

# **Intern rapport nr. 2061**

**Bindemiddeltesting med  
dynamisk skjær-reometer  
etter Superpave**

November 1998

Vegteknisk avdeling

## Intern rapport nr. 2061

# Bindemiddeltesting med dynamisk skjær-reometer etter Superpave

### Sammendrag

Et Carri-Med kontrollert skjærspennings-reometer er blitt brukt til bitumenanalyser siden 1988. SHRP-prosjektet avdekket at temperaturkontrollen var for dårlig med det originale utstyret. Veglaboratoriet/Vegteknisk ønsket å oppgradere sitt reometer slik at temperaturkontrollen ble pålitelig. Superpave-metodene skulle dessuten etableres. Temperaturkontrollen ble oppgradert med en målecelle montert på peltier-systemet. En vannbad-sirkulator sørget for forbedret temperaturkontroll.

Kontroll og kalibrering av termostater og temperaturfølere ble gjennomført. Det var nødvendig med temperaturkorreksjoner både for gammelt og nytt temperatursystem. Temperaturgradienten i prøven var 1,5-2°C med det gamle og <0,5°C med det nye temperatursystemet. Etter korreksjon kunne begge systemer produsere 'riktige' verdier på viskositetsstandarder samt på bitumenprøver målt etter Superpave-metode. Det nye systemet ga sikrere verdier, samtidig som krav til temperaturkontroll kunne oppfylles med dette.

Superpave måler  $G^*/\sin \delta$  som representerer den viskøse delen av kompleksmodulen. Deformasjonskriteriet er tilnærmet lik et viskositetskrav for bindemidler som er newtonske ved måletemperaturen. For de fleste umodifiserte bitumen kan det settes et viskositetskrav for den aktuelle grensetemperaturen.

Omregning til dynamisk viskositet ( $n'$ ) gjøres etter følgende formel:  $n' = (G^*/\sin \delta) / 10$

Kriteriene i Superpave blir da:

Originalt materiale, temperatur for min. 100 Pa s

RTFOT-materiale, temperatur for min. 220 Pa s

I tilfelle en ønsker å beregne høyttemperatur-klasse ut fra viskositetsdata for umodifisert bitumen, er dette mulig ved hjelp av Heukelom Bitumen Test Data Chart.

Emneord: *SHRP, Superpave, Reometer, Bitumen*

Kontor: *Overbyg*  
Saksbehandler: *Torbjørn Jørgensen*

/TJ

Statens vegvesen, Vegdirektoratet

**Vegteknisk avdeling**

Postboks 8142 Dep, 0033 Oslo

Telefon: 22 07 39 00 Telefax: 22 07 34 44

# Innhold

	Side
1. Innledning .....	1
2. Oppgradering av Carri-Med CS 500 .....	3
3. Innledende arbeid .....	4
4. Utprøving med Peltier temperaturkontroll .....	5
5. Utprøving med ny temperaturkontroll .....	9
5. Diskusjon av resultater og konklusjoner .....	14
5.1 Sammenligning reometertesting med tradisjonelle testmetoder .....	14
5.2 Konklusjoner .....	16

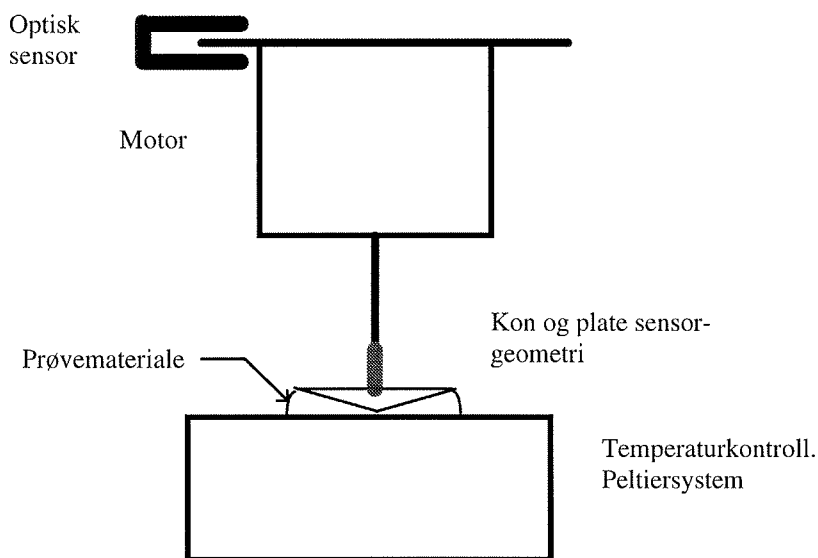
## Referanser

## Bilag 1-3

## 1. Innledning

Veglaboratoriet kjøpte i 1987 et Carri-Med CS 500 kontrollert skjærspennings-reometer til bindemiddeltesting. I 1988 ble utstyret supplert med programvare for oscillasjon. Det ble også anskaffet en lavtemperaturmodul med flytende nitrogen som kjølemedium for å kunne utføres målinger ned til  $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Reometeret skulle brukes til karakterisering av bindemiddelegenskaper, spesielt med tanke på polymermodifisert bitumen (PmB).

Et reometer måler flyt- og deformasjonsegenskaper til materialer ved gitte temperaturer, belastninger og belastningstider. Skjærspenningsreometeret har et vidt arbeidsområde både med hensyn på temperatur (normalt  $5\text{-}90^{\circ}\text{C}$ ) og viskositet/stivhet. Figur 1 viser en prinsippskisse av utstyret. Ved å bytte sensor-geometri kan en dekke et stort viskositetsområde (liten sensor for høy viskositet, stor sensor for lav viskositet). Reometeret kan sammenlignes med et avansert viskosimeter som kan måle viskositet over et vidt område samt en rekke andre reologiske egenskaper som stivhetsmodul, kompleksmodul, flytepunktsgrense, krypegenskaper, elastisitet, tiksotropi mv.. Det er også en stor fordel at en trenger svært lite prøvemateriale til en måling - ofte mindre enn 1 g.

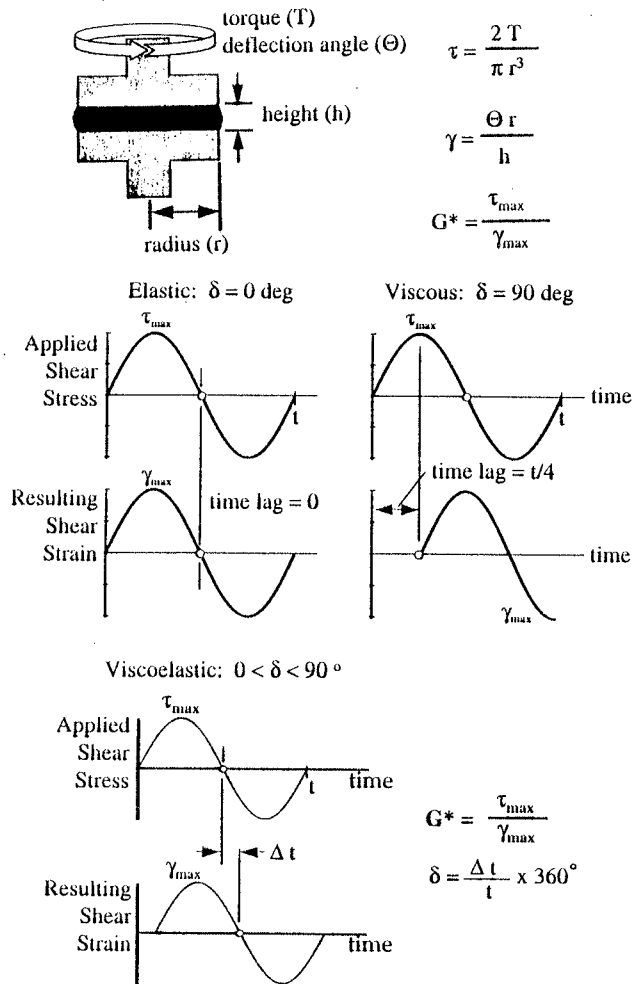


Figur 1. Prinsippskisse for Carri-Med kontrollert skjærspenningsreometer med kon og plate sensor-geometri og Peltier temperaturkontroll.

I 1988 da reometeret ble tatt i bruk, fantes det ikke standardiserte bindemiddeltester for reometer. Veglaboratoriet lagde egne metoder for karakterisering av bindemidler ved hjelp av tre måle-moduler for reometeret: *Flyt-*, *Kryp-* og *Oscillasjons-* måling (1). Flytmåling gir en viskositetskurve der en f.eks. kan studere effekt av fibre eller polymerer i bindemidlet. Krypmålinger er særlig benyttet ved karakterisering av PmB og deres elastiske egenskaper (elastisk tilbakegang ved  $5^{\circ}\text{C}$  og  $60^{\circ}\text{C}$ ).

Oscillasjonsmålinger ble i mindre grad benyttet da det var noe usikkert hvilke parametre som burde vektlegges.

I det amerikanske SHRP-prosjektet ble det teoretiske og praktiske grunnlaget for reometermålinger gjennomgått. I Superpave<sup>TM</sup> spesifikasjonen (2) ble målinger med Dynamic Shear Rheometer (DSR) benyttet til å spesifisere bindemidlets egenskaper ved høy temperatur (originalt materiale og e/RTFOT) og midlere temperatur (materiale e/PAV). DSR-målingene utføres med oscillasjon med 1,59 Hz (= 10 rad/s) på plate-plate geometri. Metodene er godt beskrevet i Superpave-spesifikasjonene, samt i rapportene fra Ny Asfaltteknologi-prosjektet ved SINTEF (3, 4). Figur 2. viser prinsippene for målinger av kompleksmodul ( $G^*$ ) med dynamisk skjær-reometer (DSR).



#### 2-7. Dynamic Shear Rheometer

- a) principle of operation.
- b) relationship of shear stress and shear strain for elastic ( $\delta = 0^\circ$ ) and viscous ( $\delta = 90^\circ$ ) materials.
- c) relationship of shear stress and shear strain for viscoelastic ( $0^\circ < \delta < 90^\circ$ ) materials.

Figur 2. Prinsipper for måling av kompleksmodul ( $G^*$ ) med dynamisk skjær-reometer (DSR). Fra SHRP-A-410 (5)

I SHRP-prosjektet kom det fram at det var for dårlig temperaturkontroll på mange reometere. Kontroll av temperatur i prøven montert i apparatet var helt nødvendig da det ellers kunne bli feil på opptil flere °C under målingen, som vil gi gale måleverdier.

Superpave-metoden spesifiserer at temperaturen skal kontrolleres med vannbad-sirkulator eller med luftbad over prøven.

I Eurobitume Workshop på 'Rheology of Bituminous Binders' i 1995 var det flere innlegg som behandlet temperaturkontroll, sensor-geometrier og nøyaktighet ved reometermålinger. Det viste seg at reometere med peltier-system (elektronisk styrt oppvarming/nedkjøling av nedre plate) ikke ga god nok temperaturkontroll til å brukes til målinger på bituminøse bindemidler (6). I et innlegg ble bruk av viskositets-standarder til kontroll av reometeret beskrevet (7). Bruk av slike vil være til stor hjelp til å dokumentere at målingene er korrekte (det finnes foreløpig ikke referanse-standard av bitumen på markedet)

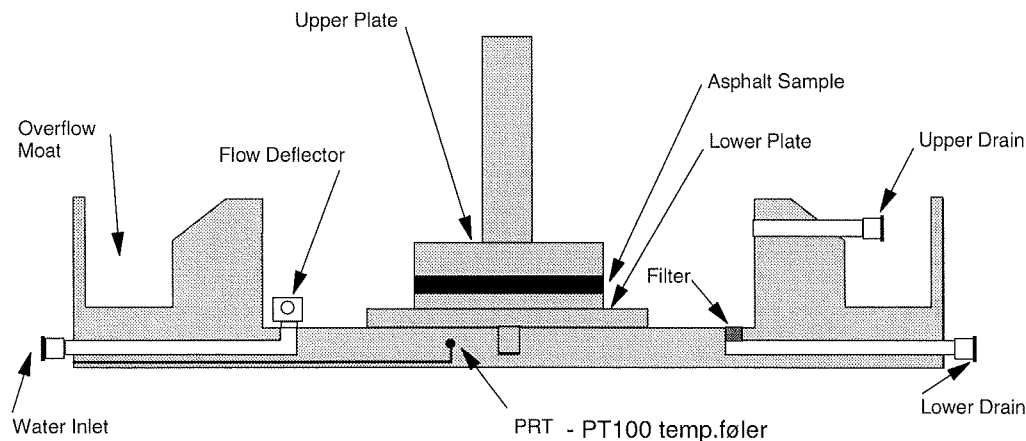
Veglaboratoriet ønsket etter disse nye erfaringene å oppgradere sitt reometer slik at temperaturkontrollen ble pålitelig. I tillegg skulle Superpave-metodene etableres med den spesifiserte sensor-geometrien. Det skulle dokumenteres at målingene ble utført med god nok temperaturkontroll og at en fikk tilsvarende resultater som andre laboratorier.

## 2. Oppgradering av Carri-Med CS 500

Det ble etappevis kjøpt inn:

- Målesensorer for Superpave-målinger (25 mm og 8 mm plate)
- Målecelle (vannbad) for montering på peltier-platen (fig.3). Målecellen kobles til en termostat-sirkulator
- Windows-basert programvare for databehandling (TA Instruments: Rheology Solutions)
- Termostat-sirkulator, Julabo F30-C

I 1995 ble Carri-Med overtatt av TA Instruments, og *Carri-Med* produkter ble deretter hetende *TA Instruments*.



Figur 3. Målecelle (vannbad) for montering oppå peltier-plate.

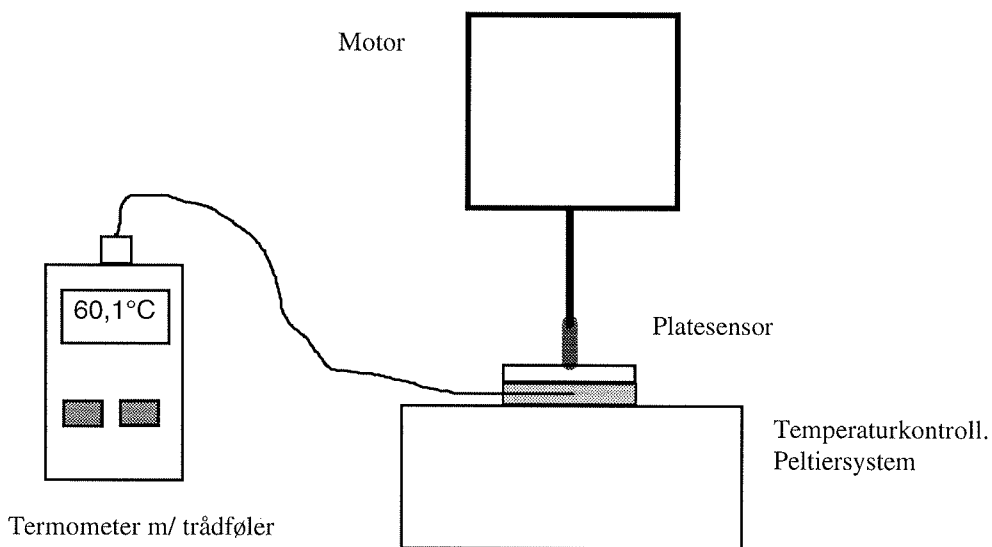
Vann fra termostat-sirkulatoren fyller det indre kammeret og ledes ut gjennom den øvre drengåpningen. Siden målecellen er et åpent system er det nødvendig at termostat-sirkulatoren både har trykk- og sugepumpe.

### 3. Innledende arbeid

#### Kalibrering av temperaturkontroll

Ifølge Superpave-prosedyren for DSR (AASHTO TP5) skal en kontrollere at det er riktig temperatur i prøven med en 'dummy'-prøve av silikongummi med innstøpt trådføler tilkople et digitalt termometer. Alternativt kan en trådføler stikkes direkte inn i en bitumenprøve som er montert i reometeret. Begge disse prosedyrene ble utprøvd, se fig. 4.

Det ble laget silikongummiskiver med diameter 10 mm og 25 mm og tykkelse 2 mm med innfelt trådføler. Trådføleren kunne alternativt stikkes direkte inn i en bitumenprøve montert i reometeret, ned til 1 mm gap mellom øvre og nedre plate. Trådføleren ble laget til på laboratoriet. Siden nøyaktigheten kan variere noe er det viktig å kalibrere termometer med trådføler over hele arbeidsområdet. Kalibreringene ble utført i området 5°C til 76°C



Figur 4. Kontroll av temperatur i skjær-reometeret. Trådføler innfelt i silikongummiskive, evt. stukket direkte inn i en bitumenprøve.

Kalibrering av temperaturkontrollen ble utført i to trinn:

1) Kalibrering av trådføler (Kane May 3003), ble utført i et Heto vannbad mot et sertifisert elektronisk termometer (Quat 100) som har en usikkerhet på 0,05°C. Etter

kalibreringen ble avlesninger med korreksjon benyttet. Trådføleren skulle da tilfredsstillende en nøyaktighet på 0,1°C.

Kalibreringen viste at trådføleren ikke var nøyaktig over hele temperaturområdet, og at korreksjoner var helt nødvendig, se tabell 1.

Tabell 1. Kalibrering av digitalt termometer med trådføler

Badtemperatur (ref.), °C	5,0	10,0	25,0	40,0	50,0	60,0	70,0	76,0
Trådføler, uten korr., °C	5,4	10,2	25,1	40,1	50,4	60,8	71,5	77,8

2) Kontroll av reometerets temperatursystem ved hjelp av 'dummy'-prøve av silikongummi eller målt med trådføler direkte i en bitumenprøve. Innstilt temperatur for reometeret ble deretter justert slik at prøven fikk korrekt temperatur. Dette ble gjort for både gammel og ny temperaturkontroll (se kap. 4 og 5).

### Preparering av prøver

I følge Superpave-metoden skal bindemiddelprøvene støpes i silikongummiformer for å få god reproducerbarhet. Slike former ble laget til for 8 mm, 10 mm og 25 mm plate-sensorer med 1,1 mm og 2,2 mm dybde. Etter utstøping må prøven trimmes med en varm sparkel e.l. for at overflate/kanter skal bli rette. Etter avkjøling til romtemperatur kan prøven tas ut som en 'tablett' og plasseres på plate-sensoren. Deretter monteres platen i reometeret, og etter trimming er prøven klar for måling. Silikongummiformene fungerte bra for 8 mm og 10 mm prøver.

SINTEF anbefaler innveing av bindemiddel (noe i overskudd) på overhead-folie, som deretter plasseres på 25 mm platen med folien opp (2). Deretter settes plate med prøve i en fryseboks til folien lett kan tas av. Etter en kort tid i varmeskap for 'oppmykning' settes prøven i reometeret, og etter trimming er den klar for måling. Denne metoden for påføring fungerte bra og ble valgt for 20 mm og 25 mm prøver.

Etter montering i reometeret må prøven trimmes til riktig volum og fyllingsgrad. Man stiller inn et noe større gap mellom øvre og nedre plate (1000 + 50 µm) enn ved målingen og renskjærer kanten med et oppvarmet trimmeverktøy (av messing eller stål). Overflødig bindemiddel fjernes, så kanten blir jevn. Deretter stilles gapet inn til korrekt avstand (1000 µm) og prøven får da en svak buling i kantene. God trimming er viktig for både nøyaktighet og reproducerbarhet.

## 4. Utprøving med Peltier temperaturkontroll

### Problemstilling

Peltier-systemet var blitt i flere år og det var viktig å finne ut hvor store avvik det ville bli pga. utilfredsstillende temperaturkontroll. En ønsket også å undersøke om en fikk tilfredsstillende resultater ved å korrigere for temperaturavvik.

Temperaturkontrollen i peltiersystemet baserer seg på en PT100 temperaturføler som sitter noen mm under overflaten på nedre plate. Prøven sitter montert mellom øvre og nedre plate (se fig. 4). Øvre plate er festet i en metallspindel som har romtemperatur



øverst. Reometerprodusenten har nok trodd at en tynn prøve lagt på peltierplaten raskt ville oppnå tilsiktet temperatur. At spindelen og øvre plate kunne bidra til en temperaturgradient i prøven er f.eks. ikke nevnt i manualen. Bitumen er en dårlig varmeleder og samtidig svært følsom for temperaturendringer. God temperaturkontroll er derfor helt nødvendig, kfr. Superpave-metodens  $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$ .

I utprøvingen var det ønskelig å undersøke:

- temperaturavvik ved bruk av peltier-systemet
- temperaturgradient i prøven
- korreksjon av temperaturavvik samt målinger på referansemateriale (viskositetsstandard og bitumenprøve)

### Temperaturmålinger

Det ble utført målinger med trådføler i silikongummiskive og med trådføler stukket direkte inn i bitumenprøve. I tillegg ble overflatetemperatur målt i sentrum av peltierplaten med en trådføler under en isolert gummiskive. Etter at peltiersystemet hadde fått ønsket temperatur, brukte prøven ca. 5 min på å oppnå stabil temperatur.

Det ble laget et 3 cm høyt plastdeksel, som dekket nedre og øvre plate, for å redusere temperaturgradienten. Målingene ble gjort uten og med plastdeksel.

Resultater for målinger med kalibrert trådføler montert i bitumenprøve er vist i tabell 2.

Tabell 2. Temperaturmålinger på gammelt tempereringssystem. Målt i bitumenprøve.

Innstilt temp. ,°C	5,0	10,0	20,0	30,0*	40,0	50,0	60,0	70,0
<i>Uten plastdeksel</i>								
Temp. i prøve, °C	10,6	14,1	21,1	28,6	37,5	46,0	54,5	63,3
<i>Med plastdeksel</i>								
Temp. i prøve, °C	10,0	13,9	21,2	28,8	37,9	46,7	55,7	64,5
Overflatetemp., °C	5,5	10,2	19,9	29,2	38,8	48,4	58,5	68,8

\* 10 mm plate t.o.m. 20°C, 20 mm plate f.o.m. 30°C

En ser at det er minst avvik innstilt/målt verdi for 20°C. Ved lavere innstilt verdi fås en økning i temperaturen, ved høyere innstilt verdi fås lavere temperatur. Avvikene skyldes påvirkning fra romtemperaturen, som kan variere fra 16 til 30°C avhengig av årstid mv. Romtemperaturen var 22°C under målingene.

Bruk av plastdeksel ga en liten forbedring, men avvikene innstilt/målt verdi er likefullt uakseptable.

Måling av overflatetemperatur viste ikke fullt så store avvik. Overflatetemperatur ved innstilt 60°C, målt i sentrum av peltierplaten, var 0,5°C høyere enn ved ytterkanten.

Ved å stille reometer-temperaturen på 64,3°C vil man få tilnærmet 60,0°C målt i prøven. Overflatetemperaturen blir da 61,1°C. Målingene indikerer en temperaturgradient i prøven på 1,5 - 2°C. Dette er ikke godt nok for bindemiddeltesting.

### Målinger med temperaturkorreksjon

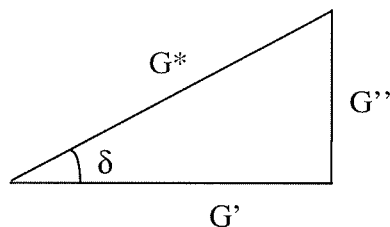
I det videre arbeid ble plastdeksel alltid benyttet for å redusere temperaturgradienten. Ved å stille reometertemperaturen slik at det ble 'riktig' temperatur i prøven ville en undersøke om måleresultater på viskositetsstandarder og på en bitumenprøve fra Ny Asfaltteknologi-prosjektet. Bitumenprøven (A22) var blitt testet med DSR ved SINTEF (8), og en ville se hvor nærme en lå med eget utstyr.

Bruk av viskositetsstandard til kontroll av DSR ble anbefalt av Christensen og Dongre (7). Det ble benyttet to viskositets-standarder fra Cannon Instrument Company: N190000 og N270000. Disse er ikke laget med henblikk på reometere, men vil fungere godt for målinger ved 60°C. Ved 25°C er de ikke så godt egnet.

Oscillasjonsmålinger innenfor det lineær viskoelastiske området kan omregnes til viskositetsmålinger ifølge Cox-Merz regel (9):

“Dynamisk viskositet  $|\eta^*|$  bestemt ved radian frekvens  $\omega$  (rad/s) tilsvarer viskositeten  $\eta$  ved skjærhastighet  $\omega$  ( $s^{-1}$ )“

Ved oscillasjonsmåling på DSR bestemmes kompleksmodulen  $G^*$ , som ofte uttrykkes:



Der: Lagringsmodulen  $G' = G^* \cdot \cos \delta$   
Tapsmodulen  $G'' = G^* \cdot \sin \delta$

Omregning til viskositet gjøres ut fra følgende sammenhenger:

$$\text{Kompleks viskositet: } \eta^*(\text{Pa}\cdot\text{s}) = G^*(\text{Pa}) / \omega (\text{rad/s})$$

$$\text{Dynamisk viskositet } \eta' (\text{Pa}\cdot\text{s}) = G''(\text{Pa}) / \omega (\text{rad/s})$$

Ved oscillasjonsmåling ved 1 Hz (= 6,28 rad/s) vil en kunne beregne viskositet ut fra kompleksmodul eller tapsmodul ved å dele på frekvensen i rad/s. Reometeret kan beregne disse verdiene direkte under målingen. Ifølge Cox-Merz skulle 1 Hz tilsvare en skjærhastighet på 6,28  $s^{-1}$ .

En kan også merke seg at ved 60°C vil fasevinkelen ( $\delta$ ) for viskositetsstandarden være over 86° (sin 86° = 0,997), følgelig blir forskjellen mellom  $\eta^*$  og  $\eta'$  minimal.

Resultater fra målinger med viskositetsstandarder og temperatur i prøven på 60°C er vist i tabell 3.

Tabell 3. Viskositetsmåling med dynamisk skjær-reometer ved 1 Hz (6,28 rad/s) og 2 cm plate.

Viskositetsstandard	Viskositet $\eta'$ ved 60°C, Pa·s					Avvik i %
	Prøve 1	Prøve 2	Prøve 3	Middel	Standard	
N190000	33,63	33,58	-	33,61	33,04	+1,7
N270000	343	362	344	350	346	+1,1

Viskositetstandardene er beregnet for kapillarviskosimetre. Avvik mellom enkeltmålinger større enn 10 % regnes som suspekt., mens avvik mindre enn 5 % må regnes som tilfredsstillende (kfr. ref. 7).

Målinger på bitumenprøver (Original, RTFOT og PAV) ble utført etter Superpave-metoden. Reometer-temperaturen ble innstilt slik at det ble riktig temperatur i prøven.. Det ble benyttet 2 cm plate-sensor ved høy temperatur (på originalt og RTFOT-materiale) og 1 cm plate-sensor ved midlere temperatur (PAV-materiale).

Temperaturkorreksjoner:

64,0°C (innstilt 69,0°C) og 70,0°C (innstilt 75,5°C)

19,0°C (innstilt 16,8°C) og 22,0°C (innstilt 21,2°C)

Målingene ble gjennomført slik at tøyingsverdien (% strain) lå innenfor det spesifiserte. Det ble gjennomført målinger ved to temperaturer (f.eks. 64 og 70°C) på samme påføring. En måling ble gjennomført som ved å foreta 8 oscillasjoner med frekvens 1,59 Hz (10 rad/s) i løpet av 4 min. Resultater fra målingene er vist i tabell 4.

Ved beregning av grensetemperaturer for  $G^*/\sin \delta = 1,0$  kPa (original prøve) og  $G^*/\sin \delta = 2,0$  kPa (RTFOT-materiale) samt  $G^* \cdot \sin \delta = 5000$  kPa (PAV-materiale) ble formelen til Asphalt Institute benyttet (9):

$$T = T_1 + \left( \frac{\log(S_{T1}) - \log(S_T)}{\log(S_{T1}) - \log(S_{T2})} \right) \cdot (T_2 - T_1)$$

der  $T$  = grensetemperatur som skal bestemmes

$T_1$  = laveste temp. for målingene

$T_2$  = høyeste temp. for målingene

$S_T$  = grenseverdi for stivheten

$S_{T1}$  = stivhet målt ved  $T_1$

$S_{T2}$  = stivhet målt ved  $T_2$

Tabell 4. Målinger på B85 (bindemiddel A22). Middell av to målinger.

Bindemiddel	Temp. °C	$G^*$ , kPa	$\delta$ , °	$G^*/\sin \delta$ kPa	$G^* \cdot \sin \delta$ kPa	Grense-temp. °C	Grense-verdi, kPa
Originalt	64	1,344	84,2	1,351		66,6	1,00
	70	0,680	85,5	0,682			
RTFOT	64	3,050	82,0	3,080		66,8	2,20
	70	1,490	84,0	1,498			
PAV trykkaldret	19	8471	43,9		5878	20,5	5000
	22	5931	46,2		4282		

Sammenligning av grenseverdier fra egne målinger med SINTEF's målinger på samme prøvemateriale:

	Originalt	RTFOT	PAV trykkaldret
Vegteknisk	66,6 °C	66,8 °C	20,5 °C
SINTEF	65,2 °C	66,8 °C	19,5 °C

Høytemperatur klassifiseringen vil for begge bli PG 64. Lavtemperatur klassifiseringen skjer ut fra testing med Bending Beam Reometer eller Direct Tension Test.

Testresultatet for midlere temperatur (utmatningskriteriet) passer for lavtemperatur-klasse -28. Lavtemperatur målingene på SINTEF ga en klassifisering på -28°C.

'Nøyaktig' klassifisering ved SINTEF var PG 65,2-27,8 . I Superpave-spesifikasjonen blir dette en PG 64-22.

### **Konklusjon**

Peltiersystemet uten korreksjon gir feil temperatur i prøven og samtidig en temperaturgradient på 1,5-2 °C i prøven. Tidligere målinger ved 5°C ble i virkeligheten gjort ved 10°C, målinger ved 60°C ble i virkeligheten gjort ved 55°C.

Temperaturfeilen kan korrigeres ved å kontrollere temperaturen i prøven.

Temperaturgradienten kan reduseres noe ved bruk av plastdeksel over prøven. Etter at temperaturen kom under kontroll fikk en akseptable verdier både på viskositetsstandarder og på bitumenprøver som var blitt testet ved SINTEF (Superpave-testing).

Pga. temperaturgradienten i prøven kan peltier-systemet gi feilaktige resultater, spesielt på PmB, og det er derfor ikke godt nok.

## **5. Utprøving med ny temperaturkontroll**

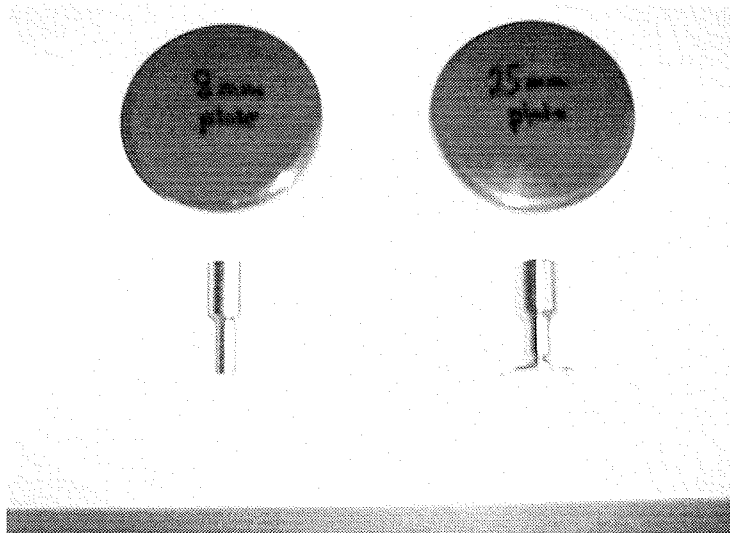
### **Problemstilling**

Hensikten var å dokumentere at den nye temperaturkontrollen fungerte tilfredsstillende, og at målinger med Superpave-målesensorene: 25 mm og 8 mm plate, ble riktige. Sensorene er avbildet i fig. 5.

Tilsvarende undersøkelser som i kapittel 4 ble utført:

- a) kontroll og korreksjon av temperaturavvik
- b) målinger på referansemateriale (viskositets-standard og bitumenprøve)

En ønsket å dokumentere at den nye målecellen (vannbad), se fig. 3, ga riktig temperatur i prøven (toleranse  $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$ ).



Figur 5. Målesensorer til DSR: 8 mm plate og 25 mm plate

### Temperaturmålinger

Målingene ble utført med en trådføler i silikongummiskive eller med trådføler direkte stukket inn i bitumenprøve (trådføleren var kalibrert). I termostat-sirkulatoren (Julabo F30-C) som er vist i figur 6, er det inngang for ekstern temperaturføler der målecellens PT100 føler kobles til.



Figur 6. Termostat-sirkulator til reometeret.

Ved innstilling av ønsket temperatur i prøven må en stille inn:

- reometerets temperatur (peltier-systemet) - overstyres av termostat sirkulatoren
- termostat sirkulatoren temperatur, må stilles inn så prøven får riktig temperatur

Pga. at målecellen er et åpent system som gir et temperaturfall, må termostaten stilles noe høyere enn ønsket temperatur i prøven. Ekstern temperatur, i målecellen, ble registrert. Lufttemperaturen i rommet ble også registrert. Plastdeksel ble benyttet over målecellen for å redusere temperaturfall og mulig temperturgradient i prøven. Termostat-sirkulatoren ble kalibrert mot et sertifisert elektronisk termometer (Quat 100). Resultater av temperaturmålingene er vist i tabell 5.

Tabell 5. Temperaturmålinger, målecelle tilkoblet termostat-sirkulator

Innstilt temp. , °C	25,0	30,0	40,0	50,0	60,0	70,0	76,0
Temp. i prøve *, °C	25,0	29,8	39,1	48,2	57,4	66,5	72,2
Temp. ekstern føler under prøven, °C	26,1	30,3	39,6	48,9	58,1	67,3	72,8

\* 25 mm silikongummiskive

Det var minst avvik innstil/målt verdi for 25,0°C. Avviket ble høyere ved høyere innstilt verdi, og det er nødvendig med korreksjoner. Avvikene var likevel mindre enn med peltier-temperaturkontroll. Romtemperaturen var 23°C under målingene. Det var stort sett liten differanse mellom temperatur *i* og *under* prøve, og temperaturgradienten ble vurdert som akseptabel.

### Målinger med temperaturkorreksjon

Det samme opplegget som i kapittel 4. ble fulgt. Den nye målecellen har utskiftbare nedre plater med diameter 25 mm og 8 mm. Lik diameter på øvre og nedre plater skal gjøre det enklere å trimme prøven (kfr. kap. 3) og dermed bidra til god nøyaktighet. Det kan være litt vanskelig å få sentrert øvre og nedre plate. For 8 mm platen ble manuell korreksjon lagt inn i reometerprogrammet (tillot ellers ikke mindre enn 10 mm plate).

Bruk av viskositetsstandarder Det ble benyttet to viskositets-standarder fra Cannon Instrument Company: N190000 og N270000 for målinger ved 60°C.

Oscillasjonsmålingene ble utført ved en frekvens på 1 Hz (= 6,28 rad/s). Resultater fra målinger med viskositetsstandarder og temperatur på 60°C i prøven er vist i tabell 6.

Tabell 6. Viskositetsmåling med dynamisk skjær-reometer ved 1 Hz (6,28 rad/s) og 25 mm plate.

Viskositetsstandard	Viskositet $\eta'$ ved 60°C, Pa·s					Avvik i %
	Prøve 1	Prøve 2	Prøve 3	Middel	Standard	
N190000	32,31	32,91	32,76	32,66	33,04	-1,2
N270000	324	336	336	332	346	-4,0

Viskositetstandardene er beregnet for kapillarviskosimetre. Avvik mellom enkeltmålinger større enn 10 % regnes som suspekt., mens avvik mindre enn 5 % må regnes som tilfredsstillende (kfr. ref. 7 ). For N190000 standarden virket et gap på 1000

µm noe stort, det var tendens til at prøvemateriale fløt ut av sensoren. Et gap på 500 µm vil passe bedre for denne prøven.

Målinger på bitumenprøver (Original, RTFOT og PAV) ble utført etter Superpave-metoden på to bitumenprøver B85 (A22) og PmB (C5) fra Ny Asfaltteknologi-prosjektet. Reometer-temperaturen ble innstilt slik at det ble riktig temperatur i prøven.. Det ble benyttet 25 mm plate-sensor ved høy temperatur (på originalt og RTFOT-materiale) og 8 mm plate-sensor ved midlere temperatur (PAV-materiale).

Temperaturkorreksjoner:

64,0°C (innstilt 66,6°C) 70,0°C (innstilt 73,1°C) og 76,0°C (innstilt 79,6°C)

16,0°C (innstilt 15,1°C) 19,0°C (innstilt 17,5°C) og 22,0°C (innstilt 21,6°C)

Målingene ble gjennomført slik at tøyingsverdien (% strain) lå innenfor det spesifiserte. Resultater fra målingene er vist i tabell 7 og 8.

Tabell 7. Målinger på B85 (prøve A22). Middell av to målinger.

Bindemiddel	Temp. °C	G*, kPa	δ, °	G*/sin δ kPa	G*·sin δ kPa	Grense-temp. °C	Grense-verdi, kPa
Originalt	64	1,324	85,7	1,327		66,3	1,00
	70	0,626	86,4	0,627			
RTFOT	64	3,169	82,0	3,200		67,0	2,20
	70	1,489	84,2	1,497			
PAV trykkaldret	19	7586	44,4		5309	19,5	5000
	22	4873	47,1		3565		

Tabell 8. Målinger på PmB (prøve C5). Middell av to målinger.

Bindemiddel	Temp. °C	G*, kPa	δ, °	G*/sin δ kPa	G*·sin δ kPa	Grense-temp. °C	Grense-verdi, kPa
Originalt	70	1,001	75,7	1,031		70,3	1,00
	76	0,533	78,5	0,544			
RTFOT	70	2,260	74,5	2,345		70,7	2,20
	76	1,347	76,6	1,385			
PAV trykkaldret	16	9094	45,3		6460	17,9	5000
	19	5810	48,0		4319		

Sammenligning grenseverdier fra egne målinger og fra SINTEF's målinger på samme prøvemateriale:

	B85 (prøve A22)			PmB (prøve C5)		
	Originalt	RTFOT	PAV	Originalt	RTFOT	PAV
Vegteknisk	66,3 °C	67,0 °C	19,5 °C	70,3	70,7	17,9
SINTEF	65,2 °C	66,8 °C	19,5 °C	70,9	69,5	19,1

Høytemperatur klassifiseringen vil for prøve A22 bli PG 64. Lavtemperatur klassifiseringen skjer ut fra testing med Bending Beam Reometer eller Direct Tension Test. Testresultatet for midlere temperatur (utmatningskriteriet) passer for

lavtemperatur-klasse -28. Målingene ved SINTEF ga en 'nøyaktig' klassifisering på PG 65,2-27,8 . I Superpave-spesifikasjonen blir dette en PG 64-22.

For prøve C5 ble høytemperatur klassifiseringen PG 70. Testresultatet for midlere temperatur (17,9°C) passer for lavtemperatur-klasse -40. Målingene ved SINTEF ga en 'nøyaktig' klassifisering på PG 69,5-27,3 . I Superpave-spesifikasjonen blir dette en PG 64-22. Dette viser at gradering etter midlere temperatur ikke kan brukes (dette gjøres ikke i Superpave).

### Konklusjon

Det nye temperasturkontrollsystemet så ut til å virke tilfredsstillende når en korrigeret for temperaturfall i sirkulatoren. Plastdeksel over prøven blir benyttet for å begrense fordampning og temperaturfall. Målinger på viskositetsstandarder og på bitumenprøver ga akseptable resultater.

Figur 7. viser reometeret med nytt temperatursystem og med plastdeksel over prøven

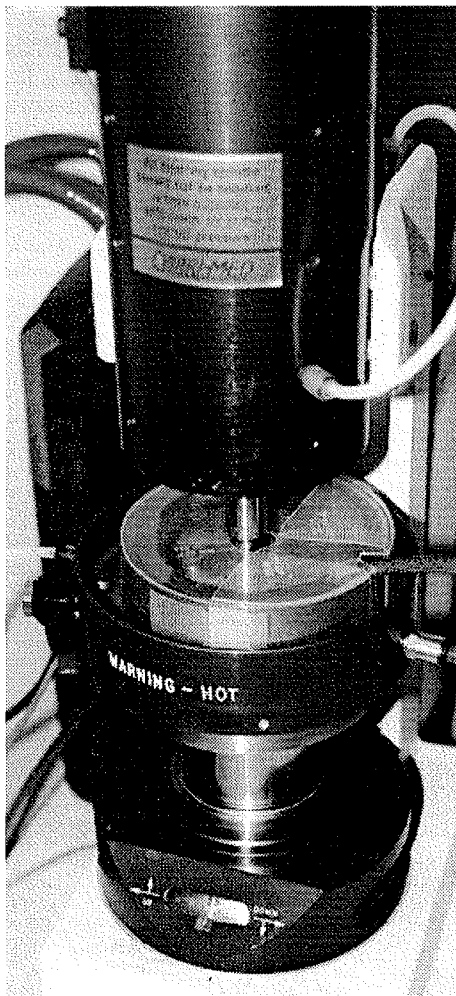


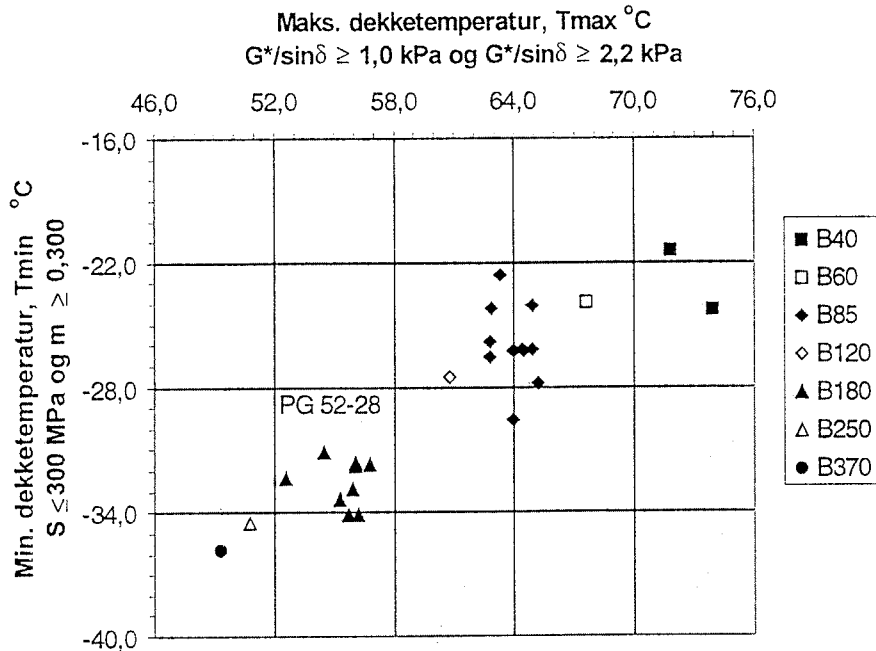
Fig. 7 Carri-Med CS500 dynamisk skjær-reometer (DSR) med ny målecelle (vannbad).



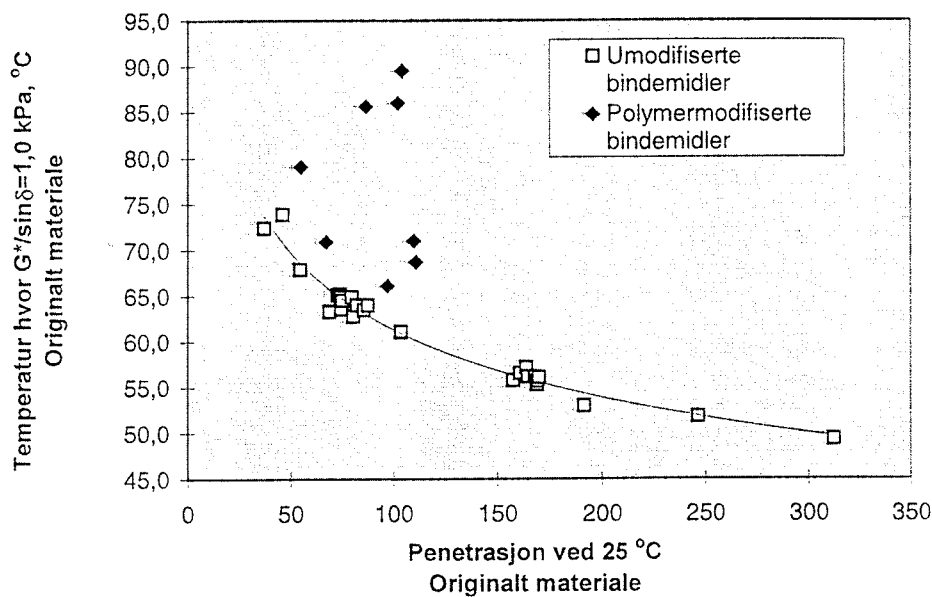
## 5. Diskusjon av resultater og konklusjoner

### 5.1 Sammenheng kompleksmodul og tradisjonelle testmetoder

I Ny Asfaltteknologi-prosjektet er det presentert sammenhenger mellom tradisjonelle bindemiddeltester og klassifisering etter Superpave-kriteriene (8). Figur 8 viser en hovedoppstilling for ulike bruksklasser satt opp etter penetrasjonverdi (umodifisert bitumen). Det synes som om det er noenlunde godt samsvar penetrasjonsklasse og PG-klasse. For modifiserte bitumen blir ikke sammenhengen penetrasjon-PG like enkel, som figur 9 tydelig viser.



Figur 8 Bruksklasse (Performance Grade) for 26 umodifiserte bindemidler (ref. 8)



Figur 9 Sammenheng penetrasjonsverdi og Superpave deformasjonskriteriet. Umofiserte og polymermodifiserte bitumen (ref. 8)

En skal her være oppmerksom på at sammenhengene gjelder for de prøvene som ble testet i Ny Asfsalteknologi-prosjektet - som alle lå innenfor de norske bindemiddel-spesifikasjonene.

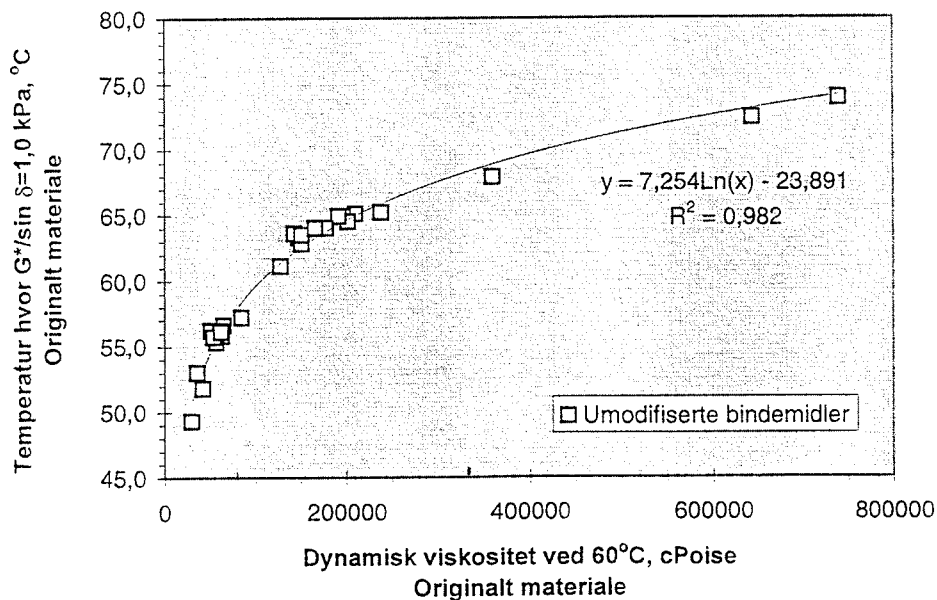
Superpave måler  $G^*/\sin \delta = \text{tapsmodulen } G''$  som representerer den viskøse delen av kompleksmodulen. Deformasjonskriteriet er tilnærmet lik et viskositetskrav for bindemidler som er tilnærmet newtonske ved måletemperaturen. I praksis vil det si at det for umodifisert bitumen godt kan settes et viskositets krav for den aktuelle temperatur istedenfor  $G^*/\sin \delta$ , dette står forøvrig i Superpave-spesifikasjonen.

Omregning til dynamisk viskositet ( $n'$ ) skjer etter følgende formel:

$$n' \text{ (Pa}\cdot\text{s)} = [G^*/\sin \delta \text{ (Pa)}] / 10 \text{ (rad/s)}$$

- dvs. kriterium for originalt materiale blir temperatur for min. 100 Pa s
- kriterium for RTFOT-materiale blir temperatur for min. 220 Pa s

Figur 10 viser at det var god sammenheng mellom dynamisk viskositet 60°C og Superpave deformasjonskriteriet for umodifiserte bitumen .



Figur 10 Sammenheng viskositet 60°C og Superpave deformasjonskriteriet for umodifiserte bitumen (ref. 8).

Det kan være upraktisk å måle viskositet ved så mange temperaturer som PG-spesifikasjonen antyder. Ved å beregne ekviviskøs termperatur (EVT) for hhv. 100 Pa·s (originalt materiale) og 220 Pa·s (materiale etter RTFOT) fra viskositetsmålinger ved 60 og 135°C kan på en enkel måte bestemme høytemperaturklassifiseringen. Dette kan gjøres grafisk ved hjelp av Heukeloms Bitumen Test Data Chart, eller en kan beregne grensetemperaturene ved hjelp av formler for Bitumen Temperature Susceptibility (11). En forutsetning er at bindemidlet er S-type bitumen, som gir en rett linje i Heukelom-diagrammet. Et eksempel på grafisk bestemmelse av en B40 og en B250 bitumen er vist

i bilag 1. Måleverdiene er hentet fra Ny Asfaltteknologi-prosjektet (8). De estimerte Tmax-verdiene ligger i nærheten av verdier bestemt med skjær-reometeret. Det skulle være enkelt å estimere PG-høytemperatur-klasse ut fra viskositetmålinger. Viskositetsmålinger bør kunne fungere som en enkel kontrollmetode til en PG-spesifikasjon der dynamisk skjærreometer er referansemetoden (gjelder umodifisert bitumen).

Lavtemperatur-lassen må bestemmes ut fra målinger med Bending Beam Rheometer eller Direct Tension Test. Fraass bruddpunkt har hittil ikke vist seg pålitelig nok til at det kan settes opp noen anvendelige sammenhenger.

## 5.2 Konklusjon

Rapportene fra Superpave og Ny Asfaltteknologi prosjektet har vært til stor hjelp for å komme igang med DSR til bindemiddeltesting. Fokuseringen på kvalitetsikring av målingene har gjort at feil i temperaturkontroll er påvist og korrigert og ført til forbedret prøvepreparering.

Carri-Med reometeret på Veglaboratoriet/Vegteknisk er oppgradert og innkjørt til å utføre Superpave-testing ved høy og ved midlere temperatur. Målinger på viskositetsstandarder og på bitumenprøver fra Ny Asfaltteknologi-prosjektet viser godt samsvar med 'fasit'. Eksempler på målinger er gitt i bilag 2 og 3.

I tilfelle en ønsker å beregne høytemperatur-klasse ut fra viskositetsdata for umodifisert bitumen er dette mulig ved hjelp av Heukelom Bitumen Test Data Chart.

## Referanser

1. T. Jørgensen: *Rheological testing of Binders with a Controlled Stress Rheometer*, Proceedings Vol. IA, 5th Eurobitume Congress, Stockholm, June 1993
2. Strategic Highway Research Program: *The SUPERPAVE Mix Design System. Manual of Specifications, Test Methods, and Practices* SHRP-A-379, Washington, DC 1994
3. E. O. Andersen: *Ny asfaltteknologi - En innføring i SHRP-teknologi og terminologi for bindemidler*, Prosjektrapport nr.1, SINTEF-rapport nr. A95009, april 1994
4. E. O. Andersen: *Ny asfaltteknologi - Utprøving av SHRP-utstyr og målemetoder for bindemidler*, Prosjektrapport nr.2, SINTEF-rapport nr. A96503, august 1994
5. Strategic Highway Research Program: *Superior Performing Asphalt Pavements (Superpave): The Product of the SHRP Asphalt Research Program*, SHRP-A-410, Washington, DC 1994
6. P.J. Green, M. J. Claxton: *The measurement of Bitumen Rheology using the CarriMed Controlled Stress Rheometer*, The Rheology of Bituminous Binders - European Workshop, Brussel april 1995

7. R. Dongre, D. W. Christensen: *A standard reference material for rheometers - our experience*, The Rheology of Bituminous Binders -European Workshop, Brüssel april 1995

8. E.O. Andersen: *Ny asfaltteknologi - Resultater fra bindemiddelundersøkelser*, Prosjektrapport nr.4, SINTEF-rapport nr. A98451, april 1998

9. Barnes, Hutton , Walters : *An Introduction to Rheology*, Rheology Series 3, Elsevier, Amsterdam 1989, p. 72.

10. E.O. Andersen: *Ny asfaltteknologi - Kontroll og sammenligning av bindemiddeltester*, Prosjektrapport nr.3, SINTEF-rapport nr. A97513, juni 1997

11. F. de Bats, G. van Gooswilligen: *Practical Rheological Characterization Of Paving Grade Bitumens*, 4th Eurobitume Congress, Madrid, October 1989

Ny Asfaltteknologi / SINTEF (Tmax)

DSR Grafisk

B40 (A10): 72,4

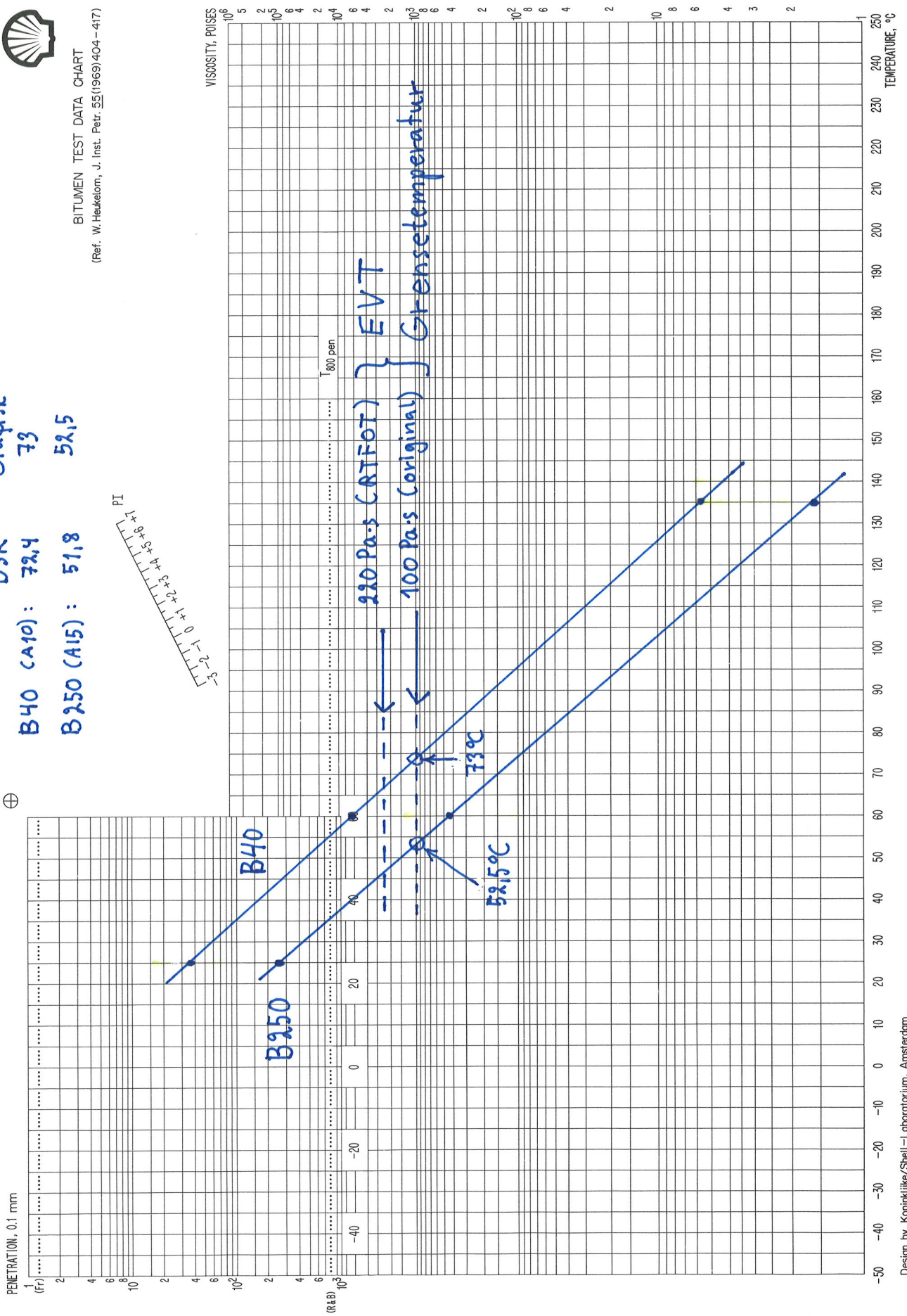
73

B250 (A15): 51,8

52,5



BITUMEN TEST DATA CHART  
(Ref. W. Heukelom, J. Inst. Petr. 55(1969)404-417)



Bilag 2-1

Måling på

Carri-Med CS500

Vegteknisk avdeling

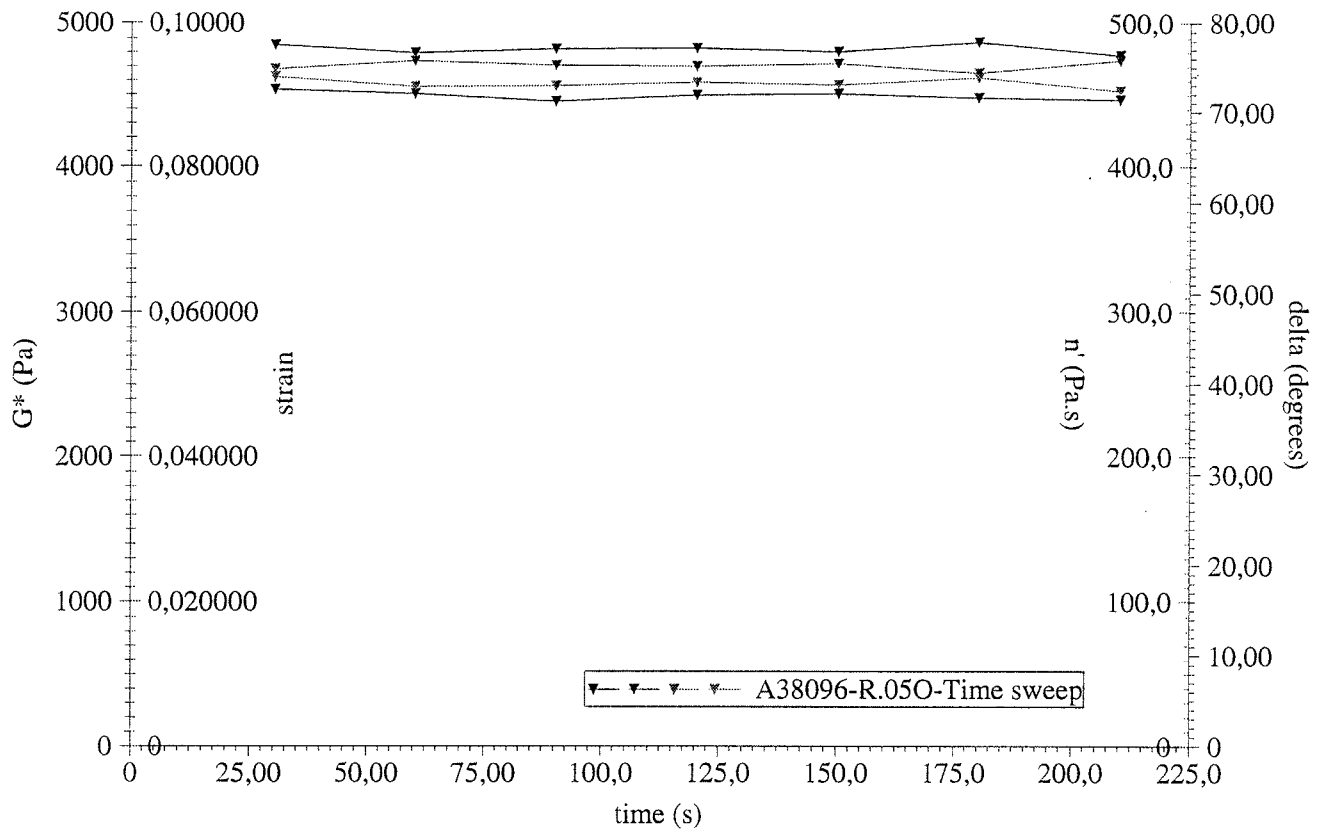
A38096-R.050

Operator:	TJ	Procedure name:	Oscillation experiment
Date and time:	29.09.98 13:07:58	Notes:	
Notes:	Sintef prove C5-orig, Styrelf 13-80	Step name:	Pre-experiment step
Sample name:	A38096-R	Perform step:	yes
Batch ( ):	1,0	Initial temperature (Deg C):	64,0
Density (g/cm <sup>3</sup> ):	1,020	Wait for correct temperature:	yes
Notes:	Sintef prove C5-orig, Styrelf 13-80	Perform preshear:	yes
Geometry name:	parallel plate	Preshear variable:	shear stress
Diameter (cm):	2,5	Applied value (Pa):	1,000
Gap (micro m):	950	Preshear duration (HH:MM:SS):	0:00:05
Inertia (micro N.m.s <sup>2</sup> ):	1,500	Perform equilibration:	yes
Material:	steel	Equil. duration (HH:MM:SS):	0:00:20
Solvent trap:	no	Wait for zero velocity:	yes
Notes:		Step name:	Time sweep
		Perform step:	yes
		Settle const. (HH:MM:SS):	0:00:00
		Settle inv. prop.:	0
		Sample const. (HH:MM:SS):	0:00:13
		Sample inv. prop.:	0
		Controlled flow variable:	shear stress
		Applied value (Pa):	0
		Type:	time ramp
		Frequency (rad/sec):	10,00
		Temperature (Deg C):	64,0
		Controlled variable:	osc. stress
		Applied value (Pa):	450,0
		Ramp duration (HH:MM:SS):	0:03:30

Profile name: Fundamental only

Time sweep

ang. frequency rad/sec	time s	temperature Deg C	osc. stress Pa	strain	G* Pa	delta degrees	n' Pa.s
10,00	30,26	63,9	450,0	0,093397	4843	72,44	461,6
10,00	60,20	64,0	450,0	0,094545	4785	71,97	454,9
10,00	90,24	63,9	450,0	0,093983	4815	71,13	455,5
10,00	120,2	63,9	450,0	0,093834	4821	71,85	458,0
10,00	150,2	63,9	450,0	0,094270	4799	72,04	456,4
10,00	180,2	63,9	450,0	0,092974	4866	71,59	461,6
10,00	210,3	64,0	450,0	0,094775	4774	71,40	452,4



Vegteknisk avdeling

A38096-R.010

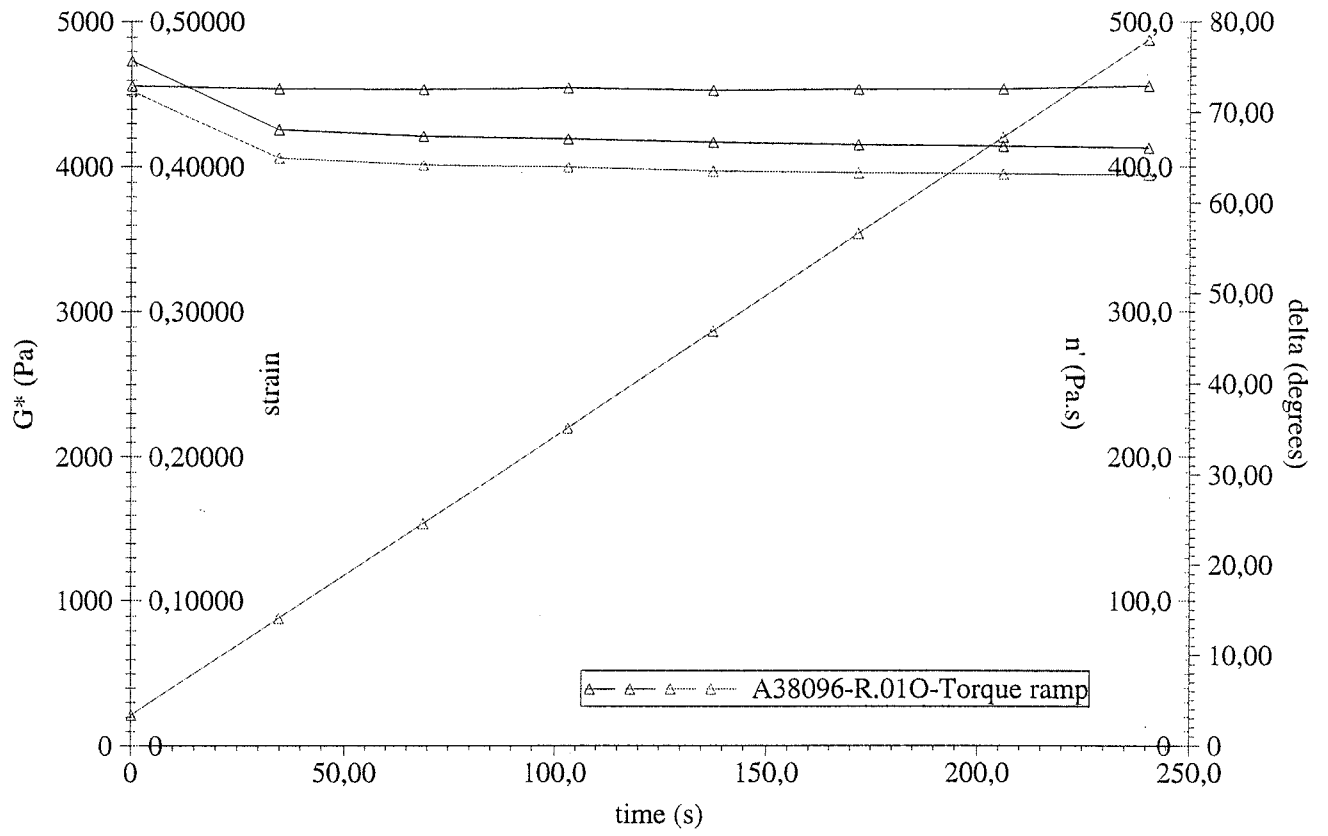
Operator:	TJ	Procedure name:	Oscillation experiment
Date and time:	29.09.98 11:35:44	Notes:	
Notes:	Sintef prove C5-orig, Styrelf 13-80		
Sample name:	A38096-R	Step name:	Pre-experiment step
Batch ( ):	1,0	Perform step:	yes
Density (g/cm <sup>3</sup> ):	1,020	Initial temperature (Deg C):	64,0
Notes:	Sintef prove C5-orig, Styrelf 13-80	Wait for correct temperature:	yes
		Perform preshear:	yes
		Preshear variable:	shear stress
Geometry name:	parallel plate	Applied value (Pa):	1,000
Diameter (cm):	2,5	Preshear duration (HH:MM:SS):	0:00:05
Gap (micro m):	1000	Perform equilibration:	yes
Inertia (micro N.m.s <sup>2</sup> ):	1,500	Equil. duration (HH:MM:SS):	0:00:20
Material:	steel	Wait for zero velocity:	yes
Solvent trap:	no		
Notes:		Step name:	Torque ramp
		Perform step:	yes
		Settle const. (HH:MM:SS):	0:00:00
		Settle inv. prop.:	0
		Sample const. (HH:MM:SS):	0:00:12
		Sample inv. prop.:	0
		Controlled flow variable:	shear stress
		Applied value (Pa):	0
		Type:	torque ramp
		Frequency (rad/sec):	10,00
		Temperature (Deg C):	64,0
		Start value (Pa):	100,0
		End value (Pa):	2000
		Ramp mode:	linear
		Number of points:	8

Profile name: Fundamental only

Torque ramp

ang. frequency rad/sec	time s	temperature Deg C	osc. stress Pa	strain	G* Pa	delta degrees	n' Pa.s
10,00	0,2200	64,0	100,0	0,021261	4729	72,91	451,9
10,00	34,50	63,9	371,4	0,087830	4255	72,54	405,8
10,00	68,77	64,0	642,9	0,15375	4207	72,46	401,1
10,00	103,1	64,0	914,3	0,21959	4190	72,63	399,7
10,00	137,4	64,0	1186	0,28633	4167	72,35	397,0
10,00	171,6	64,0	1457	0,35348	4148	72,45	395,4
10,00	206,0	63,8	1729	0,42019	4140	72,51	394,7
10,00	240,2	64,0	2000	0,48743	4129	72,87	394,4







## Kvalitetssikring av dokumenter ved Veglaboratoriet

Skjemaet benyttes i forbindelse med oppdragsrapporter, internrapporter, brev, notater, og andre skriv og dokumenter, herunder tegninger. Utfylt skjema følger saken og arkiveres i saksmappe.

KONTOR / FAGGRUPPE: Overbygg .....

SAKSBEHANDLER: T. Jørgensen ..... (SIGN.)

SAK: P-30374.12 SHAP-teknologi / Bindemidler .....

TYPE DOK. :                                      
                          OR      IR      B      N      T      A

(OR/IR=OPPDR. / INTERN RAPP., B=BREV, N=NOTAT, T=TEGN., A=ANALYSE)

**DOKUMENT**

	KONSEPT DATO	KONTROLL DATO	SIGN.
SAKSBEHANDLER	16.11.98	25.11.98	TJ
FAGGRUPPELEDER / KONTORLEDER			
KRYSSLESER		16.11.98	SD

**ANALYSE**

LABORANT			
SAKSBEHANDLER / KRYSSLESER			
FAGGRUPPELEDER / KONTORLEDER			