials flytegenskaper. Definitionen har efterhand utvidgats allt eftersom reologin kom i kontakt med fler vetenskapsområden. Reologin griper in i en rad olika användningsområden, bl.a. hållfasthetslära, byggnadsstatik, geologi, livsmedelsproduktion, plastindustri, färgindustri och medicin (Nielsen, 1968).

#### 2.1.2 Definition

Dagens definition av reologi är vetenskapen om vätskors och fasta materials tids- och temperaturberoende deformationsegenskaper. Läran beskriver olika materials spännings-töjningsförhållande i viskösa och trögflytande såväl som i fasta tillstånd.

Storheter inom reologin är elasticitet, viskositet och plasticitet. Elastisk deformation beskrivs med elasticitetsmodulen  $E$ , viskös deformation med viskositeten  $\eta$  och plastiska deformation med konstant flytspänning. Dessa storheter kan kombineras, parallellt eller i serie, för att beskriva olika typer av materials egenskaper. Somliga material kan uppvisa både viskösa och elastiska egenskaper och dessa material kallas för viskoelastiska. På samma sätt finns material som har viskösa och plastiska egenskaper och dessa benämns viskoplastiska.

Om ett materials reologiska egenskaper är kända kan man i förväg beräkna deformationsförloppet för materialet i fråga. I många fall är deformationen beroende av temperaturen. Hos flera viskoelastiska material ändras elasticitetsmodulen  $E$  med ändrad temperatur. Det innebär att vid vissa temperaturer kan materialet övergå från ett tillstånd till ett annat, t.ex. från hårt och sprött till ett vätskeliknande. I andra fall kan deformationen vara beroende av hastigheten, så kan det vara med viskositeten. Hos vissa vätskor sjunker viskositeten, *vätskans motstånd gentemot rörelse*, ju snabbare den flyter. Detta beror på att det byggs upp en struktur i vätskan som underlättar för flytningen. Det tar dock en viss tid för vätskan att uppnå detta stadium (NE 2012a).

### 2.2 Viskositet

I detta arbete är viskositeten den del av reologin som berörs. Därför finns här ett avsnitt som enbart behandlar viskositet.

### 2.2.1 Definition

Viskositet är ett mått på hur trögflytande en vätska är. Det kan även beskrivas som det motstånd som en vätskans inre friktion ger upphov till (Heukelom, 1973). Denna inre friktion uppkommer när ett ”lager” av fluiden rör sig i relation till ett intilliggande ”lager”. Ju större friktion desto större kraft behövs för att orsaka rörelse, så kallad skjuvning.

Fluidier med hög viskositet, tillika stor inre friktion, kräver mer kraft för att röra sig än fluidier med låg viskositet. Därav kan man dra slutsatsen att ju högre viskositet, desto mer trögflytande är vätskan.

Viskositeten,  $\eta$ , definieras som:

$$\eta = \frac{\tau}{\gamma} \quad (\text{ekv.1})$$

där

$\eta$	viskositet [Ns/m <sup>2</sup> alt. mPa·s]
$\tau$	skjuvspänning [N/m <sup>2</sup> ]
$\gamma$	skjuvhastighet [s <sup>-1</sup> ]

Skjuvhastigheten  $\gamma$  beskriver den förändring i hastighet för vilket de intilliggande lagren rör sig i förhållande till varandra.

Skjuvspänningen  $\tau$  är ett mått på skjuvkraft per areaenhet:

$$\tau = \frac{F}{A} \quad (\text{ekv.2})$$

F	skjuvkraft [N]
A	area [m <sup>2</sup> ]

(Brookfield).

### 2.2.2 Dynamisk och kinematisk viskositet

*Dynamisk viskositet*, även kallat absolut viskositet, är en proportionalitetsfaktor för den kraft som krävs för att parallellförskjuta en yta relativt en annan. Rörelsen är påtvingad av yttre krafter.

Dynamisk viskositet kan mätas med metoder som *sliding plate viscometer* där en tunn film av en vätska (i storleken 5-50  $\mu\text{m}$ ) placeras mellan två plattor eller med *rotationsviskosimeter* där vridmomentet från en roterande cylinder i en temperaturkontrollerad behållare läses av. I detta arbete har den dynamiska viskositeten mätts med rotationsviskosimeter och metoden beskrivs mer ingående i avsnitt 3.2 (Read&Whiteoak. 2003).

*Kinematisk viskositet* anger hur snabbt en vätska rör sig genom en definierad öppning enbart med hjälp av sin egen vikt. Den är relaterad till dynamisk viskositet och sambandet dem emellan beskrivs enligt ekvationen:

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} \quad (\text{ekv.3a})$$

samt

$$\eta = \nu \cdot \rho \quad (\text{ekv.3b})$$

$\nu$             kinematisk viskositet  
 $\eta$             dynamisk viskositet  
 $\rho$             densitet

Den vanligaste metoden för att mäta kinematisk viskositet är med en så kallad kapillärviskosimeter som mäter den tid det tar för en bestämd mängd vätska att rinna genom en kapillär (*en förträngd passage*) vid en given temperatur (Read&Whiteoak, 2003).

### 2.2.3 Enheter

Enligt SI-systemet är enheten för dynamisk viskositet Pascal-sekund [Pa·s] och för kinematisk viskositet kvadratmeter per sekund [m<sup>2</sup>/s]. Båda typerna av viskositet har andra alternativa enheter, Poise [P] respektive Stoke [St]. Se tabell nedan.

**Tabell 2-1:** Enheter för dynamisk och kinematisk viskositet

	SI-enhet	Alternativ enhet
<b>Dynamisk viskositet</b>	Pascal-sekund [Pa·s]	Poise [P]
<b>Kinematisk viskositet</b>	Kvadratmeter per sekund [m <sup>2</sup> /s]	Stoke [St]

Dynamisk viskositet anges vanligtvis i milli-Pascal-sekunder, alternativt centi-Poise (Brookfield). Förhållandet de två enheterna emellan visas i tabellen nedan.

**Tabell 2-2: Förhållande mellan enheterna för dynamisk viskositet**

Pascal-sekund [Pa·s]	Poise [P]
<b>1 Pa·s</b>	10 P = 1 dP
<b>1 mPa·s</b>	1 cP

I denna rapport kommer enheten mPa·s att användas för dynamisk viskositet.

### 2.2.4 Newtonska vätskor och icke-Newtonska vätskor

När Isaac Newton arbetade med en formulering av viskositetens definition antog han att alla material, vid en given temperatur, har en viskositet  $\eta$  som är oberoende av skjuvhastigheten,  $\gamma$ . Det visade sig senare att Newton bara delvis hade rätt.



*Newtonska vätskor* är vätskor utan elasticitet och där skjuvspänningen  $\tau$  är proportionell mot skjuvhastigheten  $\gamma$ . Viskositeten  $\eta$ , ( $\tau/\gamma$ ), för en fluid förblir konstant även om skjuvhastigheten varierar. De har alltså fått sin benämning av att de besitter just de egenskaper som Newton formulerade i sin definition. Exempel på vätskor som har dessa egenskaper är vatten och tunna motoroljor (Brookfield). Även bitumen kan betraktas ha newtonska egenskaper, men det gäller främst vid viskositeter under 10 000 000 mPa·s (Heukelom, 1973).

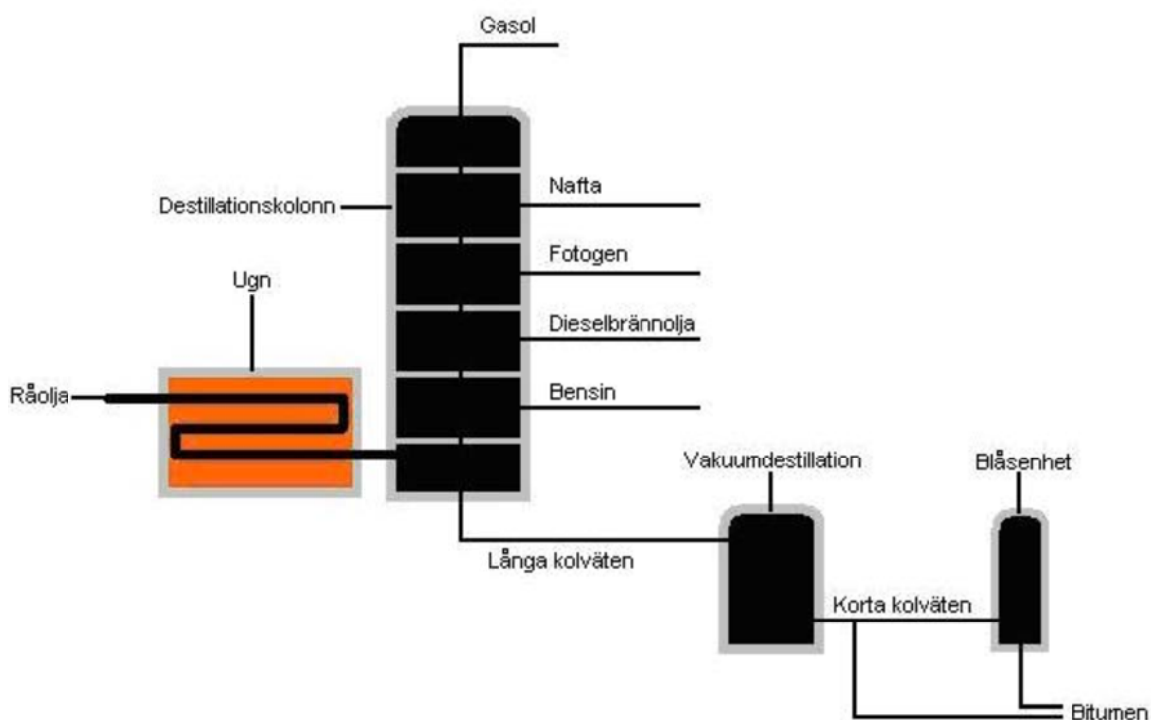
*Icke-Newtonska vätskors* viskositet är beroende av hastigheten. Om skjuvhastigheten varierar förändras inte skjuvspänning med samma proportioner och den behöver dessutom inte gå i samma riktning, d.v.s. en ökning eller minskning. Viskositeten för sådana fluider vill därför ändras med ändrad skjuvhastighet. Det innebär att tidfaktorn har inverkan på vätskans trögflutenhet, exempelvis s.k. tixotropa färger som är lättflytande vid omrörning och styvare i vila (Brookfield).

## **2.3 Bitumen**

### **2.3.1 Framställning**

Bitumen består av en blandning av kolväten som framställs genom destillation av råolja. *Det kan även påträffas naturligt, dock i liten skala.* De tydligaste karaktärsdragen hos bitumen är den rödbruna till svarta färgen och dess bindande förmåga. Denna fraktion av olja används bl.a. till väg- och takbeläggningar (Read&Whiteoak, 2003).

Vid destillation separeras råoljans olika komponenter, lätta kolväten med låga kokpunkter så som gaser utvinns högst upp i destillationsanläggningen och tunga kolväten med höga kokpunkter tas ut längst ner. Genom att destillera de tunga kolvätena ytterligare en gång erhålls gasolja, destillat och rester av korta kolväten. Med de korta kolväten som utgångsmaterial kan olika bitumensorter med olika egenskaper framställas. Mängden bitumen i råoljan beror på dess ursprung (Read&Whiteoak, 2003).



Figur 2-1: Principiell bild över framställning av bitumen (Efter Read&Whiteoak, 2003)

### 2.3.2 Namngivning och gradering

Bitumen namnges efter dess egenskaper och kvalitet. Shell Bitumen Handbook (2003) anger några vanligt förekommande typer av namngivningar/graderingar:

- Penetration grades
- Oxidised and hard grades
- Cutback grades

De första två graderingsmetoderna karakteriseras av penetration och mjukpunkt medan den sist nämnda karakteriseras av viskositet (Read&Whiteoak, 2003).

Penetrationen är definierat som det avstånd en nål tränger genom ett bitumenprov vid en angiven temperatur och under en viss tid. Ju lägre penetrationstal desto styvare bitumen. Enheten anges i 1/10 mm, även kallat deci-millimeter [dmm] (Read&Whiteoak, 2003).

Vid uppvärmning mjuknar bitumen gradvis, ingen tydlig smältpunkt finns utan istället karakteriseras övergången från styv till mjuk konsistens med den s.k. mjukpunkten. Det finns flera metoder som kan mäta vid vilken temperatur denna övergång sker, den mest kända är Kula&Ring (Heukelom, 1973). Metoden går kortfattat ut på att en stålkula placeras på en bitumenfylld mässingring vilken man låter värma upp. Temperaturen då

kulan sjunker genom bitumenet benämns mjukpunkt. Mjukpunkten anges i intervall för respektive bitumensort (Read&Whiteoak, 2003).

### 2.3.3 Användningsområden

Bitumen används främst som bindemedel i asfaltmassor till vägbeläggningar. När bitumen är varmt vidhäftar den lätt till andra material och behåller sedan vidhäftningen vid avsvälning. Det är därför det fungerar bra som lim mellan stenmaterialet i en asfaltmassa.

Beroende på klimat, underlag och trafikbelastning väljs en bitumensort som fungerar för just det rådande förhållandet. I länder med varmt klimat är t.ex. ett styvt bitumen ett lämpligt val så att inte värmen orsakar att vägbeläggningen deformeras eller blöder. Om ett styvt bitumen används i kalla klimat finns risk att sprickor uppkommer på grund av termisk krympning, t.ex. frost. För en tung trafikerad väg är det vanligt att ett styvare bitumen används eftersom beläggningen ska tåla den stora belastningen (Read&Whiteoak, 2003).

### 2.3.4 Reologiska egenskaper

Bitumens reologiska egenskaper bestäms av den kemiska uppbyggnaden och den fysiska strukturen hos de ingående molekylerna. Formen av den inre strukturen är starkt beroende av molekylernas kemiska sammansättning. Till största delen består bitumen av kolväten, men det finns också funktionella grupper som innehåller svavel, kväve och syre. Det kan även finnas spår av metaller så som nickel, järn, magnesium och kalcium. Metallerna förekommer bl.a. i form av oorganiska salter och oxider.

Varmt bitumen är en fluid som lätt vidhäftar andra material. Efter avsvälning blir det halvfast och flexibelt och vid riktigt låga temperaturer blir det hårt och sprött, vilket kan begränsa användningen. Små sprickor kan emellertid självläka när temperaturen stiger igen.

Bitumens hanterbarhet beror på dess viskositet. Vid vägbyggnad finns olika optimala viskositetsnivåer för de olika processerna (blandning, utläggning och packning) (Read&Whiteoak, 2003). I tabell 2-3 visas viskositetsnivåer för respektive hanteringsmoment av en asfaltmassa.

**Tabell 2-3:** Viskositetsnivåer för olika moment (källa Tyllgren 2012b)

Moment	Viskositet [mPa·s]
Blandning	200
Utläggning	1 000
Packning	5 000

Tolkning av värdena är att bitumen har lägst viskositet och därmed är som mest lättflytande vid blandning. Viskositeten ökar sedan för nästkommande moment.

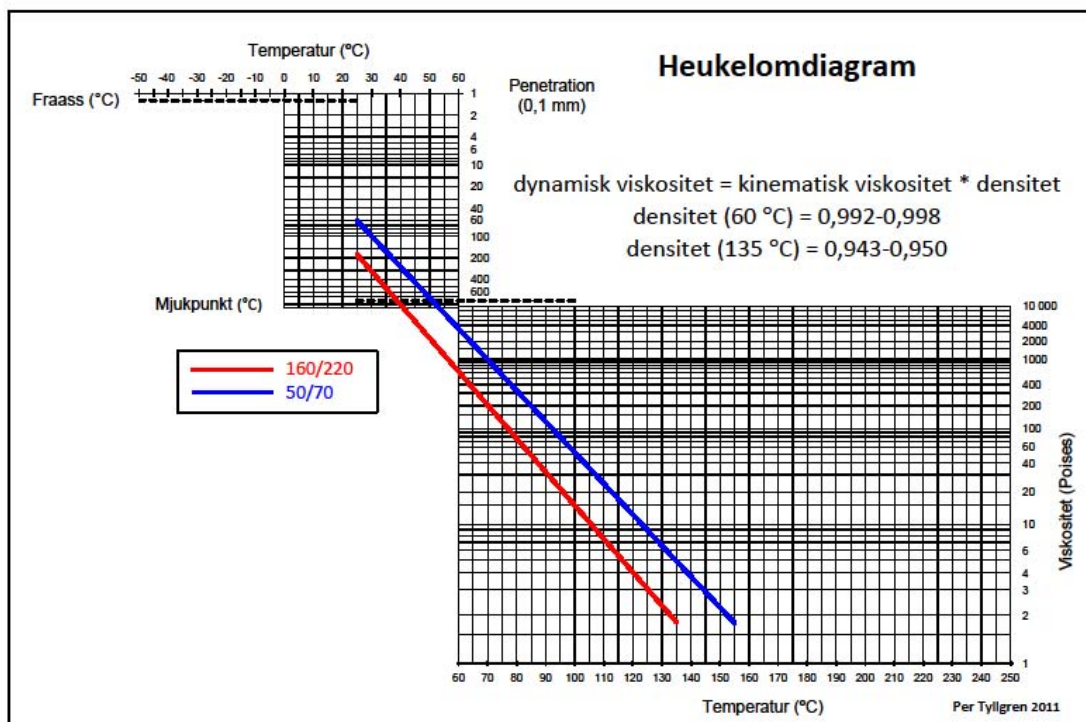
Beroende på kvaliteten hos bitumen varierar temperaturen för att uppnå tillräckligt lättflytande egenskaper. I vissa fall tillsätts tillsatsmedel för att t.ex. justera den hanterbara temperaturen hos en asfaltmassa. I och med detta är det möjligt att lägga ut asfaltmassor vid lägre temperaturer (NE, 2012b).

Vid temperaturer som gör bitumen lättflytande, t.ex. över mjukpunkten kan de betraktas som Newtonska, d.v.s. hastighetsberoende, men vid avsvälning kan eventuellt en ökning i ett icke-Newtonskt beteende utvecklas. Orsaken till detta uppförande är att molekylernas sammanhållning sinsemellan förstärks ju svalare bitumenet är (Read&Whiteoak, 2003).

## **2.4 Heukelomdiagram**

Willem Heukelom utvecklade i slutet av 1960-talet ett system som beskriver ett bitumens viskositet som en funktion av temperaturen. Systemet bygger på resultat från tester av viskositet, mjukpunkt, penetration och Fraass breaking point (ett test under 0°C som anger vid vilken temperatur ett bitumen spricker). Heukeloms diagram sammanställer de fyra testerna i ett och samma diagram, som Heukelom själv benämner BTDC, *Bitumen Test Data Chart*.

Diagrammet har en horisontell skala för temperatur och två vertikala skalor, en för penetration och en för viskositet. Temperaturskalan är linjär, penetrationskalan är logaritmisk och viskositetsskalan har utformats med särskilda konstanter på ett sådant sätt att inmatade värden från testerna bildar en rät linje. Detta gäller för de flesta bitumen som är graderade av penetration, d.v.s. penetrationsbitumen. Längs linjen är det sedan möjligt att inter- och extrapolera värden med en viss precision. På så vis är det möjligt att prediktera hur temperatur och viskositet förhåller sig till varandra för ett brett temperaturregister (Read&Whiteoak, 2003).



**Figur 2-2:** Heukelomdiagram med värden för 50/70 och 160/220 (bearbetad av Tyllgren 2011)

Heukelomdiagrammet är ett användbart verktyg för att hitta en lämplig viskositet för bitumen vid en given temperatur, t.ex. för tillverkningen och i vägbeläggningen. Diagrammet kan även användas för att jämföra temperatur och viskositet mellan olika bitumensorter (Read&Whiteoak, 2003).

## 2.5 WLF

Relationen mellan temperatur och polymera vätskors viskositet har formulerats i flera samband och ett exempel är den så kallade Williams-Landel-Ferry-ekvationen, förkortas WLF (Heukelom, 1973). I en artikel från 1955 (W.L.F, 1955), författad av de tre personer som namngav ekvationen, definieras relationen enligt följande:

$$\log(a_T) = \frac{-C_1 \cdot (T - T_{ref})}{C_2 + (T - T_{ref})} \quad (\text{ekv.4})$$

där

$C_1$  och  $C_2$     Konstanter  
 $T$                 Temperatur [°C]  
 $T_{ref}$              Referenstemperatur [°C]

samt

$a_T$  skiftfaktor som för Newtonska polymera vätskor kan beräknas enligt:

$$a_T = \frac{\eta}{\eta_{ref}} \quad (\text{ekv.5})$$

$\eta$  viskositet

$\eta_{ref}$  referensviskositet

Konstanterna  $C_1$  och  $C_2$  är olika för varje ämne och de numeriska värdena på dem beror på valet av referensviskositet och referenstemperatur (Heukelom, 1973). Artikeln från 1955 (W.L.F, 1955) anger empiriskt uppskattade värden på konstanterna till 8,86 respektive 101,6 och om referensvärdena väljs på lämpligt sätt kommer konstanterna att hamna runt 9 respektive 100.

Ekvation 4 har visat sig vara tillämpbar för alla sorters bitumen där viskositeten är lägre än 10 000 Pas. För samtliga bitumen ligger temperaturen för denna viskositet över mjukpunkten, som tidigare nämnt bestäms med Kula&Ring. Det har även visat sig att WLF-ekvationen även kan användas för vissa bitumensorter och blandningar med viskositeter upp mot 10 000 000 Pas (Heukelom, 1973).

Heukelomdiagrammets viskösa y-axel är framtagen med WLF-sambandet och gäller enbart för flytande bitumen. Heukelom anpassade i sitt diagram y-axeln för flytande bitumen efter empiriskt uppskattade värden, 8,5 och 115, på konstanterna  $C_1$  respektive  $C_2$ , så att diagrammet ger rätta viskositetslinjer för vanligt bitumen. Som referenstemperatur valde Heukelom mjukpunkten men det går bra att ansätta referenstemperaturen till andra värden som anses vara lämpliga. Mätningar och resultat påverkas inte av detta men däremot konstanterna  $C_1$  och  $C_2$  i WLF-ekvationen (Tyllgren 2012).

### 3 Metod

I detta kapitel beskrivs och presenteras de undersökta bitumensorterna och de metoder som har använts för mätning av viskositet. Även begrepp som hör mätmetoderna till beskrivs i detta avsnitt.

#### 3.1 Undersökta bitumensorter

De bitumensorter som undersöktes i detta arbete är av typen penetrationsbitumen. Tabell 3-1 visar penetration och mjukpunkt för samtliga typer. Värdena är hämtade från varje sorts respektive produktblad på leverantörens hemsida (Nynas 2012).

**Tabell 3-1:** Penetration och mjukpunkt för tre undersökta bitumensorter

Bitumenbeteckning	Penetration [dmm]	Mjukpunkt [°C]
50/70	50-70 (vid 25°C)	46-54
160/220	160-220 (vid 25°C)	35-43
330/430	90-170 (vid 15°C)	Ej angivet

Av tabellen framgår att bitumensorten 50/70 har en penetration mellan 50-70 1/10 mm (alltså 5-7 mm) och en mjukpunkt runt 50°C. Detta bitumen är styvt och det märks tydligt vid jämförelse med de andra två sorternas penetration och mjukpunkt. Penetrationen för 330/430 är utförd vid 15°C istället för 25°C, som gäller för de flesta standardfall. För penetrering som förväntas överstiga 330 1/10 mm kan temperaturen vid testets utförande reduceras, men tiden och lasten förblir oförändrade (SS-EN 1426).

Mjukpunkten för 330/430 var inte angiven i produktbladen, med handledare Per Tyllgrens hjälp uppskattades den till ungefär 31°C. Viskositeten vid mjukpunkten anses vara 1 300 000 mPa·s (Heukelom, 1973) och med värden för temperaturer med viskositeter närmast över och under kan mjukpunkten beräknas genom interpolation (Tyllgren 2012). Mjukpunkten är av intresse att mäta vid eftersom övergången från styvt till mjuk konsistens sker runt denna temperatur.

Utöver de rena bitumensorterna undersöktes två blandningar. De två blandningarna innehöll olika proportioner av det styva bitumenet 50/70 och det mjuka 330/430, se tabell 3-2.

**Tabell 3-2:** Proportioner för blandning 1 och 2

	Andel 50/70 [vikt%]	Andel 330/430 [vikt%]
Blandning 1	67	33
Blandning 2	33	67

Uppskattning av mjukpunkt och viskositet för blandningarna togs fram enligt samma beräkningsgång som för 330/430.

## 3.2 Viskositetsmätning med Brookfield viskosimeter

### 3.2.1 Brookfield viskosimeter

För mätning av viskositeten hos bitumen användes ett mätinstrument av sorten BROOKFIELD VISCOMETER DV-II+ Pro EXTRA (se figur 3-1). Denna typ av instrument används inom en rad olika områden, t.ex. kosmetika-, plast-, läkemedels- och livsmedelindustrin samt i viss mån för oljeprodukter. Inom oljeindustrin har rotationsviskosimetrar endast betraktas som ungefärliga och har inte fått någon särskild hög status när det gäller mätning av viskositet (Tyllgren 2012).



**Figur 3-1:** Brookfield viscometer DV-II+ Pro EXTRA

I instrumentets utrustning ingår ugn, spindlar (roterande cylindrarna, se figur 3-2), temperaturkontrollerare och teströr. Mätningen går kortfattat till som så att maskinen centreras och nollställs, spindeln fästs i maskinen och sänks ner i teströret med vätskan/bitumenet. Mätresultatet visas antingen direkt på skärmen på mätinstrumentet eller via dataprogram, t.ex. Rheocalc.



**Figur 3-2:** Spindel SC4-27 (över) och spindel SC4-21 (under)

Varje spindel har ett eget intervall för mätbara viskositetsvärden. De spindlar som använts har benämningarna SC4-21 och SC4-27 och ska klara att mäta viskositeter



mellan 25-500 000 mPa·s respektive 125-2500 000 mPa·s enligt medföljande specifikation till Brookfield viskosimeter. Vid varje mätning anges vilken spindeltyp som ska användas.

### 3.2.2 Förberedelser

Värm bitumen och håll i provkopp. Volymen/mängden bitumen i provkoppen beror på vilken spindel som ska användas. Från tidigare arbete med Brookfield viskosimeter har lämpliga volymer/vikter bitumen tagits fram för de två spindlarna, SC4-21 och SC4-27, se tabell 3-3 (Referens: Jesper och Elmer).

**Tabell 3-3:** Volym/vikter bitumen olika spindlar

Spindel	Volym/vikt
SC4-21	8 ml/7,6 g
SC4-27	10,5 ml/10 g

Densiteten för bitumen är varierande och är i storleksordningen 0,99 - 1,1 g/cm<sup>3</sup>. Dessa värden gäller för 50/70 såväl som för 160/220 (Nynas 2012). Densiteten vid beräkningen av volym/vikt är uppskattad till 1,05 g/cm<sup>3</sup>.

Blandning 1 och 2 tillverkades i V-husets Vägbyggnadslabb vid LTH i maj 2012. De två ingående bitumensorterna värmdes och 1 del av en sort blandades med 2 delar av den andra. Likaså gällde för omvända proportioner. Blandningarna rördes om och ställdes in i ugn för att svalna på eftervärme.

### 3.2.3 Stabiliseringstid

Innan avläsning av viskositet måste bitumenprovet få tid att hinna stabilisera sig, s.k. *stabiliseringstid*. Efter stabiliseringstiden är viskositeten konstant alternativt varierar inom ett visst intervall och hur lång tid det tar beror på temperatur och eventuella tillsatsmedel, t.ex. vax. För låga viskositeter (< 3 000 mPa·s) är stabiliseringstiden relativt kort och förlängs vid högre viskositet. Den generella stabiliseringstiden för bitumen är 20 minuter (Tyllgren 2012).

### 3.2.4 Mättemperatur och temperaturriktning

Temperaturen för mätningarna för respektive bitumensort visas i tabell 3-4.

**Tabell 3-4:** Temperaturer för mätningar på olika bitumensorter/blandningar

Bitumensort	Lägsta temp. [°C]	Högsta temp. [°C]
50/70	50	160
160/220	37	130
330/430	31	120
67% 50/70 + 33% 330/430	42	150
33% 50/70 + 67% 330/430	36	140

Alla mätningar genomfördes under avsvälning. Vissa ämnen och blandningar uppvisar olika respons beroende på temperaturriktning, detta fenomen kallas för *hysteresiseffekt*. Övergången mellan fast och mjukt tillstånd kan ligga vid olika temperaturer för ett och samma ämne eller blandning beroende om temperaturen ökar eller sjunker. Rent bitumen uppvisar normalt inte denna egenskap. Mätresultaten är desamma oavsett temperaturriktning. Det generella temperaturförloppet för asfalttillverkning är avsvälning, t.ex. vid utläggning av asfaltmassa (Tyllgren 2012). Därför utförs mätningarna i detta arbete i samma riktning för det fall att hysteresiseffekt ändå skulle förekomma.

Varje mätning värmdes upp till 10°C över starttemperaturen, tillika den högsta temperaturen för mätningen. För var 10:e °C samlades viskositetsvärden under minst 20 minuter in och det skedde efter att bitumenet har stabiliserats.

### 3.2.5 Spindelhastighet

Lämpligt varvtal bestäms av vridmoment, på engelska *torque*, som kommer av vätskans motstånd mot rörelse. Motståndets storlek beror i sin tur på viskositeten. För att viskosimetern ska kunna avläsa viskositeten ska vridmomentet ligga mellan 10-90 % av instrumentets maximala utslag. För en given spindel motsvaras ett varvtal och ett *torque*-värde av ett viskositetsvärde. Det kan också uttryckas enligt följande formel:

$$\text{Vridmoment/torque} = \frac{\text{aktuell viskositet}}{\text{maximal viskositet för spindel vid givet varvtal}}$$

(Brookfield, Rheocalc).

Om vridmomentet visar ett för högt värde justerar man det genom att sänka varvtalet och för det omvända, om vridmomentet är för lågt ökar man varvtalet.

Hastigheten eller varvtalet (RPM, Revolutions Per Minute) påverkar inte själva viskositetsmätningen om vätskan uppvisar hastighetsoberoende egenskaper Newtonskt (se kapitel 3.3). Syftet med valet av varvtal är att mätetalet för vridmotståndet måste hamna inom instrumentets mätområde annars blir det ingen avläsning.

Om bitumen inte skulle uppvisa Newtonska egenskaper får man kanske ta till matematiska samband som också beskriver ett ämnes tids- och hastighetsberoende. Det blir då genast mer komplicerat.

### 3.2.6 Insamling av mätvärden

Viskositeten avlästes med hjälp av programvaran Rheocalc V3.2. Programmet kan användas vid manuella körningar såväl som vid programmerade. Vid tidigare arbeten med Brookfield viskosimeter har mätdata samlats in manuellt. I detta arbete användes istället enkla programmerade körningar för insamling av data.

För varje temperatur samlades 20-40 mätvärden in efter att bitumenprovet stabiliserats. Antalet mätvärden beror på viskositeten. För låga viskositeter samlades färre mätvärden in eftersom bitumenet uppvisade stabila värden utan variation kort tid efter stabiliseringstiden. Vid höga viskositeter kunde mätvärdet variera, därför samlades fler mätvärden in vid dessa viskositeter.

Av de insamlade mätvärdena för respektive temperatur valdes medianen som representativt värde. Ifall någon mätning skulle uppge ett kraftigt avvikande mätvärde så påverkas inte medianen av det i samma grad som medelvärdet gör (SCB, 2012).

### 3.3 Studie om bitumen Newtonskhet

Denna studie kan upplevas som en separat studie i detta arbete. Dess huvuduppgift är att påvisa egenskaper hos bitumen som möjliggör tillämpningen av det valda matematiska sambandet.

#### 3.3.1 Syfte och hypotes

Syftet med studien är att påvisa att bitumen kan betraktas som en Newtonsk vätska, d.v.s. att viskositeten inte är beroende av hastigheten eller varvtalet. Det matematiska sambandet enligt WLF förutsätter detta oberoende eftersom det inte finns någon hastighetsvariabel i formeln. Detta oberoende av hastighet måste också gälla vid högre viskositeter runt mjukpunkten för att WLF-sambandet ska vara användbart.

Om bitumen är Newtonskt kommer förhållandet mellan hastighet och vridmoment se ut enligt följande:

**Tabell 3-5:** Hypotetisk relation mellan vridmoment och hastighet

	<b>25 % vridmoment</b>	<b>50 % vridmoment</b>	<b>75 % vridmoment</b>
<b>Hastighet</b>	v	2·v	3·v

Där v betecknar den hastighet som vid en viss vald temperatur har ett vridmoment på 25 %. Ökningen av hastigheten ska motsvaras av samma ökning av vridmomentet vid Newtonskhet.

#### 3.3.2 Avgränsningar

Studien avgränsas till tre temperaturer; 31 (ungefär mjukpunkten), 60 samt 90°C. Typ av bitumen är den mjuka 330/430 och samtliga mätningar är gjorda i ett och samma bitumenprov och en mätdataserie är uppmätt för varje temperatur. Variabeln i undersökningen är enbart hastigheten och viskositeten mäts med Brookfield viskosimeter.

#### 3.3.3 Genomförande

För varje temperatur tas hastigheten vid ungefär 25 % vridmoment fram manuellt. Denna hastighet används sedan som utgångspunkt för uppskattning av hastigheterna för dubbelt respektive tre gånger så stort vridmoment. Vridmomenten 25, 50 och 75 % i har

valts att utgå ifrån ty de ligger inom instrumentets mätbara område. Tabell 3-6 visar de uppskattade hastigheterna vid de tre vridmomenten. Hastigheten vid ca 25 % vridmoment har tagits fram manuellt och de resterande två är beräknade enligt hypotesen.

**Tabell 3-6:** Gissade hastigheter vid olika vridmoment

<b>Temp. [°C]</b>	<b>Hastighet vid ca 25 % vridmoment [RPM]</b>	<b>Hastighet vid ca 50 % vridmoment [RPM]</b>	<b>Hastighet vid ca 75 % vridmoment [RPM]</b>
<b>31</b>	0,03	0,06	0,09
<b>60</b>	2,1	4,2	6,3
<b>90</b>	34	68	102

### 3.4 Penetrationstest

Penetrationstestet används för att fastställa ett bitumens konsistens. Testet har sitt ursprung från 1800-talets slut och att den fortfarande används idag beror på att metoden är snabb och enkel (Heukelom, 1973). Resultatet från testet ger namn åt de bitumensorter som är graderade efter ”penetration grade”, d.v.s. penetrationsbitumen (Read&Whiteoak, 2003).

#### 3.4.1 Förberedelser



**Figur 3-3:** Provkopp med bitumen ovanifrån och från sidan.

Värm bitumen och häll i provkopp, se figur 3-3. Provkopparna som har använts i detta fall har en diameter på 60 mm och är 60 mm höga. Ställ provkopparna i ugnen och låt svalna på eftervärme. Då minskar risken för att luftbubblor ska uppkomma i bitumenet. Ytan ska vara helt slät för att mätningen ska kunna genomföras korrekt.

#### 3.4.2 Genomförande

Testet går ut på att en nål av specifik dimension penetrerar ett prov av bitumen med en känd last (100 g) och vid en fixerad temperatur (25°C) under en viss tid (5 sekunder). Siffrorna som anges inom parenteserna är de värden som normalt sett används. Penetrationen är definierad som det avstånd som nålen tränger sig genom bitumenet.

Enheten är deci-millimeter [dmm], alternativ beteckning [1/10 mm]. Ju lägre penetrationstal desto styvare bitumen (Read&Whiteoak, 2003).



**Figur 3-4: Provkopp med bitumen placerad i vattenfylld behållare (25°C) och nål**

Det är viktigt att testet utförs under stor noggrannhet och precision. En liten variation kan orsaka stora skillnader i resultatet. Att nålarna är raka och rena ska kontinuerligt kontrolleras liksom utrustningens inställbara funktioner så som tid och temperatur. Penetrationstestets mätbara intervall ligger inom 2-500 1/10 mm, mindre eller större värden kan inte bestämmas med tillräcklig noggrannhet (Read&Whiteoak, 2003).

Enligt den svenska standarden SS-EN 1426 får temperaturen på bitumenproven endast avvika 0,15°C från den fixerade temperaturen. Provkoppar av just den dimension (höjden 60 mm) som använts i detta arbete ska stå i rätt tempererat vattenbad i 90 till 120 minuter innan testet påbörjas.

För varje bitumenprov genomförs tre mätningar med tre separata nålar på bitumenprovets yta. Nålarna ska träffa ytan 10 mm från kanten eller intilliggande mätpunkt. Använd en ren nål för varje mätning. Om testet utförs utanför vattenbadet ska det ske inom 2 minuter (SS-EN 1426). Medelvärdet av de tre mätningarna avrundas till närmaste heltal och anger penetrationen (Read&Whiteoak, 2003).

### **3.5 WLF**

Formeln för polymera vätskor som presenterades av Williams, Landel och Ferry 1955 (ekvation 4 i avsnitt 2.5) innehåller två konstanter  $C_1$  och  $C_2$ , som är olika för varje ämne och referenstemperatur. De kan bestämmas genom att mäta viskositeten vid ett antal temperaturer och därefter beräknas en teoretisk viskositet med antagna värden på  $C_1$  och  $C_2$ . Skillnaden mellan beräknad och uppmätt viskositet beräknas för varje provad temperatur och kvadraten på skillnaden summeras. Olika värden på  $C_1$  och  $C_2$  provas

och när kvadratsumman når sitt minimum har man funnit den bästa passningen och en matematisk beskrivning av vätskans viskösa temperaturberoende med hjälp av WLF-formeln. Tekniken kallas för *minsta-kvadrat-metoden* och tillhör ämnesområdet numerisk analys.

Arbetet kan vara tidsödande men det finns ett arbetsbesparande hjälpmedel i Excel som kallas *solver* eller *problemlösaren*. Allt man behöver göra är att sätta upp beräkningen av kvadratsumman och ge programmet närliggande startvärden på  $C_1$  och  $C_2$  så gör programmet resten, d.v.s. hittar bästa passningen.

För samtliga bitumensorter och blandningar väljs referenstemperatur,  $T_{ref}$ , till mjukpunkten, där viskositeten och i detta fall tillika referensviskositet är 1 300 000 mPa·s.

## 4. Resultat

### 4.1. Syfte med mätningar och beräkningar

Repetition av utredningens syfte, vilket är att finna ett sätt att på teoretisk väg beräkna viskositeten hos blandningar av två olika bitumensorter. Det sker i följande steg:

1. Viskositetsmätning i täta temperatursteg från ca 200 mPa·s till strax över mjukpunkten, 1 300 000 mPa·s av bitumenkvaliteterna 330/430 och 50/70
2. Kurvorna beskrivs matematiskt efter passningsberäkning med WLF-formeln
3. Viskositetsmätning av två blandningar med 67/33 % respektive 33/67 %
4. Matematisk beskrivning av motsvarande blandningar
5. Jämförelse av resultaten.

### 4.2. Bestämning av konstanterna i WLF-formeln

Ju fler mätningar som passningsberäkningen bygger på desto bättre efterliknar formelberäkningarna verkligheten. Även om WLF-formelns betraktas som en bra approximation kan den dock inte helt efterlikna verkligheten. Om det t.ex. finns en smältpunkt i det studerade temperaturintervallet blir det problem. WLF klarar av små, stegvisa förändringar men inte plötsliga och stora. Därför fungerar den bara på rent bitumen, som alltså saknar smältpunkt.

### 4.3. Studie av bitumens Newtonskhet

En förutsättning för att WLF-formeln ska kunna beräknas med hjälp av en rotationsviskosimeter är att vätskan är Newtonsk. Denna egenskap visar sig genom att mätetalet på viskositeten blir det samma vid en given temperatur även om varvtalet ökas. Vridmotståndet ökar men det ska öka linjärt med varvtalsökningen.

För att studera bitumens Newtonska egenskaper undersöktes kvaliteten 330/430 över det viskositetsintervall som är aktuellt för alla sorterna. Resultaten framgår av tabellerna 4-1, 4-2 och 4-3 nedan, som visar teoretiskt och uppmätt vridmoment för 330/430 vid tre undersökta temperaturer (31, 60 och 90°C).

Tabell 4-1 Mätvärden för 31°C

Hastighet	0,03 RPM	0,06 RPM	0,09 RPM
Teoretiskt vridmoment	22,2 %	44,4 %	66,6 %
Uppmätt vridmoment	22,2 %	42,9 %	63,8%
Viskositet	1 850 000 mPa·s	1 787 500 mPa·s	1 772 222 mPa·s
Skjuvspänning	18,87 N/m <sup>2</sup>	36,47 N/m <sup>2</sup>	54,23 N/m <sup>2</sup>
Skjuvhastighet	0,01 s <sup>-1</sup>	0,02 s <sup>-1</sup>	0,03 s <sup>-1</sup>

Tabell 4-2 Mätvärden för 60°C

Hastighet	2,1 RPM	4,2 RPM	6,3 RPM
Teoretiskt vridmoment	22,5 %	45,0 %	67,5 %
Uppmätt vridmoment	22,5 %	45,2 %	67,6 %
Viskositet	26 786 mPa·s	26 905 mPa·s	26 825 mPa·s
Skjuvspänning	19,13 N/m <sup>2</sup>	38,42 N/m <sup>2</sup>	57,46 N/m <sup>2</sup>
Skjuvhastighet	0,71 s <sup>-1</sup>	1,43 s <sup>-1</sup>	2,14 s <sup>-1</sup>

Tabell 4-3 Mätvärden för 90°C

Hastighet	34 RPM	68 RPM	102 RPM
Teoretiskt vridmoment	23,9 %	47,8 %	71,7 %
Uppmätt vridmoment	23,9 %	47,6 %	71,1 %
Viskositet	1 757 mPa·s	1 750 mPa·s	1 743 mPa·s
Skjuvspänning	20,32 N/m <sup>2</sup>	40,46 N/m <sup>2</sup>	60,44 N/m <sup>2</sup>
Skjuvhastighet	11,56 s <sup>-1</sup>	23,12 s <sup>-1</sup>	34,68 s <sup>-1</sup>

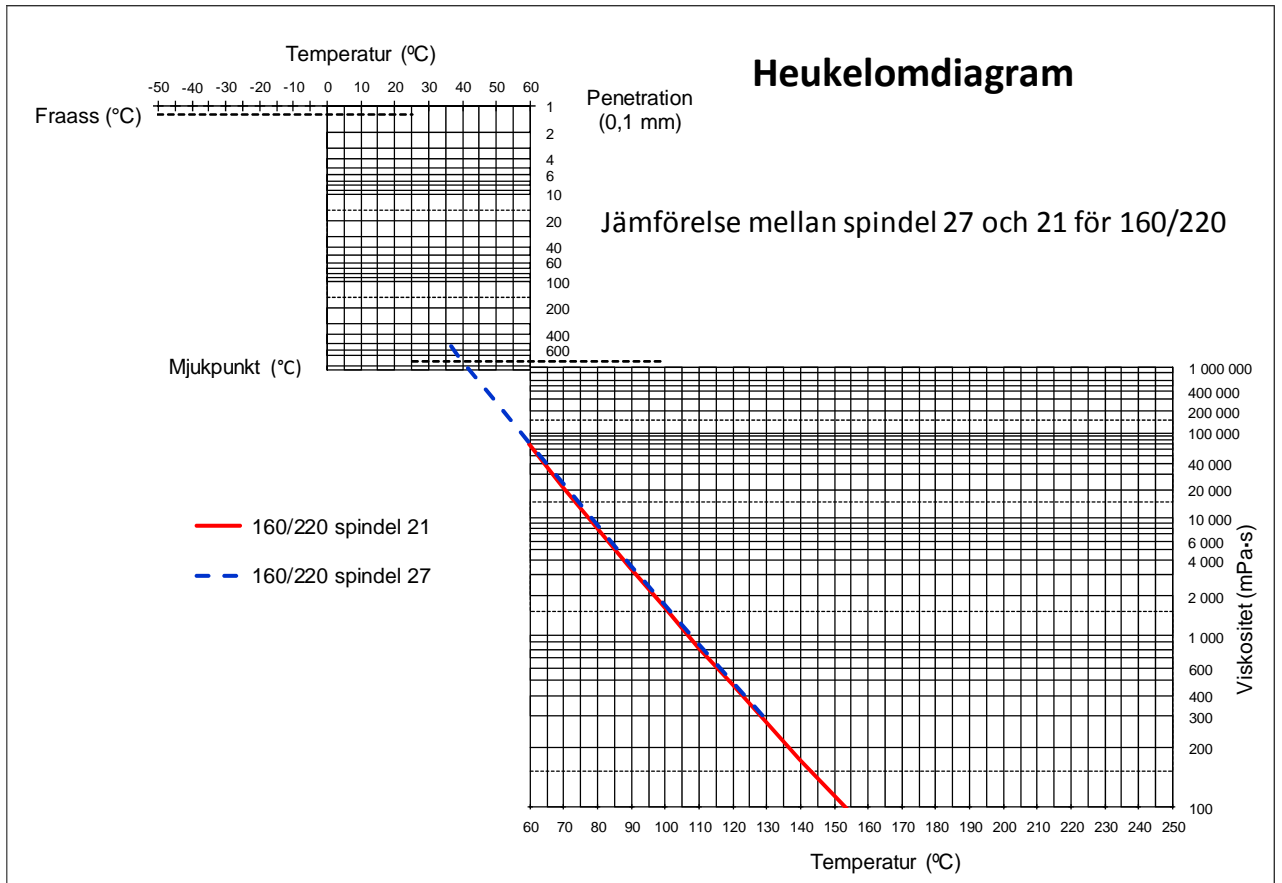
### Kommentar

Vid 1750 och 27 000 mPa·s ökar vridmotståndet närmast exakt med varvtalsökningen och viskositeten är densamma. Bitumenet uppträder därmed Newtonskt på de här nivåerna. På nivån 1 800 000 mPa·s ökar vridmotståndet lite mindre än hastighetsökning men skillnaden är marginell. Det får till följd att viskositeten minskar något med ökat varvtal. Minskningen är så liten att den kan förklaras av att precisionen i inställningen av varvtalet inte är densamma vid låga varvtal (0,03 – 0,09 RPM) som vid de andra mätningarna. Den lilla avvikelserna motbevisar inte hypotesen att bitumen har ett Newtonskt uppträdande vid den höga viskositeten. Påståendet håller för syftet i den här utredningen men för ett allmänt och säkert ställningstagande krävs fler mätningar.

### 4.4. Val av spindel

I tidigare mätningar framkom att alla sammanbundna viskositetslinjer, som tagits fram med en rotationsviskosimeter och plottats i ett Heukelomdiagram, har en liten men tydlig krökning. Den tycks öka i den lättflytande delen av diagrammets nedre del runt 200 mPa·s. En tidig misstanke var att det kunde bero på att det ligger vid gränsen för mätbarhet för den vanligast använda spindeln (nr 27). För att utreda saken provades en annan spindel som gott och väl kan mäta på den viskositetsnivån, spindel nr 21. Resultaten låg mycket nära varandra och linjerna krökte sig på samma sätt, vilket visade att spindelns mätområde inte hade med saken att göra. Förklaringen till vad som ligger bakom krökningen ges i nedanstående avsnitt.

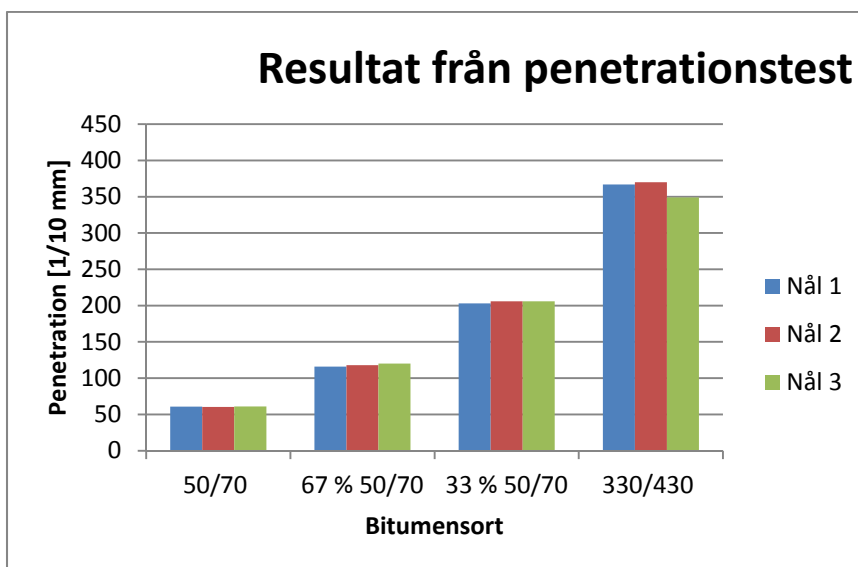




Figur 4-1 Spindlarna 21 och 27 ger samma läge och krökning på viskositetslinjen.

#### 4.5. Penetration

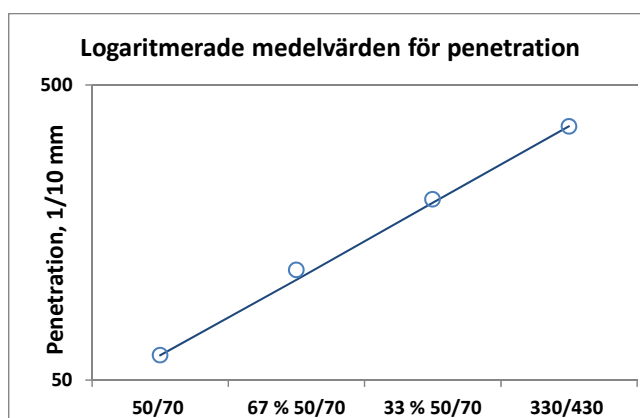
I Heukelomdiagrammet mäter rotationsviskosimetern de flytande egenskaperna men inte de riktigt sega och fasta. Det görs fortfarande med penetration. Det finns mycket erfarenhetsvärden och för att skaffa kompletterande information om bitumensorternas egenskaper gjordes även detta test. Resultatet visas grafiskt i nedanstående diagram och numeriskt i en tabell.



Figur 4-2 Resultat från penetrationstest. Testet är ganska känsligt och predikterar med god säkerhet läget i det viskösa området.

Tabell 4-4 Penetration, medelvärde

Bitumensort	Penetration 1/10 mm
50/70	61
67 % 50/70	118
33 % 50/70	205
330/430	362



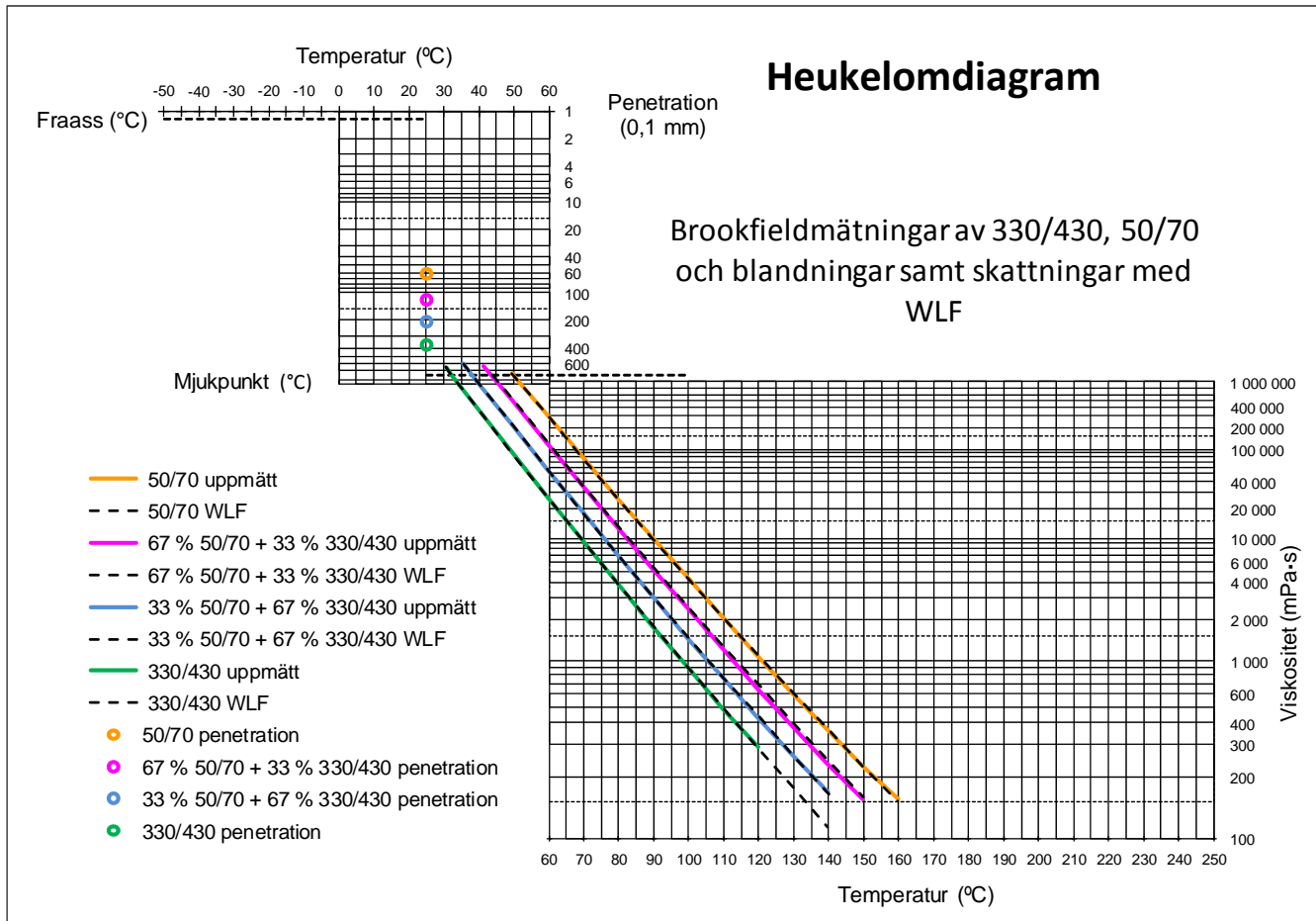
Figur 4-3 De mellanliggande punkterna ska ligga på linjen om blandningarna är exakt uppvägd och väl homogeniserade.

### Kommentarer

Värdena för 50/70 och 330/430 är något lägre än leverantörens uppgifter (65 respektive 370 1/10 mm). Eftersom penetrationsdiagrammets vertikala skala är logaritmisk ska logaritmen för kvoten mellan intilliggande penetrationsvärdena vara densamma. I förhållande till blandningskomponenterna är blandningarnas värden något höga, framförallt 67 % 50/70. Det indikerar att den blandningen blivit något mjukare än avsett.

### 4.6. Viskositetsmätningar med Brookfield viskosimeter

I nedanstående diagram och tabell visas slutresultatet av utredningen.



**Figur 4-4:** Uppmätt viskositet och skattad med WLF-formel samt penetrationsvärden i Heukelomdiagram.

**Tabell 4-5** Skattade värden på WLF-konstanterna

Bitumensort	C1	C2	t-ref (1 300 000 mPa·s), °C
<b>50/70</b>	7,69	104,6	50,0
<b>67 % 50/70 + 33 % 330/430</b>	7,73	103,0	44,1
<b>33 % 50/70 + 67 % 330/430</b>	7,78	101,3	38,1
<b>330/430</b>	7,82	99,7	32,3

**Tabell 4-6:** Jämförelse mellan uppmätt och skattad viskositet hos komponenterna.

50/70			330/430		
Temp.	Uppmätt viskositet	Viskositet med WLF	Temp.	Uppmätt viskositet	Viskositet med WLF
<b>49,5 °C</b>	1 406 000	1 411 000	<b>30,6 °C</b>	1 753 000	1 764 000
<b>50,0 °C</b>	1 300 000	1 300 000	<b>32,3 °C</b>	1 300 000	1 300 000
<b>59,5 °C</b>	306 500	296 700	<b>39,6 °C</b>	386 200	379 800

69,6 °C	82 700	79 300	49,6 °C	92 000	90 500
79,6 °C	26 700	26 400	59,6 °C	27 200	27 000
89,7 °C	10 150	9 950	69,7 °C	9 550	9 550
99,5 °C	4 350	4 390	79,6 °C	3 860	3 920
109,5 °C	2 080	2 130	89,7 °C	1 770	1 800
119,6 °C	1 090	1 100	99,7 °C	887	903
129,8 °C	609	610	109,7 °C	488	492
139,7 °C	361	367	119,8 °C	288	286
149,7 °C	226	230	129,8 °C	-	176
159,9 °C	154	151	139,8 °C	-	113

Tabell 4-7: Jämförelse mellan uppmätt och skattad viskositet hos blandningarna.

67 % 50/70 + 33 % 330/430			33 % 50/70 + 67 % 330/430		
Temp.	Uppmätt viskositet	Skattad viskositet med WLF	Temp.	Uppmätt viskositet	Skattad viskositet med WLF
41,5 °C	1 879 000	2 074 000	35,6 °C	2 040 000	2 048 000
43,6/44,1 °C	1 300 000	1 300 000	38,1 °C	1 300 000	1 300 000
49,5 °C	506 000	538 000	39,5 °C	1 018 000	1 020 000
59,5 °C	125 000	129 000	49,5 °C	216 000	213 000
69,6 °C	37 000	38 100	59,6 °C	58 100	56 900
79,5 °C	13 100	13 700	69,7 °C	18 750	18 400
89,5 °C	5 280	5 610	79,5 °C	7 130	7 210
99,7 °C	2 410	2 530	89,6 °C	3 050	3 110
109,5 °C	1 210	1 290	99,5 °C	1 470	1 510
119,5 °C	651	702	109,6 °C	763	789
129,5 °C	383	404	119,5 °C	433	446
139,6 °C	236	248	129,8 °C	262	263
149,6 °C	153	159	139,7 °C	166	166

### Kommentarer

Varje uppmätt serie består av två till fyra mätomgångar. Skillnaden dem emellan visade sig vara försumbara. Det tyder på att Brookfield viskosimeter är ett lämpligt instrument att mäta viskositet ty upprepade försök ger samma resultat.

Skattningen för 50/70 och 330/430 överensstämmer ganska väl med uppmätta värden i [Tabell 4-6](#). C-konstanterna i [Tabell 4-5](#) ligger på förväntade nivåer och orienterar sig på ett inbördes logiskt sätt.

Blandningarna ska alltså ligga i tredjedelspunkterna mellan blandningskomponenterna 50/70 och 330/430. Det innebär att för en given viskositet ska blandningarna ligga i tredjedelarna av komponenternas temperaturdifferens. Detta stämmer för de streckade

WLF-formlernas linjer. Det intressanta är att tredjedelsresonemanget också stämmer för värdena på  $C_1$  respektive  $C_2$ , trots att de inte räknats ut på det sättet utan på samma sätt som för komponenterna. Det innebär att man bara behöver väga samman  $C$ -värdena enligt det valda receptet så har man hela WLF-sambandet klart, vilket medför en stor förenkling.

Allt detta förutsätter att blandningarnas uppmätta viskositeter stämmer med motsvarande skattade WLF-värden. Av [Tabell 4-7](#) framgår att det verkar stämma bra för 33 % 50/70 + 67 % 330/430. De uppmätta värdena för 67 % 50/70 + 33 % 330/430 ligger lite lägre och inte helt perfekt. Det lite högre penetrationsvärdet (mjukare bitumen) antyder att blandningen inte helt motsvarar det avsedda. Det räcker med att 67 % minskas till 65 % för att det ska hända. Avvikelsen kullkastar inte slutsatsen att de blandade viskositeterna kan predikteras. Däremot vet man inte med vilken precision det kan göras. För det fordras många upprepade försök.

Willem Heukelom antog i sin artikel från 1973, där han presenterar sitt diagram,  $C_1$  till 8,5 och  $C_2$  till ca 115. Han utgick från ett diagram med logaritmerad penetration och valde sedan skalan för viskositetsdiagrammet så att de två diagrammen sammanlänkade skulle ge en rät linje från det ena till det andra för vanligt förekommande bitumensorter. De lätt krökta linjerna i [Figur 4-4](#) kommer av att  $C_1$  och  $C_2$  avviker från Heukeloms antaganden. Det kan i det här fallet bero på mätmetoden, rotationsviskosimetern. Heukelom mätte med kapillärviskosimetrar. En annan, troligare förklaring är att rotationsviskosimetern producerar betydligt fler värden, vilket är förutsättningen för att krökningen ska upptäckas. Med få punkter framgår den inte. Kapillärmätningar är arbetskrävande, vilket leder till att antalet mätpunkter ransoneras till ett minimum och framförallt görs inga mätningar bara för att det kan vara intressant. Därmed missas observationer som till exempel krökta samband.

## **5. Diskussion och förslag till fortsatt arbete**

### **5.1. Tillämpade matematiska formler**

De reologiska egenskaperna hos polymerer, som beskrevs med formler av Svante Arrhenius, utgår från att ämnenas egenskaper beror av både tid och temperatur. För att slippa tidsödande mätningar av alla tänkbara kombinationer tog han fram ett universalsamband mellan tid och temperatur. Det reducerade antalet behövliga mätningar ger ett matematiskt samband, som blir unikt för ett ämnes egenskapsberoende av tid/frekvens och temperatur. Efter Arrhenius förbättrade sambandet och ett av de mest använda är WLF-formeln, som presenterades 1955 i en artikel av Williams, Landel och Ferry.

WLF-formeln visade sig fungera även för ämnen, framförallt smältor av polymerer, som inte har tid eller frekvensberoende egenskaper utan endast är beroende av temperaturen. Denna insikt använde Willem Heukelom när han 1973 lanserade sitt BTDC-diagram (Bitumen Test Data Chart) för att på ett åskådligt sätt beskriva ett bitumens reologiska egenskaper med hjälp av fyra olika mätmetoder men redovisade i ett enda diagram. Därför används WLF-formeln i den här utredningen för att matematiskt beskriva ett rent bitumens viskösa egenskaper.

### **5.2. Viskositetsmätningar**

Rotationsviskosimetern har än en gång visat sin pålitlighet och produktivitet och förmåga att beskriva små avvikelser med god precision. Emellertid finns mer att önska när det gäller programmerade mätningar och förmågan att då korrigera oväntade kast i viskositeten. Fortfarande krävs förmätningar och trots det inträffar avbrott i mätningarna, när instrumentets mätområde överskrids.

### **5.3. Justering av Heukeloms BTDC-diagram**

Willem Heukeloms diagram är ett bra pedagogiskt hjälpmedel, som även är till stor hjälp för forskarna. Det är lätt att observera och tolka avvikelser från en rät linje och det går att skatta värden i punkter som inte har mätts upp. Dock förutsätter det lämpliga skalor och de behöver justeras för att mätresultaten från rotationsviskosimetern ska bli rätta linjer i diagrammet.

### **5.4. Studier om Newtonskhet**

Frågan om bitumens Newtonskhet blev inte slutligt besvarad i den här utredningen. Med hjälp av rotationsviskosimetern och en dynamisk skjuvreometer, DSR, skulle den frågan kunna utredas en gång för alla, d.v.s. i vilket område bitumen övergår från Newtonsk vätska till ett tid- och frekvensberoende ämne.

### **5.5. Övergång till dynamiska mätmetoder**

När kapillärviskositet och mjukpunkt visat sig kunna ersättas av mätningar med en rotationsviskosimeter återstår att ersätta penetrationstestet och kanske också Fraass med dynamisk provning. Det skulle i så fall vara mätningar med DSR, dynamisk

skjuvreometer. Kanske kan resultaten sammanställas på ett liknande sätt som Heukeloms BTDC-diagram. Det skulle vara ett lämpligt utvecklingsprojekt tillsammans med industrin och tillverkarna av mätutrustningar.

### **5.6. Rekommendationer och förslag till fortsatt arbete**

Viskositetsmätningarna bör upprepas för att få fram mått på noggrannheten i prediktionerna. Eventuellt kan man också söka efter ännu bättre algoritmer och framförallt sådana som kan beskriva effekterna av inblandade ämnen med smältpunkt inom mätintervallet.

Förslag till fortsatt arbete med Brookfield viskosimeter är att utveckla programvaran så att den automatiskt anpassar varvtalet vid en given temperatur eller temperaturen för ett givet varvtal.

Ett annat förslag för fortsatt arbete lämpar sig till ett samarbete mellan LTH och bitumenindustrin. Med viskositetsmätningar som utgångspunkt kan skalorna på axlarna i BTDC justeras och anpassas så att linjerna i diagrammet blir räta.

## Referenslista

### *Bok och rapport*

Brookfield. More solutions to sticky problems. Brookfield, Middleboro.

Read&Whiteoak (2003) The Shell Bitumen Handbook, fifth edition. Thomas Telford Publishing, London.

Tyllgren, P. (2010). Föryngrad returasfalt med miljöanpassande tillsatsmedel. Projektnummer SBUF 12230, Malmö.

Nielsen, A (1968). Byggnadsmaterials reologi, Lund.

Heukelom, W (1973). An improved method of characterizing asphaltic bitumens with the aid of their mechanical properties.

Williams, M, Landel, R och Ferry, J (1955). The Temperature Dependence of Relaxation Mechanisms in Amorphous Polymers and Other Glass-forming Liquids. University of Wisconsin, USA.

Svensk Standard (2007). SS-EN 1426. Bitumen och bituminösa bindemedel – Bestämning av penetration

### *Intervjuer*

Tyllgren (2012). December-juni 2012, Lund.

### *Internetkällor*

Nynas AB (2012) Kalla & halvvarma applikationer.

<http://www.nynas.com/sv/Segment/Bitumen-for-vagbelaggnig/Sverige/Bitumen-for-Vagbelaggnig/Kalla--halvvarma-applikationer/>

Nedladdat: 2012-06-04

Nynas Ab (2012) Produktblad 50/70.

[https://nyport.nynas.com/Apps/1112.nsf/wpds/SE\\_SV\\_Nynas\\_50\\_70/\\$File/Nynas\\_50\\_70\\_SE\\_SV\\_PDS.pdf](https://nyport.nynas.com/Apps/1112.nsf/wpds/SE_SV_Nynas_50_70/$File/Nynas_50_70_SE_SV_PDS.pdf). Nedladdat: 2012-05-15

Nynas AB (2012) Produktblad 160/220.

[https://nyport.nynas.com/Apps/1112.nsf/wpds/SE\\_SV\\_Nynas\\_160\\_220/\\$File/Nynas\\_160\\_220\\_SE\\_SV\\_PDS.pdf](https://nyport.nynas.com/Apps/1112.nsf/wpds/SE_SV_Nynas_160_220/$File/Nynas_160_220_SE_SV_PDS.pdf). Nedladdat: 2012-05-15

Nynas AB (2012) Produktblad 330/430

[https://nyport.nynas.com/Apps/1112.nsf/wpds/SE\\_SV\\_Nynas\\_330\\_430/\\$File/Nynas\\_330\\_430\\_SE\\_SV\\_PDS.pdf](https://nyport.nynas.com/Apps/1112.nsf/wpds/SE_SV_Nynas_330_430/$File/Nynas_330_430_SE_SV_PDS.pdf). Nedladdat: 2012-05-15

NE (2012a) Reologi.

<http://www.ne.se/reologi>. Nedladdat: 2012-03-21



NE (2012b) Bitumen.

<http://www.ne.se/lang/bitumen>. Nedladdat: 26/3 2012

Ne (2012c) Viskositet.

<http://www.ne.se/lang/viskositet>. Nedladdat: 28/5 2012