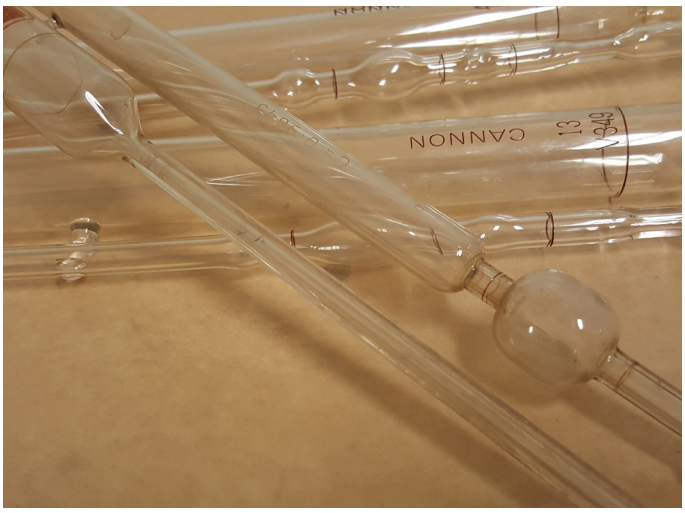
VTI notat 2-2015
Utgivningsår 2015
www.vti.se/publikationer



Ringanalys bitumen

Viskositet

Emelie Karlsson
Leif Viman

VTI notat 2-2015

Ringanalys bitumen

Viskositet

Emelie Karlsson

Leif Viman

Diarienr: 2011/0539-29
Omslagsbild: Leif Wiman, VTI
Tryck: LiU-tryck, Linköping 2015.

Förord

Denna ringanalys har initierats av Metodgruppens bitumenutskott och ett flertal medlemmar där har deltagit i analyserna. VTI har ansvarat för sammanställning av data. Finansieringen för analyserna har laboratorierna ordnat själva.

För att kunna hantera resultaten konfidentiellt har laboratorierna kodats i detta notat.

Linköping, mars 2015

Leif Viman
Projektledare

Process för kvalitetsgranskning

Extern peer review har genomförts 12 februari 2015 av Torsten Nordgren, Trafikverket. Emelie Karlsson har genomfört justeringar av slutligt rapportmanus. Forskningschef Björn Kalman har därefter granskat och godkänt publikationen för publicering. De slutsatser och rekommendationer som uttrycks är författarnas egna och speglar inte nödvändigtvis myndigheten VTI:s uppfattning.

Process for quality review

External peer review was performed 12 February 2015 by Torsten Nordgren, Swedish Transport Administration. Emelie Karlsson has made alterations to the final manuscript of the report. The research director Björn Kalman examined and approved the report for publication. The conclusions and recommendations expressed are the authors' and do not necessarily reflect VTI's opinion as an authority.

Innehållsförteckning

Sammanfattning **7**

Summary **9**

1. Bakgrund **11**
1.1. Provmaterial och provberedning 11
1.2. Deltagande laboratorier 11

2. Provningsstandarder **12**

3. Resultat **13**
3.1. Dynamisk viskositet, SS-EN 12596:2007 13
3.2. Kinematisk viskositet, SS-EN 12595:2007 14
3.3. Dynamisk viskositet, SS-EN 13302:2010 16

4. Utvärdering **20**
4.1. Enskilda analysresultat och statistiska mått 20
4.2. Samband mellan de olika metoderna 22

5. Diskussion av resultaten **25**

6. Slutsats **26**

Referenser **27**

Bilaga 1 Rådata **28**

Sammanfattning

Ringanalys bitumen – viskositet

av Emelie Karlsson (VTI) och Leif Viman (VTI)

En ringanalys har genomförts av sju olika laboratorier i Sverige för fyra olika bitumenkvalitéer, två penetrationsbitumen och två mjukbitumen. Syftet med ringanalysen var att jämföra viskositetsmätningar med kapillärer mot den nya varianten med rotationsviskosimeter. Utöver dessa metoder analyserades även åldringsegenskaper vilket senare inte utvärderades. Mycket data samlades in från olika varianter på dessa analyser och fokus har sedan legat på att utvärdera data från SS-EN 13302, SS-EN 12595 och SS-EN 12596 som var det huvudsakliga syftet med ringanalysen.

Utvärderingen har handlat om att jämföra reproducerbarheten, R, för de olika metoderna vid denna ringanalys med standardernas angivna precisionsmått. För metoden SS-EN 13302 var ringanalysens spridning generellt mindre än metodens precisionsmått medan det för SS-EN 12595 och SS-EN 12596 generellt var större. Att SS-EN 13302 har generösare spridning för R kan vara en förklaring och detta bör undersökas vidare.

Summary

Round robin bitumen – Viscosity

by Emelie Karlsson (VTI) and Leif Viman (VTI)

A round robin was carried out by seven different laboratories in Sweden for four different types of bituminous binders, two harder bitumen and two soft bitumen. The purpose of the round robin test was to compare the viscosity methods using capillaries against the new variant with a rotating spindle viscometer. Apart from these methods the aging characteristics was also tested but later not evaluated. Much data were collected from different variations on these analyzes and the focus has been on evaluating data from EN 13302, EN 12595 and EN 12596, which was the main purpose of the round robin.

The evaluation has focused on the reproducibility for the various methods compared with the precision in the different standards. The variation in the result for the method SS-EN 13302 was generally lower in this round robin test compared to the precision in the standard while the variation for the SS-EN 12595 and SS-EN 12596 generally was higher. EN 13302 have greater requirement of R which may be an explanation and this should be investigated further.

1. Bakgrund

Denna ringanalys har initierats av Metodgruppens bitumenutskott, medan VTI har ansvarat för sammanställning av data. Deltagande laboratorier representerar bitumentillverkare, forsknings-institut, entreprenörer och teknisk högskola.

Syftet med ringanalysen är främst att vid en revidering av specifikationen för beläggnings-bitumen (SS-EN 12591) se om man kan byta ut de nuvarande metoderna för dynamisk och kinematisk viskositet där man använder kapillärer mot varianten för bestämning av dynamisk viskositet med hjälp av rotationsviskosimeter. En utgångspunkt har då varit att jämföra spridningen av laboratoriernas resultat mot de skattade värdena för repeter- och reproducerbarhet (r och R) i respektive standard.

Fördelar med rotationsviskosimeter jämfört med kapillärer har sagts vara enklare hantering och minskad hantering av lösningsmedel vid diskning av utrustning och att kunna ersätta två metoder med en enda där man kan mäta vid olika temperaturer. Tidigare ringanalyser har visat större spridning för kapillärmetoderna jämfört med de värden på reproducerbarhet som anges i standarderna (Kettunen, 2014).

1.1. Provmaterial och provberedning

Två penetrationsbitumen, 50/70 och 160/220, och två mjukbitumen V6000 och V12000 har provats i denna ringanalys.

Bitumenproverna är framtagna och levererade till laboratorierna av Helene Odelius på Nynas.

Alla laboratorium utom ett har utfört provberedning och analyser enligt gällande standarder med undantag för provmängd i rotationsviskositet som i flera fall mäts upp i vikt istället för volym.

En särskild blankett bifogades med proverna, där laboratorierna angett vilka utrustningar de använt i ringanalysen. Förhoppningen är att dessa uppgifter ska underlätta bedömningen eller hjälpa till att förklara orsaker till eventuella skillnader i resultat.

1.2. Deltagande laboratorier

Totalt deltog sju laboratorier i ringanalysen, sex av laboratorierna utförde analyserna efter gällande EN standarder medan ett laboratorium använde sig av en egenutvecklad metod för rotationsviskosimeter. Deltagande laboratorier var Nynas i Nynäshamn, NCC i Upplands Väsby, VTI i Linköping, Peab i Hisings backa, Skanska i Gunnilse, Svevia i Jönköping och LTH i Lund. Laboratorierna har utfört de analyser de kunnat med de utrustningar de haft. Alla resultat och information från respektive laboratorium redovisas i bilaga 1.

2. Provningsstandarder

- Penetrationsbitumen har testats enligt följande standarder:
- Dynamisk viskositet, SS-EN 12596:2007 vid 60 °C *
- Kinematisk viskositet, SS-EN 12595:2007 135 °C *
- Dynamisk viskositet, SS-EN 13302:2010 60 °C
- Dynamisk viskositet, SS-EN 13302:2010 135 °C
- RTFOT, SS-EN 12607-1:2007 163 °C *

- Mjukbitumen har testats enligt följande standarder:
- Kinematisk viskositet, SS-EN 12595:2007 60 °C *
- Dynamisk viskositet, SS-EN 13302:2010 60 °C
- TFOT, SS-EN 12607-2:2007 120 °C

Mjukbitumen har även testats vid samma temperaturer som för penetrationsbitumen enligt följande standarder:

- Dynamisk viskositet, SS-EN 12596:2007 vid 60 °C *
- Kinematisk viskositet, SS-EN 12595:2007 vid 135 °C *
- Dynamisk viskositet, SS-EN 13302:2010 vid 135 °C
- RTFOT, SS-EN 12607-1:2007 vid 163 °C *

På grund av mycket data och i vissa fall endast få svar per metod har vi i valt att fokusera på följande standarder:

- Dynamisk viskositet, SS-EN 12596:2007 vid 60 °C *
- Kinematisk viskositet, SS-EN 12595:2007 vid 60 °C 135 °C *
- Dynamisk viskositet, SS-EN 13302:2010 vid 60 °C och 135 °C

*/ Nya versioner av SS-EN 12595, SS-EN 12596 och SS-EN 12607-1 publicerades 2014-11-13. (Denna ringanalys är dock utförd enligt den äldre versionen eftersom ringanalysen startade före nov 2014.)

3. Resultat

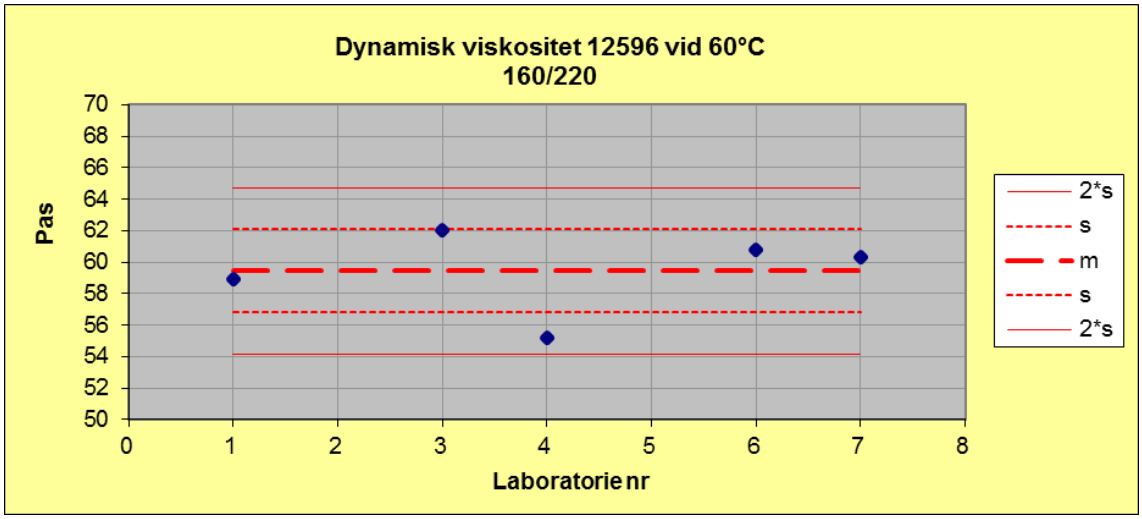
Redovisning av samtliga resultat samt uppgifter om de deltagande laboratoriernas utrustningar redovisas i bilaga 1. Statistiska beräkningar och jämförelse mellan metoder har ej utförts på bitumen som åldrats med TFOT eller RTFOT.

På grund av att det är ett begränsat antal deltagande laboratorier i denna ringalys och få upprepade mätningar per laboratorium så bedöms underlaget vara för litet för en mer utförlig statistisk utvärdering, så vi har inget underlag för att bedöma repeterbarheten (r).

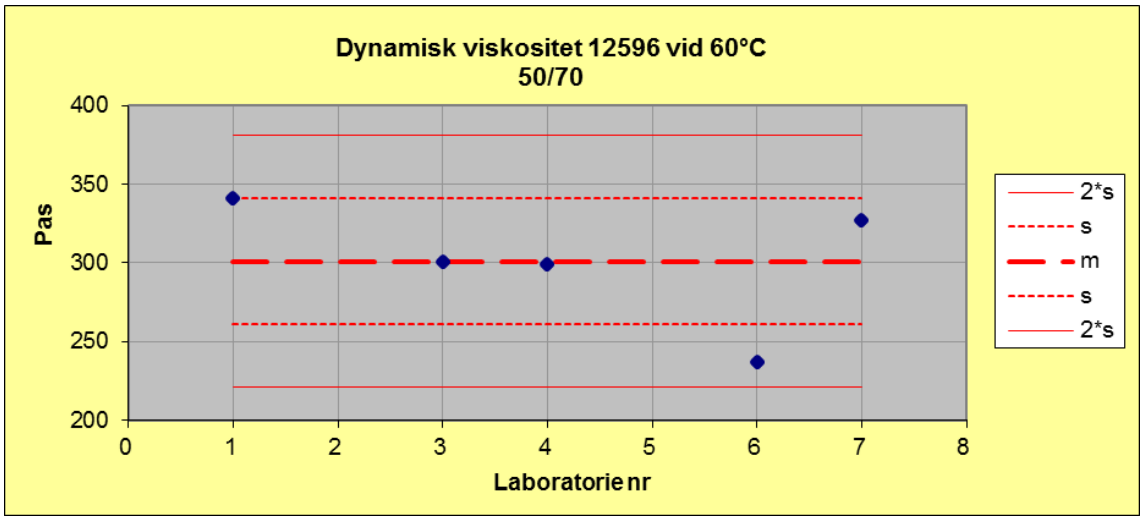
I figur 1-14 finns diagram med enskilda analysvärden, standardavvikelse och två gånger standardavvikelsen sorterat utifrån metod.

3.1. Dynamisk viskositet, SS-EN 12596:2007

Penetrationsbitumen



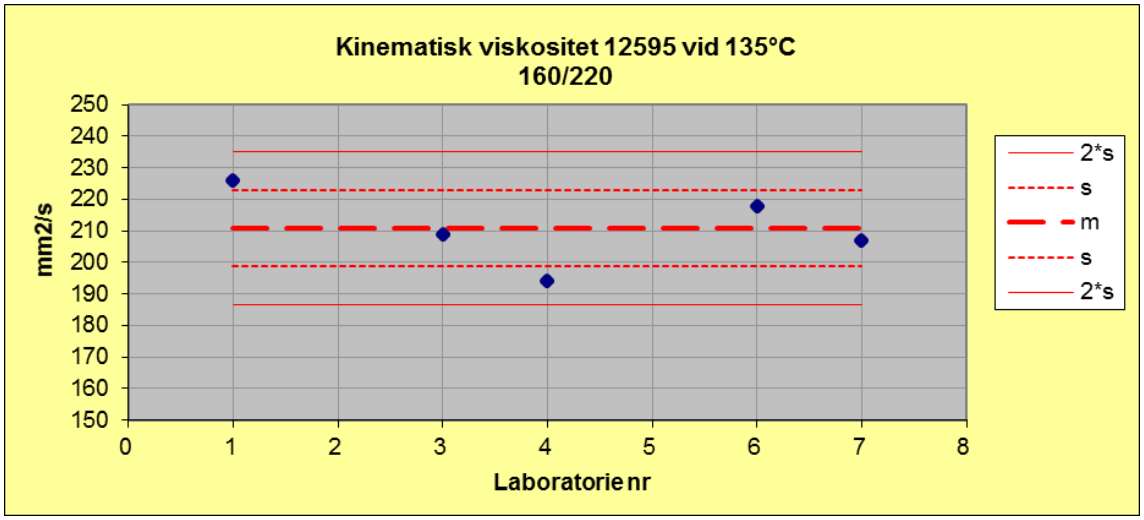
Figur 1. Enskilda analysresultat och standardavvikelse för dynamisk viskositet enligt SS-EN 12596 för penetrationsbitumen 160/220



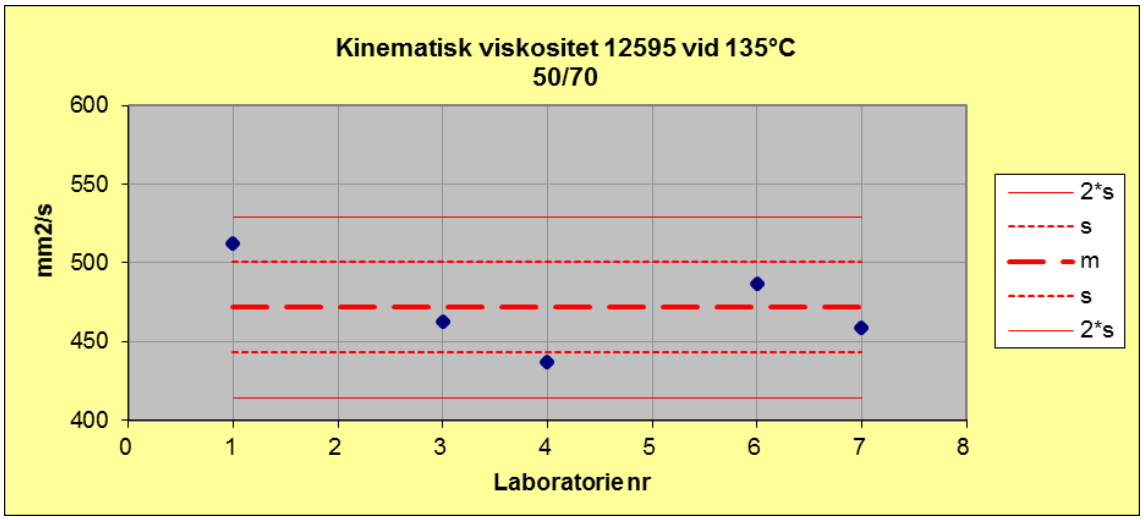
Figur 2. Enskilda analysresultat och standardavvikelse för dynamisk viskositet enligt SS-EN 12596 för penetrationsbitumen 50/70

3.2. Kinematisk viskositet, SS-EN 12595:2007

Penetrationsbitumen

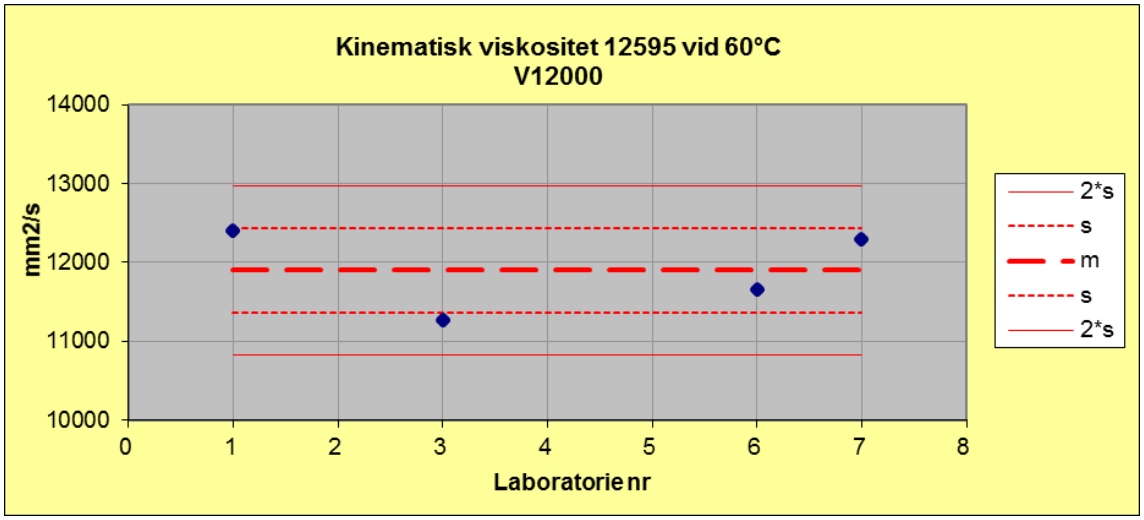


Figur 3. Enskilda analysresultat och standardavvikelse för kinematisk viskositet enligt SS-EN 12595 för penetrationsbitumen 160/220

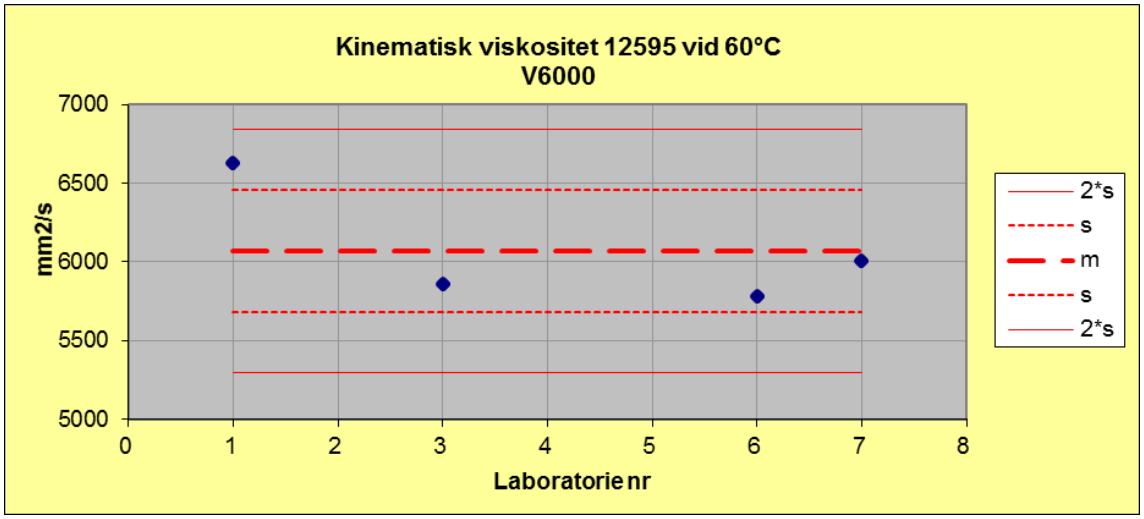


Figur 4. Enskilda analysresultat och standardavvikelse för kinematisk viskositet enligt SS-EN 12595 för penetrationsbitumen 50/70

Mjukbitumen



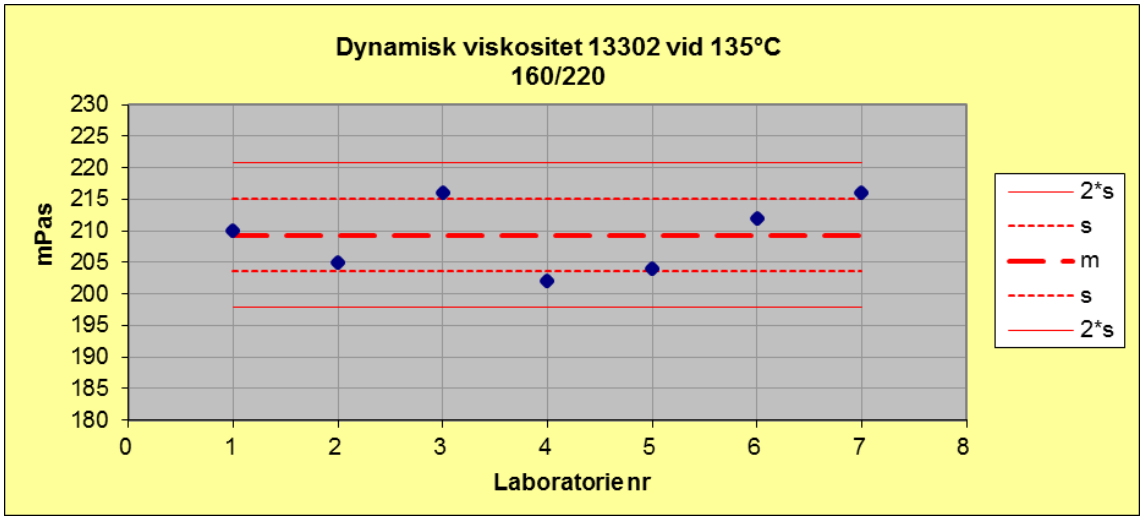
Figur 5. Enskilda analysresultat och standardavvikelse för kinematisk viskositet enligt SS-EN 12595 för mjukbitumen V12000



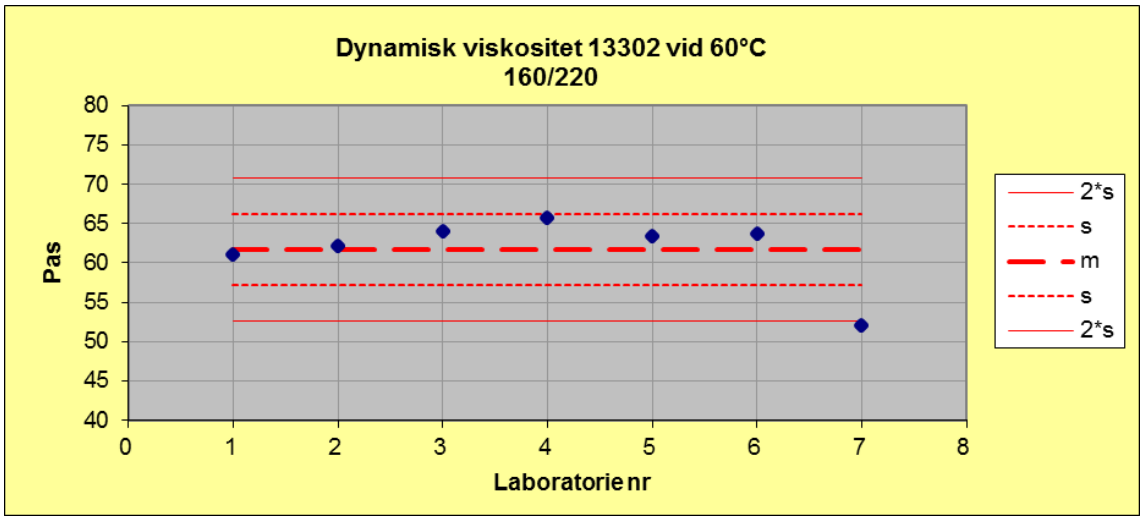
Figur 6 Enskilda analysresultat och standardavvikelse för kinematisk viskositet enligt SS-EN 12595 för mjukbitumen V6000

3.3. Dynamisk viskositet, SS-EN 13302:2010

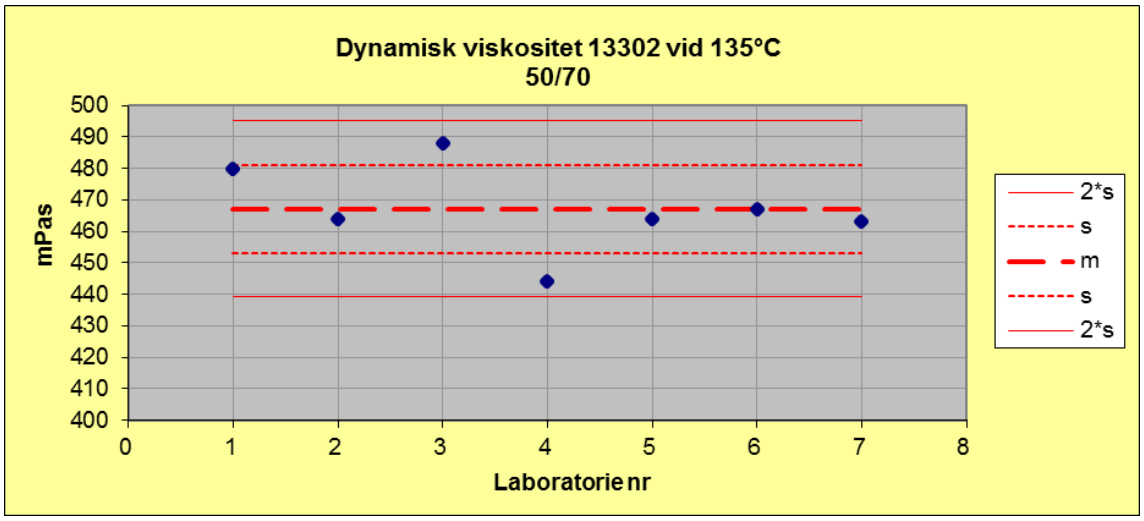
Penetrationsbitumen



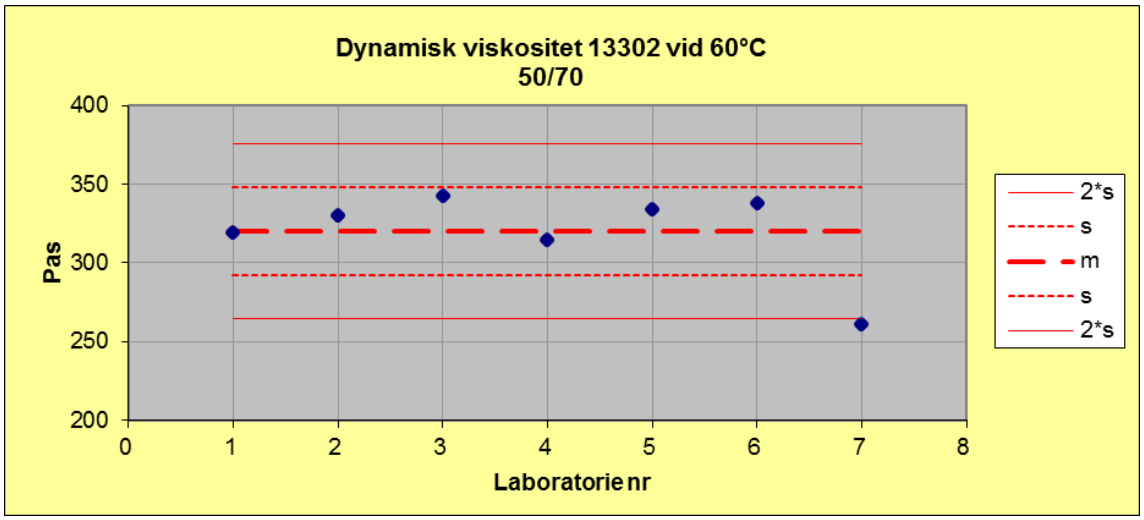
Figur 7. Enskilda analysresultat och standardavvikelse för dynamisk viskositet enligt SS-EN 13302 för penetrationsbitumen 160/220



Figur 8. Enskilda analysresultat och standardavvikelse för dynamisk viskositet enligt SS-EN 13302 för penetrationsbitumen 160/220

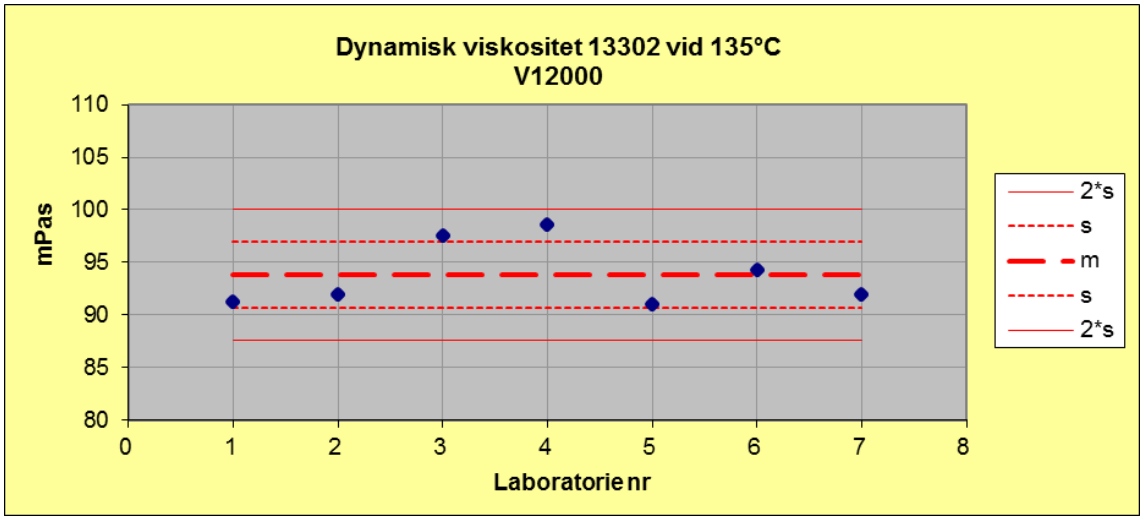


Figur 9. Enskilda analysresultat och standardavvikelse för dynamisk viskositet enligt SS-EN 13302 för penetrationsbitumen 50/70

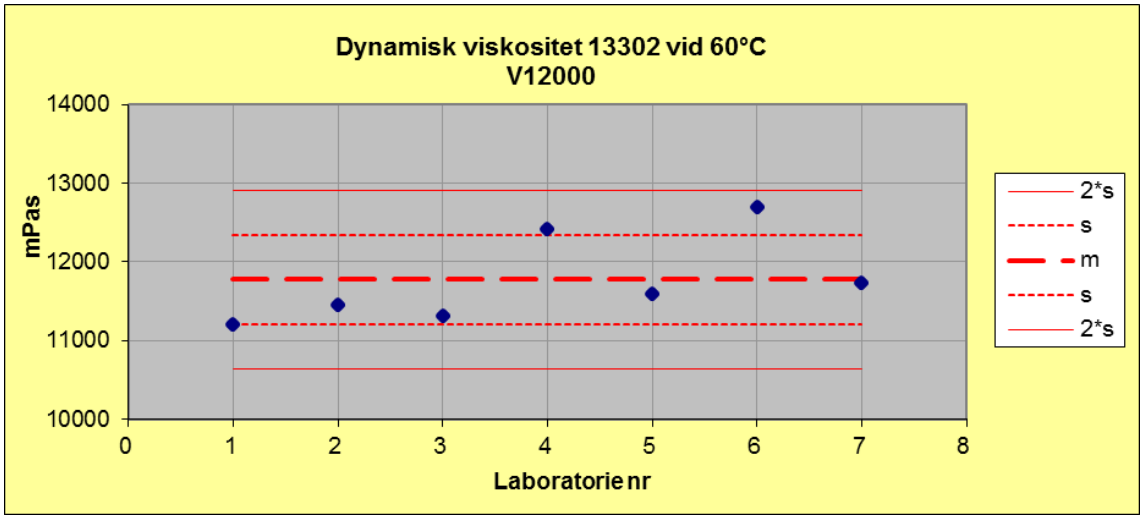


Figur 10. Enskilda analysresultat och standardavvikelse för dynamisk viskositet enligt SS-EN 13302 för penetrationsbitumen 50/70

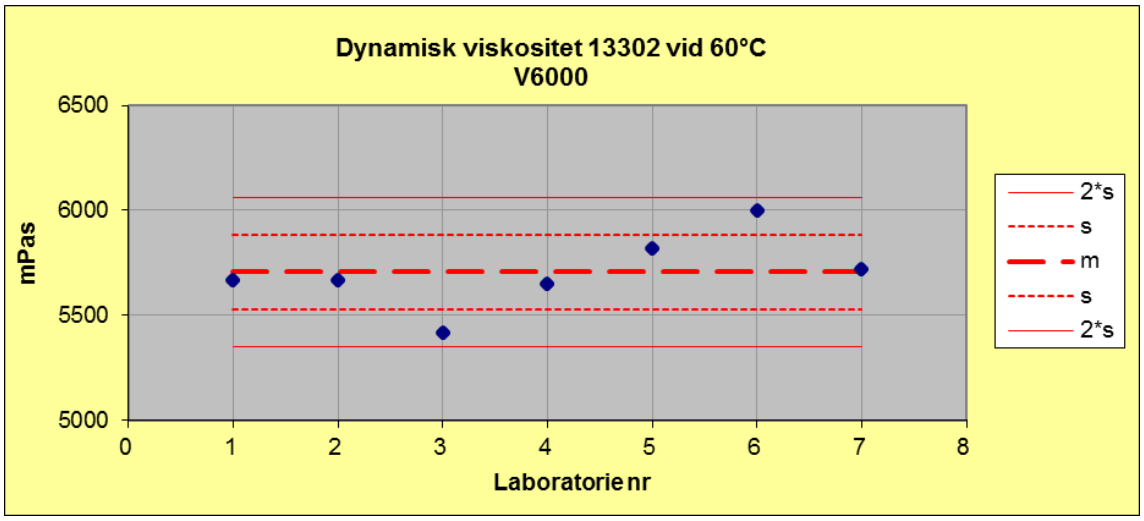
Mjukbitumen



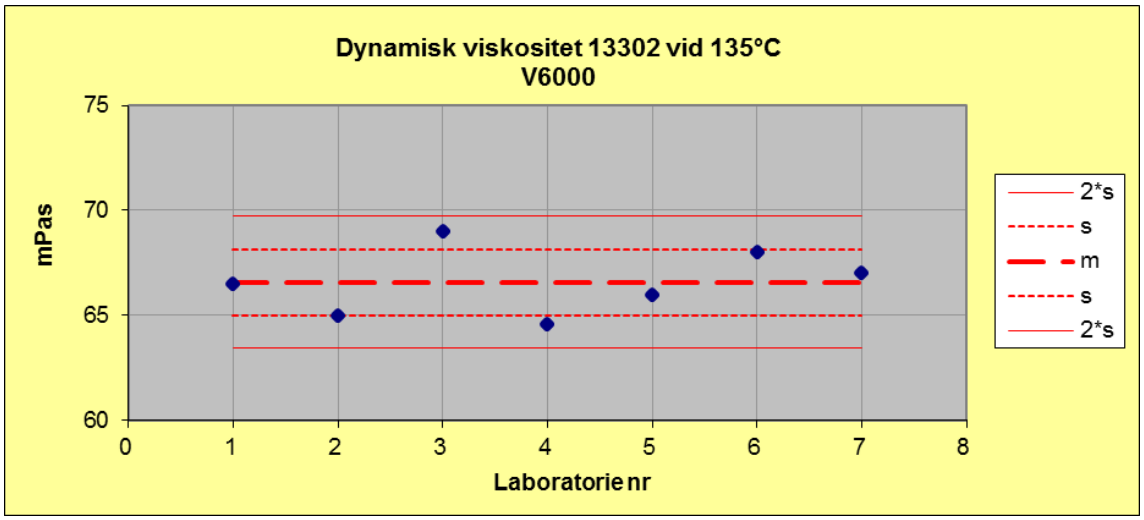
Figur 11. Enskilda resultat och standardavvikelser för dynamisk viskositet enligt SS-EN 13302 för mjukbitumen V12000



Figur 12. Enskilda analysresultat och standardavvikelser för dynamisk viskositet enligt SS-EN 13302 för mjukbitumen V12000



Figur 13. Enskilda analysresultat och standardavvikelse för dynamisk viskositet enligt SS-EN 13302 för mjukbitumen V6000



Figur 14. Enskilda analysresultat och standardavvikelse för dynamisk viskositet enligt SS-EN 13302 för mjukbitumen V6000

4. Utvärdering

Eftersom syftet med denna ringanalys framförallt varit att bedöma om metoden för dynamisk viskositet med hjälp av rotationsviskosimeter enligt SS-EN 13302 kan ersätta viskositets-metoderna SS-EN 12595 och SS-EN 12596 som använder sig av kapillärer har denna utvärdering koncentrerats till dessa metoder.

På grund av brist på data för enskilda värden kan reproducerbarheten inte fullt ut värderas. En lite förenklad beräkning är att beräkna R som 2,83*s, vilket ger en 95 % säkerhet av spridningsmåttet R, dvs. att var 20 analys kan ligga utanför angivna R-värdet.

Resultaten från denna ringanalys har sedan jämförts mot de precisionsmått som finns angivna i respektive standard. Se Tabell 1.

Tabell 1. Reproducerbarhetsmåtten angivna i respektive standard.

Metod	Enhet	Värde	Rstand %
Kinematisk viskositet 12595, 135 °C	mm^2/s	<600	6
		≥600	9
Kinematisk viskositet 12595, 60 °C			9
Dynamisk viskositet 12596	Pa s	≥2000	12
		<2000	10
Dynamisk viskositet 13302	mPa s		15

4.1. Enskilda analysresultat och statistiska mått

Utifrån beräkningarna har det framräknade värdet för reproducerbarhet jämförts med standardens angivna värde för reproducerbarhet för att se om resultaten i denna ringanalys har mindre spridning.

Tabell 2. Enskilda analysresultat för penetrationsbitumen 160/220.

Metod	Enhet	Temp	Kvalitet	Lab 1	Lab 2	Lab 3	Lab 4	Lab 5	Lab 6	Lab 7
Kinematisk viskositet 12595	mm^2/s	135 °C	160/220	226		209	194		218	207
Dynamisk viskositet 13302	mPa s	135 °C	160/220	210	205	216	202	204	212	216
Dynamisk viskositet 12596	Pa s	60 °C	160/220	59		62	55		60,8	60,3
Dynamisk viskositet 13302	Pa s	60 °C	160/220	61	62,1	64,0	65,7	63,4	63,8	52,0

Tabell 3. Statistiska mått för penetrationsbitumen 160/220.

Metod	Enhet	Temp	Kvalitet	Antal	Medel	Stav	Rcalc		Rstand	Ok?
				n	m	s	2,8*s	%	%	
Kinematisk viskositet 12595	mm^2/s	135 °C	160/220	5	211	12	34	16	6	nej
Dynamisk viskositet 13302	mPa s	135 °C	160/220	7	209	6	16	8	15	ja
Dynamisk viskositet 12596	Pa s	60 °C	160/220	5	59	3	7	12	10	nej
Dynamisk viskositet 13302	Pa s	60 °C	160/220	7	62	5	13	21	15	nej

För 160/220 bitumen är det endast dynamisk viskositet enligt SS-EN 13302 vid 135 °C som har mindre spridning än den som finns angiven i standarden. Tar man bort det låga värdet på 52,0 som ligger utanför 2*s för dynamisk viskositet enligt SS-EN 13302 vid 60 °C får metoden ett beräknat R på 7 % vilket är mindre än standardens angivna värde på 15 %.

Tabell 4. Enskilda analysresultat för penetrationsbitumen 50/70.

Metod	Enhet	Temp	Kvalitet	Lab 1	Lab 2	Lab 3	Lab 4	Lab 5	Lab 6	Lab 7
Kinematisk viskositet 12595	mm^2/s	135 °C	50/70	512		463	437		487	459
Dynamisk viskositet 13302	mPa s	135 °C	50/70	480	464	488	444	464	467	463
Dynamisk viskositet 12596	Pa s	60 °C	50/70	341		301	299		237	327
Dynamisk viskositet 13302	Pa s	60 °C	50/70	319	330	343	315	334	338	261

Tabell 5. Statistiska mått för penetrationsbitumen 50/70.

Metod	Enhet	Temp	Kvalitet	Antal n	Medel m	Stav s	Rcalc 2,8*s	Rcalc %	Rstand %	Ok?
Kinematisk viskositet 12595	mm^2/s	135 °C	50/70	5	472	29	80	17	6	nej
Dynamisk viskositet 13302	mPa s	135 °C	50/70	7	467	14	39	8	15	ja
Dynamisk viskositet 12596	Pa s	60 °C	50/70	5	301	40	112	37	10	nej
Dynamisk viskositet 13302	Pa s	60 °C	50/70	7	320	28	78	24	15	nej

För 50/70 bitumen är det endast dynamisk viskositet enligt SS-EN 13302 vid 135 °C som ger mindre spridning i denna ringanalys jämfört med standardens angivna värde för reproducerbarhet. Även för detta bitumen ligger ett värde utanför 2*s för dynamisk viskositet enligt SS-EN 13302 vid 60 °C, tar man bort detta värde får metoden ett beräknat R på 9 % vilket är mindre än standardens angivna värde på 15 %.

Tabell 6. Enskilda analysresultat för mjukbitumen V12000.

Metod	Enhet	Temp	Kvalitet	Lab 1	Lab 2	Lab 3	Lab 4	Lab 5	Lab 6	Lab 7
Dynamisk viskositet 13302	mPa s	135 °C	V12000	91,3	92	97,5	98,6	91	94,3	92
Kinematisk viskositet 12595	mm^2/s	60 °C	V12000	12400		11266			11653	12290
Dynamisk viskositet 13302	mPa s	60 °C	V12000	11200	11450	11317	12419	11600	12700	11740

Tabell 7. Statistiska mått för mjukbitumen V12000.

Metod	Enhet	Temp	Kvalitet	Antal n	Medel m	Stav s	Rcalc 2,8*s	Rcalc %	Rstand %	Ok?
Dynamisk viskositet 13302	mPa s	135 °C	V12000	7	94	3	9	9	15	ja
Kinematisk viskositet 12595	mm^2/s	60 °C	V12000	4	11902	537	1504	13	9	nej
Dynamisk viskositet 13302	mPa s	60 °C	V12000	7	11775	570	1596	14	15	ja

Mjukbitumen testas normalt med kinematisk viskositet vid 60 °C. Den angivna reproducerbarheten i SS-EN 13302 är generösare än de för kapillärmetoderna SS-EN 12595 och SS-EN 12596 vilket gör att fler värden hamnar inom den angivna reproducerbarheten. Om man ser till Rcalc för de olika metoderna vid 60 °C är värdena jämna på 13 och 14 % vilket är större värden än den angivna reproducerbarheten enligt SS-EN 12595 som ligger på 9 %. Vid 135 °C visar den dynamiska viskositeten bra reproducerbarhet jämfört med det angivna värdet i SS-EN 13302.

Tabell 8. Enskilda analysresultat för mjukbitumen V6000.

Metod	Enhet	Temp	Kvalitet	Lab 1	Lab 2	Lab 3	Lab 4	Lab 5	Lab 6	Lab 7
Dynamisk viskositet 13302	mPa s	135 °C	V6000	66,5	65	69	64,6	66	68	67
Kinematisk viskositet 12595	mm^2/s	60 °C	V6000	6631		5856			5778	6008
Dynamisk viskositet 13302	mPa s	60 °C	V6000	5670	5670	5417	5653	5820	6000	5720

Anm. Röda siffror= Lab har ej följt metoden (för stora/små kapillärer/spindlar)

Tabell 9. Statistiska mått för mjukbitumen V6000.

Metod	Enhet	Temp	Kvalitet	Antal	Medel	Stav	Rcalc		Rstand	Ok?
				n	m	s	2,8*s	%	%	
Dynamisk viskositet 13302	mPa s	135 °C	V6000	7	67	2	4	7	15	ja
Kinematisk viskositet 12595	mm^2/s	60 °C	V6000	4	6068	387	1084	18	9	nej
Dynamisk viskositet 13302	mPa s	60 °C	V6000	7	5707	177	496	9	15	ja

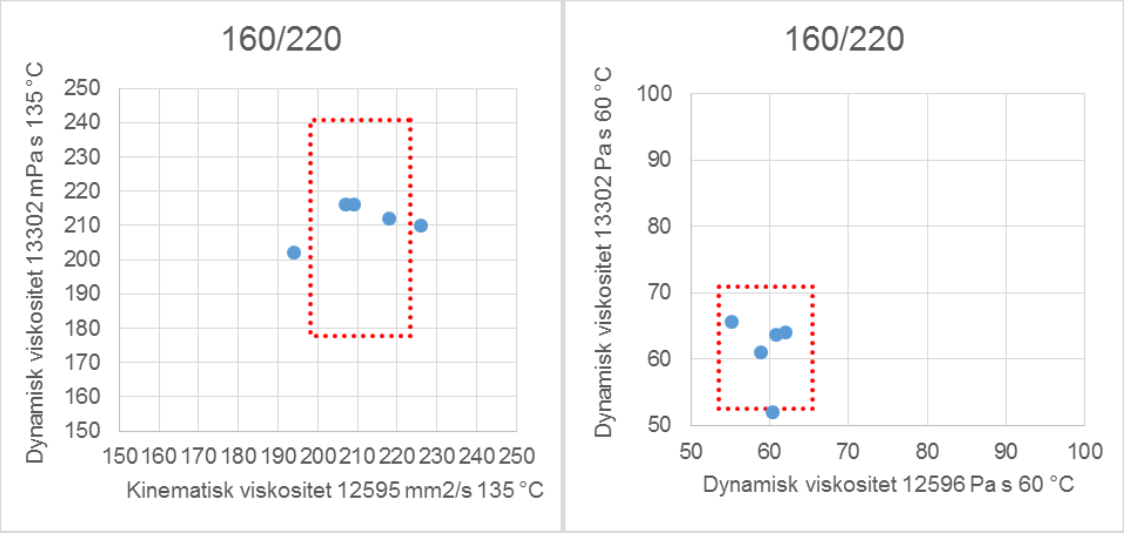
Resultatens spridning för SS-EN 12595 är mycket större i denna ringanalys än standardens angivna reproducerbarhet. Vad gäller SS-EN 13302 ligger spridningen en bra bit under angivna värden, både jämfört med värdena i den metoden och värdena i SS-EN 12595.

För båda sorterna mjukbitumen kan det sammanfattas att spridningen mellan värdena i denna ringanalys för standarden SS-EN 13302 är mindre än reproducerbarhetsmåtten angivna i standarden medan för standarden SS-EN 12595 är spridningen för båda sorterna större i denna ringanalys än den angivna reproducerbarheten.

4.2. Samband mellan de olika metoderna

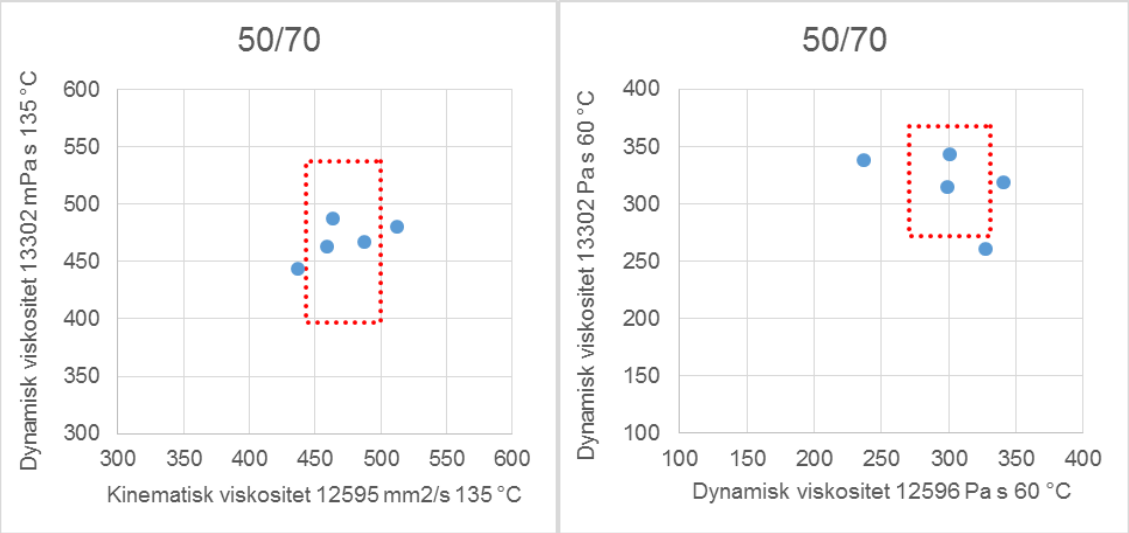
För att kunna bedöma hur spridningen varierar mellan de olika metoderna görs här en jämförelse mellan metoderna och deras reproducerbarhet. Alla punkter utanför den röda fyrkanten är värden som är större än standardens precisionsvärde. Den röda fyrkanten är beräknad utifrån medelvärde från denna ringanalys ± standardens angivna reproducerbarhet.

Figuren för 160/220 vid 135 °C visar två värden som faller utanför standardens angivna reproducerbarhet för SS-EN 12595 medan alla värden för SS-EN 13302 ligger nära varandra och mellan gränserna. För 160/220 vid 60 °C ligger ett värde utanför gränsen för SS-EN 13302 detta är ett värde som också ligger utanför 2*s.



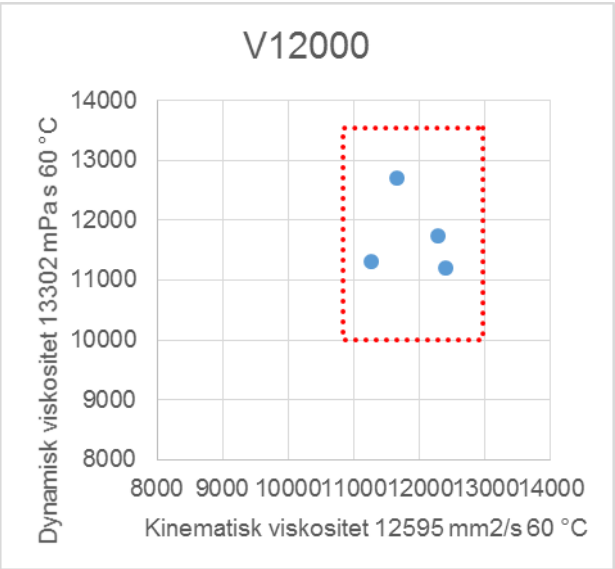
Figur 15. Samband mellan olika viskositetsmetoder för penetrationsbitumen 160/220.

Figuren för 50/70 vid 135 °C visar ganska stor spridning för SS-EN 12595 med två värden utanför reproducerbarhetsgränserna. Alla värden för SS-EN 13302 ligger inom gränserna för standardens angivna precisionsmått. Vad gäller 50/70 vid 60 °C är spridningen lite större får båda metoderna med två värden utanför reproducerbarhetsgränserna för SS-EN 12596 och ett värde utanför reproducerbarhetsgränserna för SS-EN 13302. Det värde som ligger utanför gränserna för SS-EN 13302 ligger också utanför 2*s i tidigare figur.



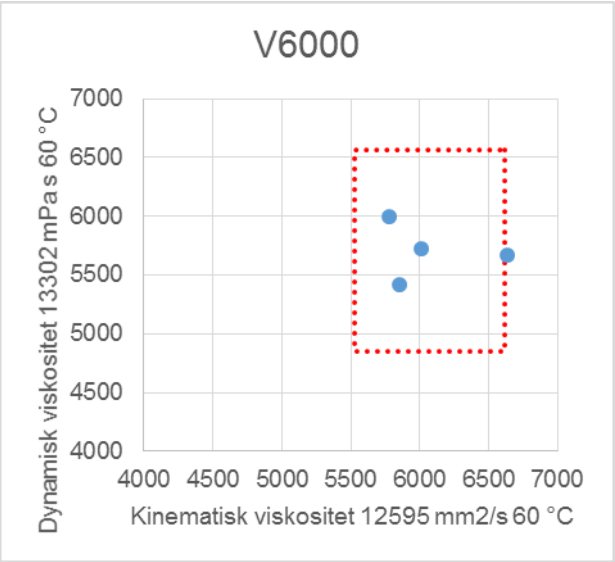
Figur 16. Samband mellan olika viskositetsmetoder för penetrationsbitumen 50/70.

I figuren för V12000 ligger alla värden för de båda metoderna inom reproducerbarhets-gränserna.



Figur 17. Samband mellan olika viskositetsmetoder för mjukbitumen V12000 60 °C.

Ett av värdena för SS-EN 12595 ligger utanför reproducerbarhetsgränserna för V6000. Värdet ligger utanför 1*s men inom 2*s enligt tidigare figur. Resterande värden ligger inom gränserna för båda metoderna.



Figur 18. Samband mellan olika viskositetsmetoder för mjukbitumen V6000 vid 60 °C.

5. Diskussion av resultaten

Generellt kan man konstatera att spridningen i resultat mellan olika laboratorier i många fall ligger utanför standardens angivna precisionsvärden. Detta är något som Nestes årliga ringanalys för bitumenanalyser konstaterat och gäller de flesta metoderna inom bitumenområdet (Kettunen, 2014).

Tabell 10. Sammanställning av reproducerbarheten i denna ringanalys jämfört mot den angivna reproducerbarheten i respektive standard.

Metod	Enhet	Temp	160/220	50/70	V12000	V6000
Kinematisk viskositet 12595	mm^2/s	135 °C	nej	nej	--	--
Dynamisk viskositet 13302	mPa s	135 °C	ja	ja	ja	ja
Dynamisk viskositet 12596	Pa s	60 °C	nej	nej	nej	nej
Dynamisk viskositet 13302	Pa s	60 °C	nej*	nej*	ja	ja

*/ om de avvikande resultaten från labb 7 stryks blir det ja även vid 60°C för SS-EN 13302

Tabellen ovan visar att vid 135 °C är reproducerbarheten för SS-EN 13302 lägre i denna ringanalys jämfört med standardens angivna värde för alla bitumenkvaliteter som testats medan för penetrationsbitumen testade enligt SS-EN 12595 vid 135 °C är de större i denna ringanalys än vad standarden anger.

Vad gäller dynamisk viskositet vid 60 °C har alla bitumenkvalitéerna större spridning i denna ringanalys jämfört med de angivna värdena i standarden SS-EN 12596. För SS-EN 13302 får båda varianterna av mjukbitumen mindre spridning medan reproducerbarheten för penetrations-bitumen är större i denna ringanalys än standardens angivna värden.

En av förklaringarna kan vara att de angivna värdena för reproducerbarhet i SS-EN 13302 är flera procentenheter större jämfört med SS-EN 12595 och SS-EN 12596.

Om man plockar bort de värden som ligger utanför 2*s för dynamisk viskositet enligt SS-EN 13302 vid 60 °C för både 160/220 och 50/70 bitumen har de mindre spridning jämfört med standardens angivna värde.

6. Slutsats

Den angivna reproducerbarheten i SS-EN 13302 är mycket generösare än i SS-EN 12595 och SS-EN 12596. Oroväckande att de metoder som laboratorierna är vana att jobba med och som finns med i bitumenspecifikationerna är de metoder som har större spridning i denna ringanalys jämfört med standardernas angivna värden på reproducerbarhet.

Den centrala frågan vid denna ringanalys om rotationsviskosimeter kan ersätta de klassiska metoderna med kapillärer får inget entydigt svar även om det finns indikationer på att det kan vara ett bra alternativ. För flera av laboratorierna är rotationsviskosimeter en tämligen ny erfarenhet, varför det behövs mer provning och mer kunskap om utrustningarna, t.ex. val av spindlar mm. innan man kan känna sig trygg med denna metod.

Vår bedömning är att rotationsviskosimeter är en robust metod som trots liten erfarenhet av metoden ger relativt små spridningar i resultat.

Som rekommendation borde man genomföra en ny ringanalys med fler bitumenkvalitéer och flera upprepade provningar så att en riktig statistisk utvärdering kan göras för att erhålla värden på r och R.

Referenser

Kettunen Auli (2014), *Bitumen Round Robin 1-2014*, technical report Neste Oil

SS-EN 12595:2007, Bitumen och bituminösa bindemedel – Bestämning av kinematisk viskositet

SS-EN 12596:2007, Bitumen och bituminösa bindemedel – Bestämning av dynamisk viskositet med vakuumkapillärviskosimeter

SS-EN 13302:2010, Bitumen och bituminösa bindemedel – Bestämning av bitumens viskositet med hjälp av rotationsviskosimeter

Bilaga 1 Rådata

Tabell 11 Utrustningsdata för de deltagande laboratorierna

Utrustning	Lab 1	Lab 2	Lab 3	Lab 4	Lab 5	Lab 6	Lab 7
Dynamisk viskositet enligt 12596:2007							
Utrustning, typ av kapillärer	Cannon-Manning vacuum capillary viscometer nr 11 och 12		Bad, Polyscience Cannon digital vacuumregulator DVR 1000 series Viskrör , Cannon-Manning vacuum viscometer	Canonrör Strl.10 och strl.11.		Cannon-Manning vacuum viscometer	Bad: Tamson TV4000 Kapillär: Cannon
Senaste kalibrering, tid och metod	Kontroll mot cannon certified viscosity reference standard		kontrollerat mars 2013 med en viskositetsstandard	Inköpta kalibrerade. Kasseras efter 5år.			
Eventuella avsteg från metoden				Inga. Dock så väntar jag alltid minst 1 timme istället för som metoden säger minst 30 min.			
Kinematisk viskositet enligt 12595:2007							
Utrustning, typ av kapillärer	BS/IP/RF U-tube reverse-flow viscometer nr 6, 7, 9 och 10		Tamson TMV 40 Viskrör, Zeitfuchs cross-arm	ZeitFuchs Cross-Arm Storlek strl.5 & 6		BS/IP/RF U-Tube revers-flow viscometer	Bad: Tamson TV4000 Kapillär: Cross arm
Senaste kalibrering, tid och metod	Kontroll mot cannon certified viscosity reference standard		Kontrollerat mars 2013 med en viskostetsstandard	Inköpta kalibrerade. Kasseras efter 5år.			
Eventuella avsteg från metoden				Inga. Dock så väntar jag alltid minst 1 timme istället för som metoden säger minst 30 min.			
Dynamisk viskositet enligt 13302:2010							
Utrustning, tillverkare och modell	Brookfield RV DV-II + Pro EXTRA	Brookfield RVDV-II+Pro. Gilson	Brookfield DV II+	Rotationsviskosimeter, Brookfield, DV-III Ultra +	Brookfield DV-II + Pro EXTRA, 2011	Brookfield RVDV-11+P	Brookfield DV-I
Typ av spindel, inre och yttre radie	SC4-27b: 9,55 mm / 5,90 mm	Nr.21 Yttre diameter 16,8mm Nr.28 Yttre diameter 9,4mm	SC4 spindel 21 diam. 16,76mm spindel 28 diam. 9,39mm	BIFOGAD BILD	SC4-27b: 9,55 mm / 5,90 mm SC4-21: 9,55 mm / 8,40 mm	SC4-21 16,76mm, SC4-27 11,76mm	S21 + S28
Eventuella avsteg från metoden				Räknar gram och inte milliliter. Tar således inte hänsyn till densiteten.	Temperatursvep enligt egen metod istället för dubbelmätning	Singelprov	Tempereringstid + inväntar jämnvikt innan resultat avläses.

Tabell 12 Enskilda resultat för penetrationsbitumen

Penetrationsbitumen			Lab 1		Lab 2		Lab 3		Lab 4		Lab 5		Lab 6		Lab 7	
Metod	**Parameter**	**Enhet**	**50/70**	**160/220**	**50/70**	**160/220**	**50/70**	**160/220**	**50/70**	**160/220**	**50/70**	**160/220**	**50/70**	**160/220**	**50/70**	**160/220**
Dynamisk viskositet	Tid temperaturjämvikt	min	50	50			45	45	60	60			90	90	30	30
12596:2007	Resultat	Pa s	341	58,9			299/303	62/62	(296,78+301,12)/2=299	(54,75+55,58)/2=55,17			327,268	60,789	327	60,3
60°C																
Kinematisk viskositet	Tid temperaturjämvikt	min	50	50			45min	45min	60	60			90		30	30
12595:2007	Resultat	mm2/s	512	226			458/468	207/210	(436,37+438,51)/2= 437,44	(193,62+194,74)/2= 194,18			486,674	218,229	459	207
135°C																
Dynamisk viskositet	Rotationshastighet	RPM	0,4	2	1	5	1	10	0,75	15	0,37	2	0,2	1	1	5
13302:2010	Torque	%	51,1	49,1	66	62,1	80,6/80,5/80,4	76,8/76,8/76,7	94,4	98,5	49	51			52,00	52,00
60°C	Viskositet	mPas	319375	61000	330000	62100	343000/343000/343000	64000/64000/63917	314667	65667	334 000	63 400	338000	63750	261000	52000
	Shear rate	1/sec	0,14	0,68	0,28	1,4	960,4/960,4/960,4	1077/1077/1075	0,26	3,75	0,13	0,68	27	25,5		
	Spindle	SC4-	27	27	28	28	28	28	27	29	27	27	27	27	28	28
	Temperatur	°C	59,9	59,9	60	60	60,0/60,0/60,0	60,0/60,0/59,9	60	60	60	60	60	60	60	60
Dynamisk viskositet	Rotationshastighet	RPM	200	200	100	100	100	100	250	250	200	200	150	150	50	100
13302:2010	Torque	%	38,4	16,8	92,8	41	97,6/97,7/97,6	43,2/43,2/43,2	44,4	20,2	37	16			46,60	43,20
135°C	Viskositet	mPas	480	210	464	205	488,5/487,0/488,0	216,0/216,0/216,0	444	202	464	204	467	212	463	216
	Shear rate	1/sec	68	68	93	93	454,8/453,4/454,5	200,1/200,1/200,1	85	85	68	68	28	12,7		
	Spindle	SC4-	27	27	21	21	21	21	27	27	27	27	27	27	21	21
	Temperatur	°C	135,1	134,8	135	135	135,0/135,1/135,1	135,0/135,0/134,9	135	135	134,9	134,9	135	135	135	135
RTFOT																
12607-1:2007	Viktförändring	%	-0,07	-0,4	-0,23	-0,57	(-)0,0859/-0,1125	(-)0,4259/-0,37	-0,26	-0,48			-0,28	-0,7		
163°C																
Dynamisk viskositet	Tid temperaturjämvikt	min	50	50			45	45					90	90	30	30
12596:2007	Resultat	Pa s	820	111			689/686	123/126	Saknar rör i rätt storlek	(120,35+120,10)/2 = 120,23			855,462	136,712	765	129
60°C efter RTFOT																
Kinematisk viskositet	Tid temperaturjämvikt	min	50	50			45	45		60 min			90	90	30	30
12595:2007	Resultat	mm2/s	807	305			667/660	290/282	Saknar rör i rätt storlek	(280,39+279,34)/2 =279,87			837,936	314,272	690	289
135°C efter RTFOT																
Dynamisk viskositet	Rotationshastighet	RPM	0,15	1	0,5	3	0,6	5	1,1	1,8			0,05	0,4	0,5	2
13302:2010	Torque	%	50,9	45,3	93,3	84,6	76,0/76,1/76,1	95,2/95,3/95,3	96,1	98					83,30	53,40
60°C efter RTFOT	Viskositet	mPas	848333	113250	933000	141000	633000/634000/634000	95200/95300/95300	873636	136111			955000	142000	833000	133500
	Shear rate	1/sec	0,05	0,34	0,14	0,84	1709/1713/1713	1618/1584/1591	0,28	0,61			19,1	22,8		
	Spindle	SC4-	27	27	28	28	28	28	29	27			27	27	28	28
	Temperatur	°C	59,9	60	60	60	59,9/60,0/60,0	60,0/60,0/60,1	60	60			60	60	60	60
Dynamisk viskositet	Rotationshastighet	RPM	150	200	60	100	60	100	200	161			100	150	50	100
13302:2010	Torque	%	45,9	22,7	88,2	60,4	84,0/83,9/83,9	60,0/60,0/60,0	15,2	95,1					69,00	58,20
135°C efter RTFOT	Viskositet	mPas	766,7	283,8	735	302	700,8/699,2/699,2	300,0/300,0/300,0	760	295,3			752,5	315	690	291
	Shear rate	1/sec	51	68	55,8	93	653,8/652,4/652,4	279,6/279,6/279,6	50	149,7			30,1	18,9		
	Spindle	SC4-	27	27	21	21	21	21	29	21			27	27	21	21
	Temperatur	°C	134,8	135	135	135	134,9/135,0/134,9	135,0/135,0/135,1	135	135			135	135	135	135

Tabell 13 Enskilda resultat för mjukbitumen

Mjukbitumen			Lab 1		Lab 2		Lab 3		Lab 4		Lab 5		Lab 6		Lab 7	
Metod	**Parameter**	**Enhet**	**V6000**	**V12000**	**V6000**	**V12000**	**V6000**	**V12000**	**V6000**	**V12000**	**V6000**	**V12000**	V6000	V12000	V6000	V12000
Kinematisk viskositet	Tid temperaturjämvikt	min	60	50			45	45					90	90	30	30
12595:2007	Resultat	mm2/s	6631	12400			5874/5838	11212/11320	Saknar rör i rätt storlek	Saknar rör i rätt storlek			5778	11653	6008	12290
60°C																
Dynamisk viskositet	Rotationshastighet	RPM	25	10	50	40	60	30	44	21,5	4,4	2,2	2	1	5	2,5
13302:2010	Torque	%	56,7	44,8	56,7	91,6	65,00/65,0/65,0	67,9/67,9/67,9	99,5	98,3	51	50			57,20	58,70
60°C	Viskositet	mPas	5670	11200	5670	11450	5417/5417/5417	11317/11317/11317	5653	11419	5 820	11 600	6000	12700	5720	11740
	Shear rate	1/sec	8,5	3,4	14	11,2	958,8/957,4/957,4	905,0/905,0/905,0	14,96	7,31	4,1	2	24	25,5		
	Spindle	SC4-	27	27	28	28	28	28	27	27	21	21	21	21	21	21
	Temperatur	°C	60	60	60	60	60,0/60,0/60,1	60,0/60,0/60,0	60	60	60	60	60	60	60	60
TFOT																
12607-2:2007	Viktförändring	%	-0,04	-0,05	-0,09	-0,07	(-)0,0399/-0,0598/-0,0399	(-)0,02/-0,0399/-0,0408	Saknar TFOT	Saknar TFOT			-0,11	-0,09		
120°C								-0,0408								
Kinematisk viskositet	Tid temperaturjämvikt	min	60	60			45	45							30	30
12595:2007	Resultat	mm2/s	6820	16700			6871/6829	16073/15932	Saknar TFOT	Saknar TFOT			7084	14162	7112,5	17955
60°C efter TFOT																
Dynamisk viskositet	Rotationshastighet	RPM	20	20	50	30	60	30					1	1	4	2
13302:2010	Torque	%	52,2	55,8	69,1	86,5	81,3/81,0/81,0	82,4/82,4/82,4							52,80	56,00
60°C efter TFOT	Viskositet	mPas	6525	13950	6910	14417	6775/6750/6750	13733/13733/13733	Saknar TFOT	Saknar TFOT			7400	14700	6600	14000
	Shear rate	1/sec	6,8	3,4	14	8,4	1110/1110/1110	1131/1131/1131					14,9	29,4		
	Spindle	SC4-	27	27	28	28	28	28					21	21	21	21
	Temperatur	°C	60	60	60	60	59,9/60,0/60,0	60,0/60,0/60,0					60	60	60	60

Tabell 14 kompletteterande mätningar på mjukbitumen

Kompletterande mätningar mjukbitumen			Lab 1		Lab 2		Lab 3		Lab 4		Lab 5		Lab 6		Lab 7	
Metod	**Parameter**	**Enhet**	**V6000**	**V12000**	**V6000**	**V12000**	**V6000**	**V12000**	**V6000**	**V12000**	**V6000**	**V12000**	**V6000**	**V12000**	V6000	V12000
Dynamisk viskositet	Tid temperaturjämvikt	min	60	50			45	45	60	60			90		30	30
12596:2007	Resultat	Pa s	4,73	11			5,43/5,23	10,6/10,6	(5456+5437)/2 = 5447 mPa s = 5,447	(10,86+10,85)/2 = 10,86			5,69	11,42	5,8	11,4
60°C			Ej lämplig storlek på kapillärer	Ej lämplig storlek på kapillärer												
Kinematisk viskositet	Tid temperaturjämvikt	min	-	-			45	45	60	60			90		30	
12595:2007	Resultat	mm2/s	-	-			69/69	99,5/96,5	(68,02+66,51)/2= 67,27	(93,83+94,51)/2= 94,17			71,7	98,61	68,9	99,6
135°C			Smutsigt oljebad	Smutsigt oljebad			** hade inte "rätt" storlek på röret för att få minst 60sek i flödestid	** hade inte "rätt" storlek på röret för att få minst 60sek i flödestid								
Dynamisk viskositet	Rotationshastighet	RPM	200	200	100	100	100	100	250	250	200	200	150	150	100	100
13302:2010	Torque	%	5,4	7,3	13	18,4	13,8/137/13,8	19,5/19,5/19,5	32,3	49,3	26	36			13,40	18,40
135°C	Viskositet	mPas	66,5	91,25	65	92	690,0/690,0/690,0	97,5/97,5/97,5	64,6	98,6	66	91	68	94,3	67	92
	Shear rate	1/sec	68	68	93	93	64,2/63,7/64,2	90,3/90,3/90,3	232,5	232,5	186	186	20,5	28,3		
	Spindle	SC4-	27	27	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21	21
	Temperatur	°c	135	135	135	135	134,9/135,0/135,0	135,0/135,0/135,1	135	135	134,9	135,1	135	135	135	135
			Ej lämplig storlek på spindle	Ej lämplig storlek på spindle												
RTFOT																
12607-1:2007	Viktförändring		-1,3	-1			(-)0,8693/-0,8839	(-0,846/-0,8567	-1,42	-1,03						
163°C																
Dynamisk viskositet	Tid temperaturjämvikt	min	60	50			45	45	60	60						
12596:2007	Resultat	Pa s	10,1	20,9			8,54/8,23	19,2/18,8	(10,58+10,51)/2 = 10,55	(20,94+20,98)/2= 20,96						
60°C efter RTFOT			Ej lämplig storlek på kapillärer	Ej lämplig storlek på kapillärer												
Kinematisk viskositet	Tid temperaturjämvikt	min	-	-			45	45		60						
12595:2007	Resultat	mm2/s	-	-			86/89 ** hade inte "rätt" storlek på röret för att få minst 60sek i flödestid	128/130 ** hade inte "rätt" storlek på röret för att få minst 60sek i flödestid	(93,56+92,65)/2= 93,11	(127,68+129,29)/2 = 128,49						
135°C efter RTFOT																
Dynamisk viskositet	Rotationshastighet	RPM	15	6			50	20	22	12,2						
13302:2010	Torque	%	59,9	49,8			91,8/91,8/91,8	84,3/84,4/84,4	97,2	93,7						
60°C efter RTFOT	Viskositet	mPas	9983	20750			9180/9180/9180	21075/21100/21100	11045	19201						
	Shear rate	1/sec	5,1	2,04			1514/1514/1514	1686/1686/1686	7,48	4,15						
	Spindle	SC4-	27	27			28	28	27	27						
	Temperatur	°c	59,8	59,9	Efter TFOT ↓	Efter TFOT ↓	60,0/60,0/60,0	59,9/60,0/60,0	60	60						
Dynamisk viskositet	Rotationshastighet	RPM	200	200	100	100	100	100	250	250					100	100
13302:2010	Torque	%	6,8	9,8	14,4	20,5	17,6/17,6/17,6	26,0/26,0/26,0	47,4	12,6					14,60	20,50
135°C efter RTFOT	Viskositet	mPas	85	122,5	72	102,5	88,0/88,5/88,0	130,0/130,0/130,0	94,8	126					73	102,5
	Shear rate	1/sec	68	68	93	93	81,8/82,2/81,8	120,9/120,9/120,9	232,2	85						
	Spindle	SC4-	27	27	21	21	21	21	21	27					21	21
	Temperatur	°c	134,8	134,9	135	135	135,0/135,1/135,0	134,9/134,9/135,0	135	135					135	135
			Ej lämplig storlek på spindle	Ej lämplig storlek på spindle												

www.vti.se

VTI, Statens väg- och transportforskningsinstitut, är ett oberoende och internationellt framstående forskningsinstitut inom transportsektorn. Huvuduppgiften är att bedriva forskning och utveckling kring infrastruktur, trafik och transporter. Kvalitetssystemet och miljöledningssystemet är ISO-certifierat enligt ISO 9001 respektive 14001. Vissa provningsmetoder är dessutom ackrediterade av Swedac. VTI har omkring 200 medarbetare och finns i Linköping (huvudkontor), Stockholm, Göteborg, Borlänge och Lund.

The Swedish National Road and Transport Research Institute (VTI), is an independent and internationally prominent research institute in the transport sector. Its principal task is to conduct research and development related to infrastructure, traffic and transport. The institute holds the quality management systems certificate ISO 9001 and the environmental management systems certificate ISO 14001. Some of its test methods are also certified by Swedac. VTI has about 200 employees and is located in Linköping (head office), Stockholm, Gothenburg, Borlänge and Lund.

HEAD OFFICE
LINKÖPING
SE-581 95 LINKÖPING
PHONE +46 (0)13-20 40 00

STOCKHOLM
BOX 55685
SE-102 15 STOCKHOLM
PHONE +46 (0)8-555 770 20

GOTHENBURG
BOX 8072
SE-402 78 GOTHENBURG
PHONE +46 (0)31-750 26 00

BORLÄNGE
BOX 920
SE-781 29 BORLÄNGE
PHONE +46 (0)243-44 68 60

LUND
Scheelevägen 2
SE-223 81 LUND
PHONE +46 (0)46-540 75 00

vti