

Útépítési bitumenek dinamikai viszkozitása a lágyuláspont alternatívájaként

Rosta Szabolcs¹ – dr. Gáspár László^{2,*}

¹doktorandusz, Széchenyi István Egyetem, 9026 Győr Egyetem tér 1.

²professzor emeritus, Széchenyi István Egyetem, 9026 Győr Egyetem tér 1.

e-mail: rosta.szabolcs@dunaaszfalt.hu, gaspar.laszlo@kozut.hu

Absztrakt

A kutatás két útépítési bitumentípusnak háromféle módszerrel mért (Brookfield és kapilláris dinamikai, valamint DSR komplex) viszkozitása közül a lágyuláspont helyettesítésére legmegfelelőbbet kereste. A hőmérséklet kiválasztása az EN 12 591-2009, illetve AS 2008-2013 útépítési bitumenekre vonatkozó előírásokban jelölt dinamikai viszkozitás és komplex viszkozitás mérésekhez ajánlott 60 °C-os értékek voltak. A nyírási sebesség változása a komplex viszkozitás értékeit jelentősen befolyásolja. A viszkozitásokból átszámított és a ténylegesen mért lágyuláspont között 1 rad/sec frekvenciánál jobb egyezést találtak, mint 10 rad/sec frekvencia esetében.

Kulcsszavak: útépítési bitumen, bitumenosztályozás, viszkozitás, lágyuláspont, DSR, Brookfield, Kapilláris

DOI:<https://doi.org/10.24228/KTSZ.2025.6.3>

1. BEVEZETÉS

Az útépítési bitumenekre vonatkozó, érvényben levő európai keretszabvány (EN 12591) a kötőanyagok melegviselkedési tulajdonságaként – a kontinensen elterjedt empirikus, gyűrűs-golyós lágyuláspont mellett – másik tulajdonságot is meghatároz, a 60 °C-on mért, dinamikai viszkozitást. Bár ez fizikai paraméterként, fundamentális tulajdonságnak számít, ez a kategória a nemzeti szabályozásokba nem került be. A vonatkozó magyar előírás (e-UT 05.01.26), illetve a német szabályozások (FGSV 794 TL Bitumen-Stb 07/13) sem támasztanak követelményt a paraméterrel szemben. Mellőzésének fő indoka, hogy a keretszabvány kizárólag a vákuumkapilláris módszerrel történő dinamikai viszkozitás (EN 12 596) alkalmazását teszi lehetővé, ami – egyéb, elterjedt módszerekhez viszonyítva – nagyon körülményes módszer.

Sokat fejlődtek a forgóorsós készülékek (EN 13 302), amelyekkel, megfelelő orsókat használva, nagy megbízhatósággal lehet 60 °C-on dinamikai viszkozitást mérni. DSR készülékekkel történő komplex viszkozitás meghatározásával is ugyanazon jellemzőt sokkal gyorsabban meg lehet határozni.

2. A LÁGYULÁSPONT ÉS A VISZKOZITÁS KAPCSOLATA

A bitumen lágyuláspontja és viszkozitása elválaszthatatlan paraméterek. A két paraméter összefüggésének szemléltetésére 1973-ban Heukelom elkészítette a BTDC-t (Bitumen Test Data Chart). Ez a diagram nemzedékeknek segítette a bitumen tulajdonságainak hőmérséklethez fűződő kapcsolatát megérteni. Amíg a Fraass-töréspontot, a penetrációt, a

lágyláspontot és a kapilláris módszerrel mért dinamikai viszkozitást vizsgálják, ez a diagram értékes referenciaeszközként szolgál.

1955-ben Williams, Landel és Ferry egyenlete polimerekhez leírta a hőmérséklet és a reológiai viselkedés közötti kapcsolatot:

$$\log(aT) = -C1(T - Ts)/(C2 + T - Ts)$$

ahol

- aT: relaxációs idő, adott hőmérsékleten,
- Ts: referenciahőmérséklet,
- T: változó hőmérséklet.

Ezt az egyenletet Heukelom bitumenekhez igazította:

$$\log(\eta/\eta_{ref}) = -C1(T - T_{ref})/(C2 + T - T_{ref})$$

ahol:

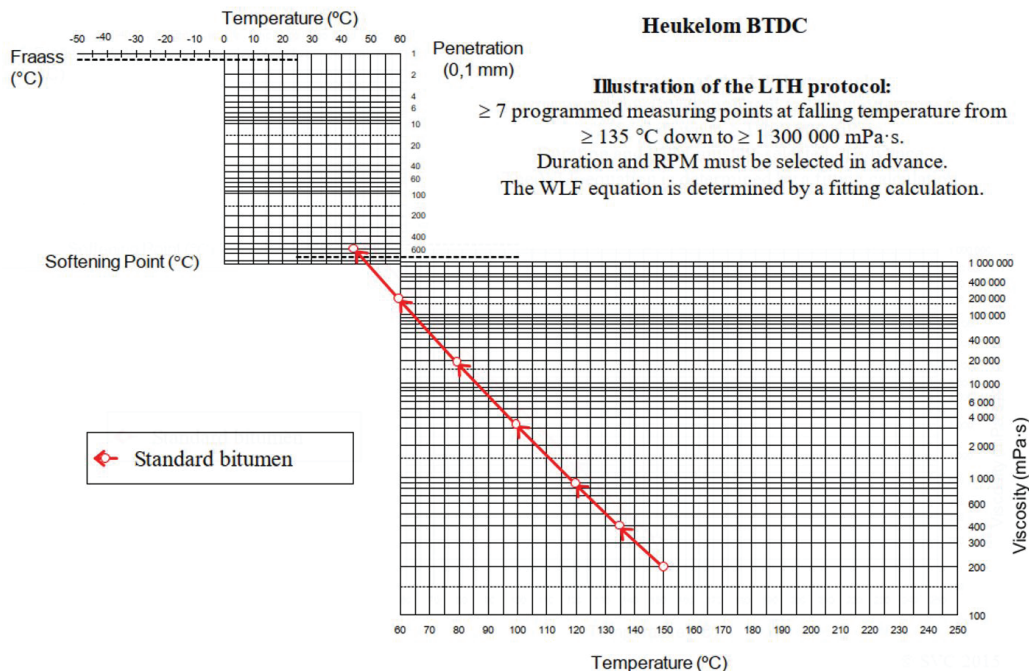
- η_{ref} : referencia viszkozitás, általában 1,3 kPa·s (lágylásponti viszkozitás),
- η : számolt viszkozitás,
- T_{ref} : referenciahőmérséklet, általában a lágyláspont,
- T: hőmérséklet (változó).

A korábbi egyenletben szereplő C1 és C2 az adott adathalmazon illesztési számítással meghatározott állandók. A viszkozitás és a hőmérséklet közötti összefüggést ez általában nagyobb pontossággal írja le, mint az egyszeres vagy kettős logaritmusok, amelyeket gyakran használnak kényelmi okokból. Heukelom az útépítési bitumenekre C1=8,5 és C2=110 értéket határozott meg.

3. A HEUKELOM-EGYENLET MEGBÍZHATÓSÁGA

A svéd Lundi Műszaki Egyetemen eljárást fejlesztettek ki, amellyel a Heukelom-egyenlet megbízhatóságát rotációs Brookfield-féle viszkoziméterrel való mérések alapján ellenőrizni tudták.

Először a BTDC-diagramot pontosan digitalizálták, majd az új készüléket úgy programozták be, hogy a mért viszkozitásokat automatikusan menthesse (Parhamifar et al., 2016). Az 1. ábrán – az előző fejezetben bemutatottak szerint – desztillációs bitumen viszkozitási görbéje látható.



© SVC 2015

1. ábra: Útépítési bitumen viszkozitási görbéje

A mintát hét vagy több, előre beállított hőmérsékleten tesztelik, kezdve 135 °C-ról vagy még magasabb hőmérsékletről, és folytatva egészen a lágyuláspontig (lásd az 1. ábrát). A hőmérséklet és a viszkozitás közötti összefüggést a Heukelom-egyenlet segítségével számítják ki, amely lehetővé teszi, hogy a viszkozitás ismeretében bármely hőmérsékleten, különösen a lágyulásponton, meghatározzák azt (itt a viszkozitás 1.300 Pa·s).

Útépítési bitumeneknél a Heukelom-diagramról leolvasott és a mért érték közötti különbség átlagos variációs együtthatója 1%-on belüli volt (Nilsgart et al., 2014).

A Heukelom-egyenlet két állandójára kissé alacsonyabb értékek adódtak, A kutatás B 50/70 és B 330/430 penetrációjú bitumenekre, illetve ezek 1/3-2/3, illetve 2/3-1/3 arányú elegyeire terjedt ki. A C1 paraméter a 7,8-8,0 tartományban, a C2 pedig az 100-105 tartományban mozgott (Erlandsson, 2012).

4. LÁGYULÁSPONT

A lágyuláspont (LP) az MSZ EN 1427:2016 szabvány szerint vizsgálható. Két gyűrűbe bitument, majd arra szabványos tömegű golyót tesznek. A mérőközeget (jellemzően vizet) melegítve, amikor a golyó a bitumennel a minta alatti lemezt eléri, azt a hőmérsékletet tekintik a bitumen lágyuláspontjának.

A gyűrűs-golyós lágyuláspont (EP RuK) megközelítőleg az aszfaltburkolatok felső használati hőmérsékleti határát jelöli:

- Heukelom (1973) szerint a LP azt a hőmérsékletet adja meg, amelyen a bitumen folyékonnyá válása megkezdődik.
- Neumann (1995) szerint a LP-on, a bitumen pszeudoplasztikus (= szerkezeti viszkozus) viselkedésből newtoni áramlási viselkedésbe megy át.
- Guericke (2010) szerint a LP a szilárd halmozállapotból a folyékony állapotba történő átmenetet jelenti.
- Az MSZ EN 12591:2009 szabvány szerint a LP a magasabb használati hőmérsékleteknél fennálló konzisztenciát írja le.

Minél magasabb az LP értéke, annál ellenállóbb melegben az aszfaltburkolat a maradó deformációval szemben. Ez a konvencionális jellemző azonban nem teszi lehetővé a bitumen fizikai állapotjellemzőinek közvetlen megállapítását, hanem egy bizonyos jellemző állapothoz tartozó hőmérsékletet határoz meg.

A bitumen állapotát a lágyulásponti hőmérsékleten nem határozták meg pontosan, gyakran viszkozitást leíró jellemzőnek tekintik, ami reológiai szempontból érthető, mivel a próbatest állandó terhelés alatti deformációja a viszkozitásra utaló jel lehet (Mezger, 2014).

A következő teljesítmény elvű, reológiai vizsgálatokat hajtottuk végre:

- dinamikai viszkozitás, vákuumkapilláris módszerrel,
- dinamikai viszkozitás, forgó orsós készülékkel, rotációs módban,
- komplex viszkozitás, dinamikai nyíróreometérrel, oszcillációs módban.

5. DINAMIKAI VISZKOZITÁS MÉRÉSE VÁKUUMKAPILLÁRIS MÓDSZERREL

A bitumenre szakosodott, például, bitumengyártókhoz kapcsolódó laboratóriumokban a személyzet mindenféle vizsgálatot, mintaelőkészítést és oldószerekkel való bánásmódot ismer. A maradványok könnyen ártalmatlaníthatók, mivel közel vannak a finomítóhoz. Egészen más a helyzet a kivitelező vagy az aszfaltgyártó közúti laboratóriumaiban. Az aszfaltkeverékek és a burkolatok elemzése mellett, a bitumenen kívül számos összetevő minőségét is ellenőrzik. A bitumen viszkozitásának mérése ezért a legtöbb laboratóriumi dolgozó számára ritkán fordul elő. A berendezések állapota és a tudásszint nem lehet mindig a csúcson. A kapilláris vizsgálatok időigényesek, és a berendezéseket gyakran kell használni a pontos eredményekhez. A minta előkészítése és az oldószerekkel történő utólagos tisztítás nemcsak munkaigényes, hanem környezetvédelmi és egészségügyi szempontból is problémát okoz. Az üvegkapillárisok törékenyek és drágák. Nem meglepő, hogy ez az MSZ EN 12596 szerinti vizsgálat nem népszerű a közúti laboratóriumi személyzet körében, ami a fontos méréseknek rossz előfeltétele.

6. A KOMPLEX VISZKOZITÁS MEGHATÁROZÁSA DSR-REL

A bitumenes kötőanyagok reológiai tulajdonságainak mérésére alkalmas dinamikus, nyíró-reométeres (DSR) vizsgálat leírását az MSZ EN 14770 szabvány tartalmazza. A mérés jól reprodukálja a pályaszerkezetek jellemző igénybevételét, a dinamikai terhelés alatti, ismétlődő, előjelváltó nyírófeszültséget. A vizsgálati módszer során ismert oszcillációs nyírófeszültséget alkalmazva, mérik a kötőanyagminta előírt körülmények (hőmérséklet, geometria) közötti alakváltozását (Desmazes et al., 2000).

A szabványban levő két fontos paraméter a komplex modulus és a fázisszög. Az oszcillációs mérésekből viszkozitási jellemzők is levezethetők, amelyek valós és képzetes komponensből állnak. Ezek kombinációjából számítható ki a komplex viszkozitás (η^*). A komplex nyíró modulus (G^*) és a komplex viszkozitás (η^*) az oszcillációs körfrekvencia (ω) segítségével kapcsolódik egymáshoz. A komplex nyíró modulusból a komplex viszkozitás a következő módon számítható ki:

$$\frac{|G^*|}{\omega} = \frac{1}{\omega} * \sqrt{G'^2 + G''^2} = |\eta^*|$$

$$|\eta^*(\omega)| = \eta(\gamma) \quad , ahol \quad \omega = \gamma$$

ahol:

- $|G^*|$ - komplex nyírási modulus abszolút értéke [Pa]

- G' - komplex nyírási modulus rugalmas részét jelölő, valós része; tároló modulusnak is nevezik [Pa]

- G'' - komplex nyírási modulus képzetes része, amely az anyag viszkózus részét jelöli, veszteségi modulusnak is nevezik [Pa]

- $|\eta^*|$ - komplex viszkozitás abszolút értéke [Pa·s]

η - dinamikai viszkozitás [Pa·s]

- ω - oszcillációs terhelés körfrekvenciája [rad/s]

- $\dot{\gamma}$ - rotációs terhelés nyírási sebessége [1/s]

A komplex viszkozitás tehát, a 2. ábrán látható módon, a szögfrekvencia függvényében változik (Phillips et al., 1996):

$$|\eta^*| = \sqrt{\eta'^2 + \eta''^2}$$

ahol

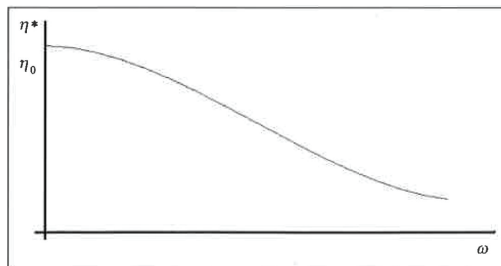
$$\eta' = \frac{G'}{\omega}$$

$$\eta'' = \frac{G''}{\omega}$$

- η' - komplex viszkozitás valós része [Pa·s]

- η'' - komplex viszkozitás veszteségi része [Pa·s]

- ω - szögfrekvencia [rad/s]



2. ábra: A komplex viszkozitás és a szögfrekvencia összefüggése

A vonatkozó európai keretszabvány (MSZ EN 14770), nem tér ki a komplex viszkozitás mérési technikájára, hanem a különböző nyírási modulus tartományokhoz használható minták átmérőjét és a hézagtavolság beállításokat írja elő. Az 1–100 kPa tartományban, a 25 mm-es átmérőjű mintán, az 1 mm-es réstávolságot javasolja, míg 100 kPa–10 MPa tartományban, 8 mm-es átmérőjű mintán, 2 mm-es réstávolságot határoz meg. Az alacsony hőmérsékleti viselkedés meghatározására a szabvány 2023-as kiadásában megjelent már a 4 mm-es átmérőjű minta, amelyet a 10 MPa–1 GPa tartományhoz és 1–3 mm-es réstávolsághoz javasolnak. Az 1 kPa-nál alacsonyabb tartomány méréséhez olyan 25 mm-es minta alkalmazását javasolja, amit valamilyen ismert anyagon teszteltek. A szabvány rendelkezik még a frekvenciasőpréről is.

A hagyományos DSR készülékek (3. ábra) mérési tartományai:

hőmérséklet: (20–90 °C)

viszkozitás: 1 kPa–1 GPa–(10²–10⁷) Pa·s

nyírási sebesség: 10⁻³–10² Hz.



3. ábra: Dinamikus nyíró reométer
(forrás: saját kép)

Tóth (2006) a bitumenek és az aszfaltok különböző hőmérsékleti tartományához tartozó vizsgálati rendszerét taglalva, a magas környezeti hőmérsékletre tartozó vizsgálati módszert, az alacsony nyírási viszkozitásnak a mérését DSR-készülékkel javasolta.

Az európai gyakorlatban a komplex viszkozitás mérésére szolgáló eljárás szabvány formában nem jelent meg, azonban sokan foglalkoztak a lágyuláspont helyettesítésére szolgáló DSR-készülékkel való mérési eljárások fejlesztésével.

Alisov (2017) szerint leggyakrabban az útéptési bitumenek komplex modulusát mérik a lágyuláspont hőmérsékletén. A komplex nyírási modulus értékének alakulása a T (LP) hőmérséklethez közeli pontok között az $y = a \cdot e^{(b \cdot x)}$ típusú exponenciális függvényvel írható le. A függvénybe a T (LP) hőmérsékletet helyettesítik be változóként, és a G^* értékét függvényértékként határozzák meg.

Guericke (2010) az oszcillációs mérések alapján, dinamikus nyíróreométerrel (DSR) végzett vizsgálatok során, alacsony ($f=0,159$ Hz) frekvencián, a lágyulásponti hőmérsékleten fennálló állapotot a komplex viszkozitással jellemezte, amely $\eta^*=1.300$ Pa·s értéknek adódott.

Ausztráliában külön vizsgálati szabvány foglalkozik a kötőanyagok komplex viszkozitásának a meghatározásával (Austroads AGPT/T192). A modifikált bitumenek a desztillációs bitumenek és az RA-ból visszanyert kötőanyag viszkozitása igen fontos paraméter, amely dinamikus nyíróreométerrel mérhető. A DSR-mérés során két párhuzamos, kör alakú lemez közé helyezett, előírt átmérőjű, korong alakú bitumenmintát oszcillációs terhelés mellett, előre beállított feszültség szinten nyírnak. A viszkozitást oszcillációs terhelési, 60°C -os hőmérséklet, $f=0,159$ Hz (1 rad/s) nyírási frekvencia és 0,1 alakváltozás amplitúdó mellett határozzák meg. A ciklusok során rögzített csúcserőt (nyomatékot), csúcsmozdulást és a két csúcserő közötti időkülönbséget használják fel a komplex viszkozitás (η^*), valamint, szükség esetében, a komplex nyírási modulus, a fázisszög és egyéb reológiai paraméterek kiszámításához.

7. DINAMIKAI VISZKOZITÁS MEGHATÁROZÁSA FORGÓ ORSÓS KÉSZÜLÉKKEL

Az MSZ EN 13302 (2018) szabvány foglalkozik a modifikált és az útéptési bitumen és bitumenes kötőanyagok dinamikai viszkozitásának meghatározásával, forgó orsós berendezés (koaxiális vagy Brookfield-viszkoziméter) alkalmazásával (4. ábra). A vizsgálat alapelve, hogy vizsgálati mintába merített orsó forgatásához szükséges nyomatékból a dinamikai viszkozitás meghatározható. A nem newtoni viszkozitások csak ugyanolyan nyírási sebesség és feszültség mellett végzett mérésekkel lehetségesek.



4. ábra: Brookfield-viszkoziméter
(forrás: saját kép)

A már évek óta jól ismert, rotációs viszkoziméter, – amit a bitumenes szakemberek korábban még nem tekintettek teljesen alkalmasnak a nagy pontosságot igénylő vizsgálatokra – elektromos fűtőberendezéssel és a számítógép által vezérelt műveletekkel „feljavítva”, már a hagyományos módszerekkel egyenrangú.

Ha feltételezzük, hogy a rotációs viszkozitásmérés során a nyírási sebesség az oszcillációs mérés körfrekvenciájával megegyezik, akkor a komplex viszkozitás ($\eta^*\backslash\eta^*$) és a dinamikus viszkozitás ($\eta\backslash\eta_{\text{tan}}$) értékei közel azonosak (Cox et al., 1958). Ez az összefüggés azonban kizárólag a lineárisan viszkoelasztikus tartományon belül érvényes.

A viszkozitás előrejelzésének és következtésképpen a fordulatszám megválasztásának szükségessége a nyomatékrugó korlátozott erejéből adódik. Ez meglehetősen gyenge a várt eredmények körüli pontosság biztosításához és a forgó orsós Dynamic Shear Rheometer, DSR kialakítása sokkal robusztusabb, mivel jóval erősebb nyomatékrugóval rendelkezik, a mérési tartományt kiszélesítve (Parhamifar et al., 2016).

A Brookfield-készülék mérési tartománya (Remisova et al., 2016):

- viszkozitás: 10^{-2} – 10^6 Pa s
- nyírási sebesség: 10^{-2} – 10^4 (bitumeneknél 10^{-1} – $2\cdot 10^2$)
- hőmérsékleti tartomány: 40–200 °C.

A kutatás 60° C-on a bitumenek magas használati hőmérsékleti tartományára irányult, ami Brookfield-készülékekkel a szokásos keverési és bedolgozási hőmérsékletnél alacsonyabb. Az előzetes vizsgálatok alapján és a MSZ EN 12591-ben, illetve az AS 2008-ban szereplő 60 °C-on mért viszkozitási kategóriák alapján, továbbá hasonló kutatásokban mért eredményeket felhasználva, úgy ítéltük, hogy az RV DV2T típusú reométer – megfelelő orsók használatával – ezeknek a tartományoknak a mérésére megfelelő eszköz.

A Brookfield-rendszerben a leggyakoribb rugó nyomatékok (LV alacsony, RV közepes, HA magas, HB nagyon magas) mérési tartományokat határoznak meg, amelyeket különböző orsóméretekkkel szűkíteni lehet. Közepes tartományú eszközzel az útépítési bitumen 60 °C-os tartományában nyílt lehetőség állandó nyírási sebességű mérésekre.

A teljes mérési tartomány meghatározására vonatkozó képlet, a TK (forgatónyomaték állandó), az SMC (orsóállandó) és az RPM (fordulatszám) függvényében:

$$\text{Teljes mérési tartomány (cP)} = \frac{TK \times SMC \times 10000}{RPM}$$

Ez adja meg az adott orsó- és fordulatszám kombinációval mérhető maximális viszkozitást.

A rugón mérhető nyomaték a maximálisan mérhető érték 10-100%-áig pontos eredményhez vezet. Ezért az állandó nyírási sebességen történő mérési tartomány megállapítható. Ennek következtében, viszont egy mintán csak nagyon korlátozott tartományban lehet frekvenciasöpést végrehajtani, azaz egy orsó sebességhez/frekvenciához tartozó mérési tartomány/viszkozitási tartomány a DSR-éhez képest sokkal korlátozottabb. Az elsősorban felett viszkoelasztikus mérésekhez szánt DSR azonban meglehetősen drága (ára akár hétszerese a rotációs viszkoziméterének).

A nyírási sebesség számítása:

$$\text{Nyírási sebesség (1/s)} = \frac{SRC \times RPM}{60}$$

8. A LÁGYULÁSPONT ÉS A 60 °C-OS VISZKOZITÁS ÖSSZEHASONLÍTÁSI LEHETŐSÉGE

Bármilyen hőmérsékleten mért viszkozitás átszámítható másik hőmérsékleten mért értékke, a Heukelom-képlettel:

$$\log \eta = \log \eta_{ref} + \frac{-C_1(T - T_{ref})}{(C_2 + T - T_{ref})}$$

A korábbi tapasztalatok alapján, az útépítési bitumenek lágyuláspontján mért viszkozitás 1.300 Pa.s-nak tekinthető (Heukelom, 1973). Ennek felhasználásával, a képlet átrendezésével valamely bitumen átszámított lágyuláspontja bármilyen hőmérsékleten mért viszkozitás értékéből megkapható.

$$T_{ref} = T - \frac{C_2 * \log \left(\frac{\eta}{\eta_{ref}} \right)}{-C_1 - \log \left(\frac{\eta}{\eta_{ref}} \right)}$$

9. A KUTATÁS VIZSGÁLATI TERVE

A hazánkban legelterjedtebb útépitési bitumenek nagyszámú mintáját vizsgáltuk; a hazai aszfaltkeverékekre vonatkozó szabályozás (e-UT 05.02.11, 2021) szerinti (N)-es és (F)-es aszfaltkeverékek alapanyagául szolgáló B 50/70-es, illetve ugyanezen keverékek 10-40%-os RA adagolásig javasolt B70/100-as útépitési bitumeneket.

A vizsgálatokra, az európai (EN 12 591, 2009) és az ausztrál (AS 2008, 2013) keretszabványban a vákuumkapilláris módszerhez rögzített hőmérsékleti értékhez igazodva, 60 °C-on került sor. A keretszabványokban megadott tartományok, illetve előzetes vizsgálatok alapján ezen útépitési bitumenek viszkozitási tartományát 80 és 450 Pa.s értékek közé becsültük.

A DSR-rel végzett frekvenciasöprések (0.1–10 Hz) az ausztrál irányelv szerinti 0,159 Hz és az európai gyakorlatból vett 1,59 Hz frekvencián mért értékeket, illetve a legmagasabb 10 Hz-hez tartozó értéket emeltük ki.

A vákuumkapilláris módszer szerint a 100-as viszkozimétert használtuk, amely a 60–1280 Pa.s tartományban volt képes mérni.

A Brookfield-féle forgóorsós készülékkel a nyírási sebesség értékét az ausztrál irányelv szerinti tartományhoz nagyon közel lehetett állítani. Ugyanis az RV-s rugó nyomaték mellett, SC4-27 orsóval és 0,5 RPM fordulatszám-beállítással az 50-500 Pa.s mérési tartományra nyílt lehetőség, ahol a nyírási sebesség $0,5 \cdot 0,33 = 0,17$ Hz-re adódott, azaz kvázi megfelelt a DSR-rel mért 0,159 Hz-es beállításnak.

A kutatás célja az volt, hogy a három viszkozitásmérési módszer közül melyikkel lehet a lágyuláspontot legjobban helyettesíteni. Az átszámított lágyuláspont értékekhez használt Heuvelom-képletben az állandók: $C1=8,5$ és $C2=110$, a lágyuláspontoz tartozó viszkozitás: 1.300 Pa.s. Az összehasonlításra statisztikai módszerként hibanalízist alkalmaztunk.

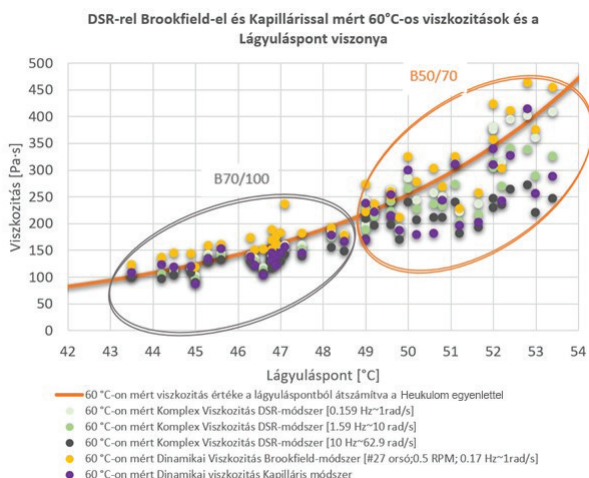
10. A VIZSGÁLATI EREDMÉNYEK

20 db B50/70 és 20 db B70/100 bitumenmintát vizsgáltunk, amelyek egy bitumengyártó folyamatos gyártásából, 100-200 t-s egységekből származtak. Minden bitumenmintán elvégeztük az előzőekben ismertetett viszkozitás vizsgálatokat, illetve a lágyuláspont mérését. Reprezentatív értéknek a mért értékek mediánját választottuk, mert néhány kiugró érték a mediánt kevésbé befolyásolja, mint az átlagértéket.

Az 5. ábrán a 20 db B50/70 és 20 db B70/100-as útépitési bitumen DSR-rel, Brookfield-del és kapillárisal, 60 °C-on mért viszkozitások és a lágyuláspont értékek láthatók.

Említésre méltó, hogy a mért (43–49 °C-os) lágyuláspont eredmények (x tengely) a B70/100 esetén megengedhető, 43–51 °C-os határtartomány alsó határértékéhez közelítettek, míg a B 50/70-es bitumenek 49 és 54 °C között alakultak, így a megengedhető 46–54 °C-os határtartomány felső határértékéhez voltak közelebb, 51,0 °C átlaggal.

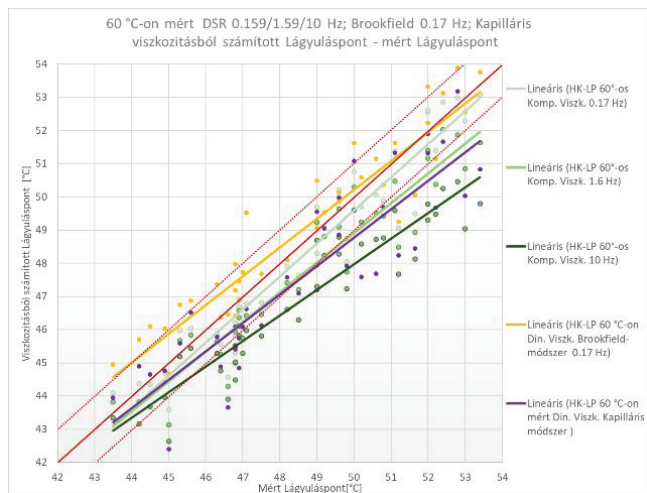
Az 5. ábra narancssárga függvénye megmutatja, hogy 60 °C-on mért viszkozitás értékhez, milyen lágyuláspont érték tartozik, $C1=8,5$, $C2=110$, $T_{ref}=L_p$, $\eta_{ref}=1.300$ Pa.s, feltétel mellett. Minél közelebb helyezkednek el a különböző színű pontok a narancssárga függvényhez, annál szorosabb egyezésre utalnak.



5. ábra: 60 °C-on mért dinamikai viszkozitás és lágyuláspont értékek összefüggése

A 60 °C-on mért viszkozitási értékek és a mért lágyuláspont értékek statisztikai értékeléséhez, a viszkozitási értékeket, az átszámítási képlettel lágyuláspont értékekké alakítottuk. A mért lágyuláspontokat az x tengelyen és a számított lágyuláspontokat az y tengelyen ábrázoltuk (6. ábra). A grafikon 45 °C-os vastagított piros vonala jelenti a teljes egyezést. A piros szaggatott vonalak a (+1 -1 °C-os) lágyuláspont tartományt jelölik. A 6. ábrán egy pont a számított és mért lágyulásponton kívül az egyes módszerekhez meghatározott, B50/70 és B70/100-as bitumenek lineáris trendvonalainak egy elemét is képezik. Így az egyenesek illeszkedéséből lehetett az egyezés mértékét felmérni.

Megállapítható, hogy trendvonalak közül a 0,159 Hz-es DSR és a 0,17 Hz-es Brookfield-mérés (+1 -1 °C-os) tartományban helyezkedik el, az előbbi annak inkább alsó, az utóbbi pedig inkább felső részén. A DSR-rel 1,59 Hz-en mért viszkozitás a -1 °C-os egyenesen belül helyezkedik el, a B70/100-as tartományban, majd abból kilép a B50/70-es tartományban. Ehhez hasonló trendet mutat a kapillárisal mért viszkozitás. A magas, 10 Hz-en mért DSR-viszkozitás a legalacsonyabb lágyuláspont-tartományba még a -1 °C-os egyenes felett található, azt metszve egyre távolodik az egyezést mutató, 0 °C-os egyenestől.



6. ábra: 60 °C-on, különböző módszerekkel mért dinamikai viszkozitásból átszámított lágyuláspont és a mért lágyuláspont összefüggését jellemző lineáris trendvonalak jellemzői

Annak eldöntéséhez, hogy az öt közül melyik viszkozitásmérési sorozat illeszkedik legjobban a mért lágyuláspont sorozatához, a grafikus ábrázoláson felül statisztikai módszerek is szóba jöhetnek. Erre szolgálhat a hibaanalízis. Az 1. táblázatban ennek eredményeit foglaltuk össze. Az átlagos hibát a mért és a számított lágyuláspont közötti különbségek átlagából lehet kiszámolni. A hibák szórása azt mutatja meg, hogy az átlagolt hibáktól a hibák átlagosan mennyire térnek el. A hibák %-os eltérése a mért lágyuláspont átlagától az átlagos hiba eltérése %-ban kifejezve. Ezeket a paramétereket külön-külön a B50/70-es adathalmazra és a B70/100-as adathalmazra, illetve az összes 40 mintás adathalmazra is meghatároztuk.

Az összes adatot figyelembe véve, most már pontos rangsor állítható fel a különböző frekvenciákon és módszerekkel mért viszkozítások között.

Az átlagos hibák -0,4 °C és +1,7 °C-os eltérést között szórtak, így állítható, hogy a Heukelom-képlettel 60 °C-on mért viszkozitásból számított lágyuláspont a méréssel megkapott L_p -vel nagyon jó egyezést mutat. A Heukelom-egyenlet alapján az alacsony nyírási sebességhez tartozó viszkozitás mérések a $\sim 1 \text{ rad/sec} = 0.159 \text{ Hz}$, 43–54 °C-os lágyuláspontú tartományban $\pm 0,5$ °C-on belüli átlagos egyezést mutattak a L_p -tal. Az alacsony frekvencián két különböző módszerrel mért viszkozítások közül a Brookfield-féle módszerrel átlagban 0,5 °C-kal magasabb értékeket kaptunk, míg a DSR-rel mértnél 0,4 °C-kal alacsonyabb lágyuláspont adódott. A kapilláris módszerrel közel azonos eredményű DSR 10 rad/sec = 1,59 Hz-en mért viszkozitás értékek átlagban 0,9, illetve 1,0 °C-kal hoztak alacsonyabb L_p értéket.

A kapilláris módszerrel számított L_p értékek hibáinak szórása mind egyik tartományban, a másik két módszer eredményeihez képest 0,3–0,5 °C-kal magasabb értékre adódott. A Brookfield-féle módszerből számított hibák szórása pedig a DSR-mérésekből számított hibák szórásához képest, kb. 0,1 °C-kal adódott magasabbra.

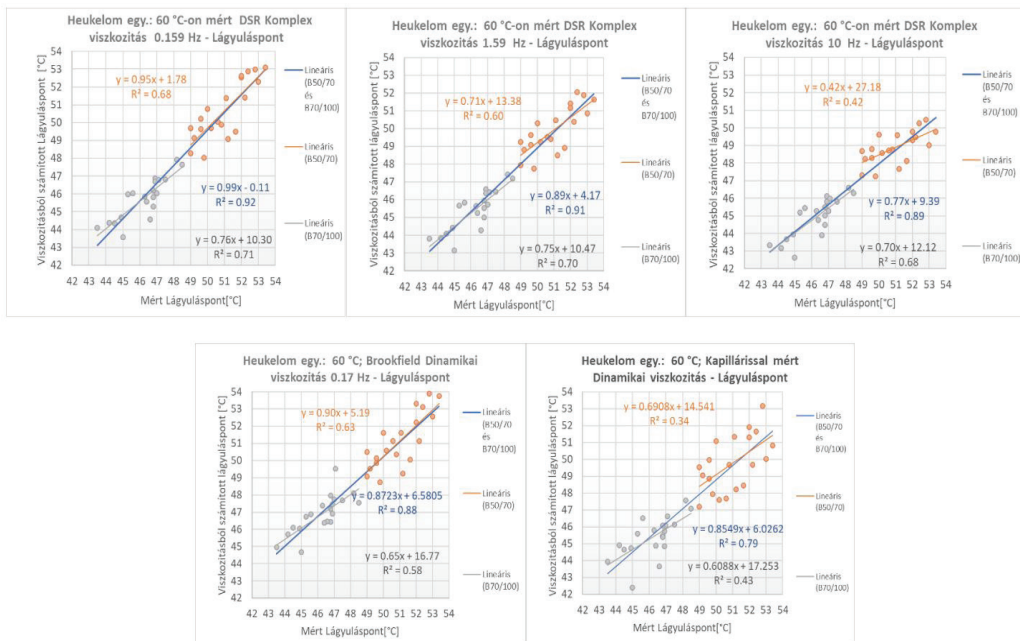
		60 °C-on különböző módszerrel mért viszkozitásból Heukelom egyenlettel átszámított L _p				
		DSR 0.159 Hz	DSR 1.59 Hz	DSR 10 Hz	Brookfield 0.17 Hz	Kapilláris
B50/70 L _p	átlagos hiba [°C]	-0.3	-1.1	-2.1	0.2	-1.2
	hibák szórása [°C]	0.9	0.9	1.0	1.0	1.4
	hibák %-os eltérése a mért L _p átlagától [%]	-0.6%	-2.1%	-4.1%	0.4%	-2.4%
B70/100 L _p	átlagos hiba [°C]	-0.5	-0.8	-1.3	0.6	-0.8
	hibák szórása [°C]	0.7	0.7	0.7	0.8	1.0
	hibák %-os eltérése a mért L _p átlagától [%]	-1.0%	-1.8%	-2.9%	1.3%	-1.8%
B50/70 és B70/100 L _p	átlagos hiba [°C]	-0.4	-0.9	-1.7	0.5	-1.0
	hibák szórása [°C]	0.8	0.8	1.0	0.9	1.2
	hibák %-os eltérése a mért L _p átlagától [%]	-0.8%	-1.9%	-3.5%	0.9%	-2.1%

7. ábra: 5 viszkozitási módszerből számított lágyuláspont és a mért lágyuláspont közötti összefüggés hibaanalízise

Megállapítható, hogy a nyírási sebesség hatása az alacsonyabb viszkozitási kategóriához tartozó B70/100-as bitumeneknél kisebb mértékű, mint a magasabb viszkozitási tartományú B50/70-es bitumeneknél. A 0,159–1,59–10 Hz-es méréseknél, a B70/100 esetében, a mérési hiba nagysága az alacsony tartományhoz képest a közepes és a magas

tartományban 0,3–0,8 °C-kal növekszik, míg a B50/70-es tartományban ugyanez a különbség 0,8 és 1,8 °C-kal nő.

A 7. ábrán ábrázolt 60 °C-on 0,159/1,59/10 Hz-en DSR-rel mért, komplex viszkozitásból Heukelom-egyenlettel átszámított L_p és mért L_p kapcsolata látható, lineáris trendvonalak egyenleteivel és a determinációs együtthatókkal, a teljes adatsorra és külön-külön a B70/100 és B50/70-es bitumenekre. Ha a B50/70-es és a B70/100-as adatsorok trendvonalainak egyenleteit a nyírási sebesség függvényben vizsgáljuk, az előző állítással megegyező következtetésre jutunk. Az $y=ax+b$ képletben a B70/100-as kategóriában jól illeszkedő kapcsolat mellett, az „a” 0,77-ről 0,70-re csökken, míg a „b” 10,3-ról 12,1-re növekszik, a B50/70-es tartományban, közepesen illeszkedő kapcsolat mellett. „a” 0,95-ről 0,42-re történő csökkenése mellett, „b” 1,7-ről 27,1-re növekszik. Megfigyelhető, hogy az alacsony, 0,159 Hz-es nyírási sebesség mellett, a két kategória adataiból képzett trendvonal egyenlete $y=0,99x-0,1$; ez nagyon jó ($R^2=0,92$) korrelációt mutat.



8. ábra: 60 °C-on a háromféle viszkozitásmérés eredményeiből Heukelom-egyenlettel átszámított lágyuláspont és a mért lágyuláspont kapcsolata

A 60 °C-on, 0,17 Hz-en, Brookfielddel mért dinamikai viszkozitásból Heukelom-egyenlettel átszámított lágyuláspont és a mért lágyuláspont kapcsolatánál a két kategóriára illesztett egyenes egyenlete $y=0,87x+6,6$, ami kissé gyengébb $R^2=0,88$ kapcsolatot ír le, mint az alacsony nyírási sebességű, DSR-féle viszkozitásból számított eredményeknél. Ebben az esetben a B70/100-as bitumenek eredményei mutatnak alacsonyabb regressziós kapcsolatot, a DSR-féle komplex viszkozitásból számított $R^2=0,68-0,72$ helyett, ez csupán $R^2=0,58$. A kapilláris viszkozitási értékekből számított lágyuláspont és a mért lágyuláspont összefüggésére illesztett egyenes regressziós kapcsolata gyengébb volt a másik két módszerrel mért adatoknál regisztrálthoz képest. Ez az $R^2=0,79$ összefüggésben áll azzal a megállapítással, hogy a hibák szórása is itt a legmagasabb értékű. Érdekes, hogy a regressziós egyenes lefutása szinte párhuzamos a Brookfield-féle módszerből számított adatokéval, azonban nagyobb egyezést mutat, a 43–54 °C-os lágyuláspont-tartományban, a közepes nyírási sebességű DSR mérésből kapott értékekével. Ebben az esetben, önmagukban a B50/70-es és a B70/100-as mérési eredmények csak gyenge lineáris regressziójú kapcsolatot mutatnak.

11. ÖSSZEFOGLALÁS

Mindegyik adatsorból kiderült, hogy a 60 °C-on mért viszkozitás értékekből, a Heukelom-képlettel, $C1=8,5$, $C2=110$, $T_{ref}=L_p$, $\eta_{ref}=1.300$ Pa.s, feltétel mellett számított lágyuláspont a mért lágyuláspont értékét nagyon jól megközelíti.

A különböző módszerrel mért viszkozításokból átszámított lágyuláspontok és a mért lágyuláspontok között a legszorosabb korreláció az ausztrál előírásban szereplő 1 rad/sec frekvencián való mérésre adódott; az európai gyakorlatból ismert 10 rad/sec beállítással kissé alacsonyabb egyezést találtunk, és a frekvencia növelése mellett, a számított viszkozítások a valós mérések eredményeit alul becsülték.

Megállapítható tehát, hogy a 60 °C-on mért viszkozitásból Heukelom-képlettel, $C1=8,5$, $C2=110$, $T_{ref}=L_p$, $\eta_{ref}=1.300$ Pa.s, feltétel mellett számított lágyuláspont a legjobb egyezést a mért lágyuláspontokkal, alacsony nyírási sebesség mellett szolgáltatja.

Megállapítható, hogy a nyírási sebesség hatása az alacsonyabb viszkozitási kategóriához tartozó, 43–48 °C közötti lágyuláspontú, B70/100-as bitumeneknél kisebb mértékű, mint a magasabb viszkozitási tartományú, 49–54 °C közötti lágyuláspontú, B50/70-es bitumeneknél. Az utóbbi esetben feltételezhetően ez azzal magyarázható, hogy a 60 °C-os hőmérsékleten az elasztikus tulajdonságok sokkal jobban dominálnak, mint az alacsonyabb viszkozitású bitumeneknél.

FELHASZNÁLT IRODALOM

- [1] Alisov, A. (2017) Typisierung von Bitumen mittels instationärer Oszillationsrheometrie (Doktori disszertáció) Braunschweig: Braunschweigi Műszaki Egyetem, Útburkolatmérnöki Központ p. 114.
- [2] AS 2008 (2013) Bitumen for pavements,
- [3] Austroads, Austroads Test Method AGPT/T192 (2015) Characterisation of the Viscosity of Reclaimed Asphalt Pavement (RAP) Binder Using the Dynamic Shear Rheometer (DSR).
- [4] Austroads, Austroads Test Method AGPT/T193 (2015) Design of Bituminous Binder Blends to a Specified Viscosity Value.
- [5] Cox, W. P., Merz, E. H. (1958) Correlation of dynamic and steady flow viscosities. Journal of Polymer Science, 28, pp. 619-622. <https://doi.org/10.1002/pol.1958.1202811812>
- [6] Desmazes, C., Lecomte, M., Lesueur, D., Phillips, M. (2000) A protocol for reliable measurement of zero-shear-viscosity in order to evaluate the anti-rutting performance of binders. In Proceedings of the papers submitted for review at 2nd Eurasphalt and Eurobitume Congress, 20-22 September, Barcelona, 1 (1).
- [7] Erlandsson, I. (2012) Predicted viscosities for blends of various bitumen grades. Master Thesis. LTH, Lund University, Sweden (In Swedish; abstract in English). p. 30.
- [8] e-ÚT 05.01.26 (2018) Bitumenes kötéőanyagok.
- [9] e-ÚT 05.02.11.(2021) Útpályaszerkezeti aszfaltburkolatok keverékeinek követelményei

- [10] Guericke, R. (2010) 100 Jahre Erweichungspunkt Ring und Kugel: was kommt danach? Straße und Autobahn 61(7), pp. 481-491. URL: <http://worldcat.org/oclc/7286414>
- [11] Heukelom, W. (1973) An improved method of characterizing asphaltic bitumens with the aid of their mechanical properties. Kloninklijke/Shell-Laboratorium, Amsterdam. Proc Assoc Asph Pav Tech, (42), p. 62-98.
- [12] Heukelom, WW. (1974) Eine verbesserte Methode der Charakterisierung von Bitumen mit Hilfe ihrer mechanischen Eigenschaften, Übersetzung von Güsfeldt, Bitumen 2, pp. 45-56.
- [13] Mezger T. G. (2014) The Rheology-Handbook, Hannover: Vincentz Network, p. 432.
- [14] MSZ EN 12596 (2023) Bitumen és bitumenes kötőanyagok. A dinamikai viszkozitás meghatározása vákuumkapilláris-módszerrel.
- [15] MSZ EN 13302 (2018) Bitumen és bitumenes kötőanyagok. A bitumenes kötőanyag dinamikai viszkozitásának meghatározása forgó orsós készülékkel.
- [16] MSZ EN 14770 (2023) Bitumen és bitumenes kötőanyagok. A komplex nyírási modulus és a fázisszög meghatározása. Dinamikus nyíróreométer (DSR).
- [17] MSZ EN 1427 (2016) Bitumen és bitumenes kötőanyagok. A lágyuláspont meghatározása. Gyűrűs-golyós módszer.
- [18] MSZ EN 1426 (2016) Bitumen és bitumenes kötőanyagok. A tüpenetráció meghatározása.
- [19] MSZ EN 12591 (2009) Bitumen és bitumenes kötőanyagok. Az útépítési bitumenek minőségi követelményei.
- [20] Neumann, H. (1995) Was ist Bitumen? Bitumen, Heft 4/95.
- [21] Nilsgart, E., Grybb, T. (2014) Rotational Viscometer, RVB - An alternative to conventional methods for measurement of bitumen viscosity. Master Thesis. LTH, Lund University, Sweden (In Swedish; abstract in English). p. 44.
- [22] Parhamifar, E., Tyllgren, P. (2016) Assessment of asphalt binder viscosities with a new approach. In Proceedings 6th Eurasphalt & Eurobitume Congress, Prague, Czech Republic, 1-3 June, 2016, pp. 8. <https://dx.doi.org/10.14311/EE.2016.035>
- [23] Phillips, M. C., Robertus, C. (1996) Binder rheology and asphaltic pavement permanent deformation; the zero-shear-viscosity. In 5th Eurasphalt & Eurobitume Congress, Strasbourg, 7-10 May, 3: 5.134.
- [24] Remisová E., Zatkaliková V., Schlosser F. (2016) Study of rheological properties of bituminous binders in middle and high temperatures. Civil and Environmental Engineering 12, pp. 13-20.
- [25] TL Bitumen-StB-Technische Lieferbedingungen für Straßenbaubitumen und gebrauchsfertige Polymermodifizierte Bitumen, Ausgabe 2007/Fassung 2013 (R 1)
- [26] Tóth S. (2006) Bitumen és aszfaltszabványok követelményrendszereinek reológiai alapjai. Az Aszfalt, 1, pp. 4-48.
- [27] Williams, M.L., Landel, R.F., Ferry, J.D. (1955) The temperature dependence of relaxation mechanisms in amorphous polymers and other glass-forming liquids. Dept. of Chemistry, Univ. of Wisconsin. Journal of American Chemistry Society, 77: p. 370.



Dynamic viscosity of Road Construction Bitumen as an Alternative to Softening Point

Keywords: road construction bitumen, bitumen classification, viscosity, softening point, DSR, Brookfield, capillary

The research sought to find the most suitable replacement for softening point among the viscosities of two types of road construction bitumen measured using three methods (Brookfield and capillary dynamic, and DSR complex). The temperature was selected based on the values recommended for dynamic viscosity and complex viscosity measurements in the EN 12 591-2009 and AS 2008-2013 specifications for road construction bitumen, which was 60 °C. Changes in shear rate significantly affect complex viscosity values. A better correlation was found between the softening point converted from the viscosities measured and the actual measured softening point at a frequency of 1 rad/sec than at a frequency of 10 rad/sec.