Thesis 361

Lignin i bindemedel för hållbara asfaltbeläggningar

Reologiska undersökningar

Luan Imeri

Nikola Maka

Trafik och Väg
Institutionen för Teknik och Samhälle
Lunds Tekniska Högskola
Lunds Universitet

Copyright © Luan Imeri, Nikola Maka

LTH, Institutionen för Teknik och samhälle
CODEN: LUTVDG/(TVTT-5328)/1-100 /2021
ISSN 1653-1922

Tryckt i Sverige av Media-Tryck, Lunds universitet
Lund 2021

Examensarbete

CODEN: LUTVDG/(TVTT-5328)/1-100/2021

Thesis / Lunds Tekniska Högskola, Instutionen för Teknik och samhälle, Trafik och väg, 361

ISSN 1653-1922

Authors: Luan Imeri

Nikola Maka

Title: Lignin i bindemedel för hållbara asfaltbeläggningar. Reologiska undersökningar.

English title: Lignin in asphalt binders for sustainable asphalt pavements. Reological analysis.

Language Svenska

Year: 2021

Keywords: lignin; asphalt binders; DSR; RVB; sustainability

Citation: Imeri, L. & Maka, N., Lignin i bindemedel för hållbara asfaltbeläggningar. Reologiska undersökningar. Lund, Lunds universitet, LTH, Institutionen för Teknik och samhälle. Trafik och väg 2021. Thesis. 361

Abstract:
Bio-based binders have recently been introduced to reduce the dependence on fossil raw materials, which bitumen is produced of. Measurements with dynamic shear rheometer (DSR) and rotational viscometer (RVB) were performed on mixtures with bitumen and two different types of bio-based binders, namely Lignin 1 and Lignin 2. Parameters like softness point, viscosity and parameters used to evaluate rutting resistance, fatigue resistance and low temperature properties were obtained from the measurements. The results showed that rutting resistance increased as the content of lignin increased. Also, viscosity and softness point increased as content of lignin were increased. However, fatigue resistance, low temperature resistance and ductility were reduced as the content of lignin were increased. Finally, the obtained results from the elastic and viscous properties were compared with results reported from earlier studies using granite filler and Sasobit wax as additives. In this regard, the granite filler showed better agreement with Lignin 2. Results obtained from the RVB measurements showed that changes in viscosity for the lignin mixtures were more similar to the mixtures containing granite filler mixtures rather than mixtures containing Sasobit wax. This indicates that Lignin 1 and Lignin2 have no melting point within the tested temperatures due to Sasobit is an additive with a melting point.

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

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

Innehållsförteckning

Förord 1

Sammanfattning 3

Summary 5

1 Inledning 11

1.1 Bakgrund 11

1.2 Syfte 12

1.3 Metodbeskrivning 12

1.4 Avgränsning 13

1.5 Rapportens disposition 13

2 Litteraturstudie 14

2.1 Asfalt 14

2.1.1 Stenmaterial 14

2.1.2 Filler 14

2.1.3 Bitumen 15

2.1.4 Asfaltbruk 16

2.2 Biobitumen 16

2.2.1 Lignin 16

2.3 Klassificering av bitumen 18

2.3.1 Europeisk klassificering 19

2.3.2 Superpave 20

2.4 Reologi 21

2.4.1 Elasticitet 21

2.4.2 Plasticitet 21

2.4.3 Viskositet 22

2.4.4 Viskoelasticitet 22

2.4.5 Newtonsk- och icke newtonsk vätska 23

2.5 Dynamisk Skjuvreometer (DSR) 24

2.5.1 Oscillation 24

2.5.2 Komplex skjuvmodul och komplex viskositet 27
2.5.3 Amplitudsvep 29
2.5.4 Frekvenssvep 30
2.5.5 Multiple Stress Creep Recovery Test (MSCR-test) 31
2.6 Rotationsviskosimeter (RVB) 33
2.7 Metoder för redovisning av mätdata 33
2.7.1 Heukeloms BTDC-diagram 33
2.7.2 Masterkurva 34
2.7.3 Blackdiagram 39
2.7.4 Parametrar t-hög, t-mellan, t-låg, S(t) och m-värde 40
2.7.5 Duktilitet 43
3 Metod 46
3.1 Provserier 46
3.2 Tillvägagångssätt 47
3.2.1 Provberedning 47
3.2.2 Applicering av prov 49
3.3 Utförande av tester 53
3.3.1 Frekvenssveptest 53
3.3.2 Multiple Stress Creep Recovery Test (MSCRT) 53
3.4 Framtagning av bedömningsparametrar 54
3.4.1 Masterkurva 54
3.4.2 Beräkning av t-hög, t-mellan och t-låg 55
3.4.3 Beräkning av duktilitet 55
3.4.4 Mjukpunkt 56
4 Resultat 57
4.1 Mätningar med DSR 57
4.1.1 Spårbildningsresistens 58
4.1.2 Resistens mot utmattningssprickor 59
4.1.3 Lågtemperaturegenskaper 60
4.1.4 Duktilitet 60
4.2 Mätningar med RVB 61
4.2.1 Mjukpunkt och blandningstemperatur 62
5 Diskussion och slutsatser 65
5.1 Metoddiskussion 65

5.2 Resultatdiskussion 66
5.2.1 Mätningar med DSR 66
5.2.2 Mätningar med RVB 68
5.3 Slutsatser 70
5.4 Fortsatta studier 71
6 Referenser 73
Bilagor 79

Förord

Tack till

Detta examensarbete är den avslutande delen på Civilingenjörsprogrammet i Väg- och vattenbyggnad vid Lunds tekniska högskola. Arbetet har genomförts i samarbete med Svenskt VägCentrum (SVC), under vårterminen 2021 på Institutionen för Teknik och Samhälle, Avdelningen Trafik och väg.

Först och främst vill vi tacka vår externa handledare Per Tyllgren för hans expertis, handledning och enorma engagemang. Per har stöttat och inspirerat oss under hela arbetsprocessen.

Vi vill tacka Pajtim Sulejmani som har varit till stor hjälp som vår interna handledare. Det var ovärderligt med kontinuerlig feedback och all konstruktiv kritik.

Tack till Maya Sheidaei som har assisterat oss med DSR-maskinen och stöttat oss med inlärningen.

Slutligen vill vi tacka våra familjer och vänner för allt stöd under dessa fantastiska samt lärorika år på Lunds Tekniska Högskola.

Lund, maj 2021

Luan Imeri
Nikola Maka

Sammanfattning

Klimatförändringar orsakade av människans aktivitet har de senaste åren varit i fokus runt om i hela världen. Bygg- och anläggningssektor som står för en femtedel av växthusgasutsläpp jobbar ständigt för att hitta hållbara och ekonomiskt lönsamma metoder för att uppnå uppsatta klimatmål. Inom asfaltsindustrin har biobaserade bindemedel den senaste tiden börjat testas för att undersöka potentialen för att kunna ersätta fossilbaserade bindemedel som bitumen. Fördelen med biobaserade bindemedel är att deras produktion är cirkulär i motsats till bitumen som tillverkas av fossila råvaror. Ett av de biobaserade materialen är lignin som är en restprodukt från trä- och pappersindustrin.

För att lignin ska kunna anses som en lämplig ersättning till bitumen så bör det uppvisa likartade egenskaper. Undersökningen i det här arbetet har skett med hjälp av två mätinstrument, nämligen dynamisk skjuvreometer (DSR) och rotationsviskosimeter (RVB), som mäter ett materials elastiska och viskösa egenskaper.

Experimenten med DSR och RVB har utförts i LTH:s reologiska laboratorium med två olika sorter lignin som benämns Lignin 1 och Lignin 2 som blandades med bitumen 70/100 samt ett referensprov med samma sort av bitumen. Halten av lignin i blandningarna har varierats för att kunna se hur mängden av lignin påverkar egenskaperna.

Mätningar i DSR-maskin har utförts med frekvenssvep och MSCR-test (Multiple Stress Creep Recovery Test). Från utförda experiment erhölls parametrar som används till att utvärdera materialets spårbildningsresistens, utmattningsresistens och lågtemperaturegenskaper. RVB-mätningar har gett värden på provernas mjukpunkt och temperatur som krävs för att uppnå viskositet som motsvarar en bestämd hanterbarhet.

Resultaten visar att inblandning av lignin i bitumen ger ökade värden för spårresistens vid ökande halter lignin. Blandningarna med Lignin 1 visade en snabbare och högre ökning av spårresistensen än Lignin 2. Resultaten visar också försämrade värden för utmattningsresistens, lågtemperaturresistens och duktilitet vid ökande halt lignin. Resultat från RVB-mätningar visar att ökning av lignintillsats i bitumen ökar viskositet och mjukpunkten.

De erhållna resultaten jämfördes slutligen med resultat från tidigare studier för blandningar med granitfiller och blandningar med Sasobitvax. Granitfiller uppvisade liknande egenskaper som Lignin 1 och Lignin 2, dock med större överlappning med resultat från Lignin 2. Resultaten från RVB-mätningar visade på att viskositetsförändringen hos ligninblandningarna följde mönster liknande granitfillerblandningarna snarare än blandningen med Sasobitvax, vilket indikerar att Lignin 1 och Lignin 2 saknar smältpunkt inom de testade temperaturerna.

Fortsatta studier förutsätts för att kunna bedöma vilka halter av lignin i bitumenblandningen som skulle kunna ha potential att ge en godtagbar hanterbarhet vid utläggningen av asfaltmassa. Med konventionell asfaltmassa, baserat på bitumen, höjs ofta temperaturen då bättre hanterbarhet i materialet eftersträvas. Erfarenhet från provberedningen i den här studien visade på att vid en temperaturhöjning till 180 °C började Lignin 2 att glöda, varpå en rök uppstod. Denna erfarenhet avlägsnar möjligheten att kunna höja ligninhalten endast genom att höja temperatur ytterligare för att kunna uppnå god hanterbarhet hos proverna.

Summary

Climate change caused by human activity has in recent years been in focus around the world. The construction sector, which accounts for one-fifth of greenhouse gas emissions, is constantly improving to find sustainable and economically profitable methods to achieve the climate goals. In the asphalt industry, bio-based binders have recently begun to be tested and used in a small extent, which are aimed to replace bitumen. The advantage of bio-based binders is that their production is circular in contrast to bitumen made from fossil raw materials. One of these bio-based materials is lignin, which is a residual product from the wood and paper industry.

For lignin to be considered as a suitable substitute for bitumen, it must show similar mechanical properties. Two measuring instruments, namely dynamic shear rheometer (DSR) and rotational viscometer (RVB), which measures the elastic and viscous properties of a material have been used in this study.

The experiments with DSR and RVB have been carried out at LTH's rheology laboratory. Two different types of lignin called Lignin 1 and Lignin 2 which were mixed with bitumen 70/100 and a reference sample with the same type of bitumen have been used in this study. The content of lignin has been varied to assess the influence of lignin on the elastic and viscous properties.

Measurements with the DSR equipment have been conducted with frequency sweep and MSCR test (Multiple Stress Creep Recovery Test). Properties as material's rutting resistance, fatigue resistance and low temperature properties of the materials' have been obtained from the DSR measurements as parameters used for evaluation in this study. To determine the softness point of the specimens and viscosity at various temperature the RVB measurements were conducted.

The results showed that the mixtures containing lignin and bitumen enhanced the rutting resistance as the content of lignin was increased. Mixtures containing Lignin 1 showed a faster and higher increase in rutting resistance properties compared to Lignin 2. The results also revealed reduction of fatigue resistance, low temperature cracking resistance and ductility as the content of lignin were increased. Results from RVB measurements showed that an increase of lignin content in bitumen increases the viscosity and softness point.

Finally, the obtained results were compared with results reported from earlier studies using granite filler and Sasobit wax as additives. In this regard granite filler showed similar elastic and viscous properties as Lignin 1 and Lignin 2. However, better agreement was revealed for Lignin 2. Results obtained from the RVB measurements showed that changes in viscosity for the lignin mixtures were more similar to the mixtures containing granite filler rather than mixtures containing Sasobit wax. This indicates that Lignin 1 and Lignin 2 have no melting point within the tested temperatures since Sasobit wax is an additive with a melting point.

Further studies are required assess the influence of lignin on the manageability of the asphalt mixtures. When conventional asphalt mixtures, based on bitumen, are used, the temperature is often increased as a consequence of wanting to achieve better manageability of the asphalt mixture. Experience from this study, when sample were prepared, showed that at a temperature of 180 °C, Lignin 2 began to glow, after which a smoke appeared. This

knowledge removes the possibility to compensate for elevated lignin levels only by raising the temperature further in order to achieve sufficient manageability of the asphalt mixtures.

Begrepp och storheter

Begrepp

Asfaltbetong	Blandning av stenmaterial, bitumen och eventuella tillsatser.
Asfaltbruk	Blandning av bitumen, filler och eventuella tillsatser.
Bitumen	Bindemedel i asfaltbetong.
Biobitumen	Ett samlingsnamn för biobaserade bindemedel i asfaltbetong.
DSR	Dynamisk skjuvreometer är en maskin som mäter ett materials reologiska egenskaper.
Duktilitet	Ett materials förmåga att utsättas för plastisk deformation utan att materialet går till brott.
Elasticitet	Ett materials förmåga att återgå till sin ursprungliga form efter belastning.
Filler	Stenfraktioner som är mindre än 0,075 mm.
LVE – område	Ett materials linjärviskoelastiska område. Där gäller Newtons lag för den viskösa delen samt Hookes lag för den elastiska delen.
Mjukpunkt	Den temperatur vid vilken ett material uppnår en definierad konsistens som kan utryckas i viskositet på 1 300 000 mPa·s
MSCR	Multiple Stress Creep Recovery är en testmetod som genomförs med en DSR och som mäter ett materials återhämtningsförmåga efter upprepade belastningar.
PAV	En metod för att simulera ett bindemedels åldring som sker under vägens livslängd.
Penetrationstal	Tal som klassificerar ett bindemedels hårdhet/mjukhet genom att ange hur långt en standardiserad nål penetrerar ett prov under en bestämd tid och temperatur.
RVB	Rotationsviskosimeter är en maskin som mäter en vätskas viskositet vid olika temperaturer.
Sveptest	Oscillerande test som genomförs med DSR och som mäter ett materials reologiska egenskaper genom att variera frekvens och amplitud.
Superpave	Superior Performing Asphalt Pavements är ett amerikanskt klassificeringssystem för bitumen.
Superpositionsprincipen	Ett samband som grundar sig på att bitumens reologiska egenskaper förändras ekvivalent vid temperatur- och frekvensändring.
t-hög	Gränsvärde i Superpave som anger den högsta temperaturen ett bindemedel kan utsättas för innan risk för spårbildning uppstår.

t-mellan	Gränsvärde i Superpave som anger den lägsta temperaturen ett bindemedel kan utsättas för innan risk för utmattningsskador.
t-låg	Gränsvärde i Superpave som anger den lägsta temperaturen ett bindemedel kan utsättas för innan risk för temperatursprickor.
Viskositet	En vätskas flödesmotstånd.
Viskoelasticitet	Ett materials förmåga att uppvisa både viskösa och elastiska egenskaper.

Storheter

$\boldsymbol{\sigma}$	Spänning
E	Elasticitetsmodul
$\boldsymbol{\epsilon}$	Töjning
η	Dynamisk viskositet
ν	Kinematisk viskositet
τ	Skjuvspänning
ρ	Densitet
G^*	Komplex skjuvmodul
G’	Lagringsmodul
G’’	Förlustmodul
$\boldsymbol{\gamma(t)}$	Skjuvtöjning
$\boldsymbol{\gamma_A}$	Skjuvtörningsamplitud
$\boldsymbol{\dot{\gamma}}$	Skjuvhastighet
f	Frekvens
f_r	Reducerad frekvens
$\boldsymbol{\omega}$	Vinkelfrekvens
$\boldsymbol{\eta^*}$	Komplex viskositet
$\boldsymbol{\delta}$	Fasvinkel
$\boldsymbol{\varepsilon_c}$	Maximal töjning
$\boldsymbol{\varepsilon_0}$	Elastisk töjning
$\boldsymbol{\varepsilon_\gamma}$	Plastisk töjning
$\boldsymbol{J_{nr}}$	Kvarstående deformation
T_r	Referenstemperatur
a_T	Skiftfaktor vid temperatur T

1 Inledning

Under de senaste årtiondena har klimatförändringar uppmärksammats och exploateringen av fossila bränslen har pekats ut som den främsta faktorn. Det finns en oenighet kring när råolja kommer att sluta vara lönsam för utvinning och dess produkter måste ersättas. Det kan dock konstateras att det finns ett miljömässigt intresse för att minska produktionen av fossila bränslen idag och att det är möjligt att produktionen inte kommer att vara ekonomiskt försvarbar i framtiden.

Det är av intresse att minska användning av ändliga resurser som inte kommer att återskapas under människans tid på jorden och biobaserade bindemedel har potential att reducera behovet av nya uttag av fossila råvaror.

1.1 Bakgrund

European Asphalt Pavement Association (2019) uppger att under åren 2009 – 2019 uppgick nyproduktionen av asfalt mellan 7 och 8 miljoner ton årligen för Sverige. Med en genomsnittlig viktandel bitumen på 5 – 7 % (Agardh & Parhamifar, 2014) motsvarar detta ca 450 000 ton bitumen årligen. Detta skapar ett starkt beroende av bitumen som är en fossil och ändlig resurs.

Arbetet för övergången till förnybara energikällor och mot beroendet av fossila material sker på olika nivåer. År 2015 startades på initiativ av regeringen Fossilfritt Sverige som drivs under ledning av en nationell samordnare och samlar företag, kommuner, regioner och organisationer som jobbar mot samma mål om att Sverige ska bli klimatneutralt senast 2045. Samarbetets syfte är att ta fram politiska förslag genom att identifiera hinder och möjligheter för att accelerera utvecklingen. Bygg- och anläggningssektorn, som står för en femtedel av Sveriges klimatpåverkan, har potential att halvera sin klimatpåverkan till 2030 med befintlig teknik. Det krävs dock teknikskiften och innovationer för att nå målet om att vara klimatneutralt. En uppmaning från branschen är att införa ”krav på att deklarera byggnaders och anläggningars klimatpåverkan ur ett livscykelperspektiv, samt att klimatdeklarationer redovisas för byggprodukter som sätts på marknaden”. Under åren 2018 - 2020 har flera framsteg gjorts, bland annat har asfaltverk börjat konverteras till fossilfritt (Fossilfritt Sverige, 2020).

Förutom miljörelaterade aspekter är det även av intresse att beakta ekonomiska konsekvenser av ett scenario med minskad användning av fossila bränslen globalt. Ett avstannande av oljeutvinning skulle kunna påverka produktionen av bitumen. Enligt Persson (2021) baseras prissättningen av bitumen på ett index som påverkas i förhållande till råolja. Tillgång, efterfrågan och generellt raffinaderimarginalerna påverkar prisindexet. Om efterfrågan på bränslen, som produceras av lätta råoljor, minskar så är det troligt att bitumenpriser ökar.

Biobaserade bindemedel har en potential att minska beroendet av ändliga resurser eftersom deras produktion är cirkulär till skillnad från fossila material. Flera aktörer inom svenskt vägbyggande har börjat prova lignin som tillsatsmedel i bitumen för tillverkning av asfaltbeläggningar. Effekterna av inblandningen behöver dock provas på laboratorium innan kostsamma fullskaleförsök påbörjas (Tyllgren, 2021).

Under senare år har mätteknik och resultatbehandling utvecklats starkt. Detta möjliggör att beläggningens funktioner och livslängd kan simuleras på ett trovärdigare sätt jämfört med empiriska metoder som har utvecklats för konventionella typer av bindemedel. Resultatet blir att kostsamma konsekvenser i form av omfattande underhållsåtgärder och förtida ombyggnader kan undvikas. På avdelningen Trafik och väg vid Lunds Tekniska Högskola har konceptet vidareutvecklats genom att studera asfaltbrukets egenskaper på motsvarande sätt, vilket återspeglar egenskaperna i färdig asfalt på ett bättre sätt än vad enbart bitumen gör. Det har skett med hjälp av två avancerade instrument, rotationsviskosimeter typ Brookfield (RVB) och dynamisk skjuvreometer (DSR). Metodiken har utformats för att efterlikna förhållandena under produktionen och i färdig beläggning (Ibid.). Undersökning av lignin med samma metodik som har använts för bitumen skulle ge resultat som kan jämföras och utvärderas mot den standarden som finns tillgänglig idag som utgångspunkt.

1.2 Syfte

Syftet med examensarbetet är att utreda vilka egenskaper blandningar av bitumen med olika halter av lignin har jämfört med bitumen.

Studien ämnar försöka besvara följande frågeställningar:

- Kan lignin anses ett jämförbart alternativ till petroleumbaserat bitumen?
- Hur påverkas egenskaper som spårresistens, motstånd mot utmattningssprickor och temperaturbetingade sprickor på grund av tillsatts av Lignin 1 och Lignin 2 i bitumen?
- Vilka effekter på hanterbarhet i asfaltmassa ger tillsatsen av Lignin 1 och Lignin 2 i bitumen?

1.3 Metodbeskrivning

Studien inleds med en litteraturstudie med information kring ämnet med syfte att bekanta läsaren med problematiken.

Efter litteraturstudiegenomgången presenteras resultat av mätningar genomförda i reologilaboratoriet på Lunds Tekniska Högskola. Ett antal prover med olika halter av lignin samt prover med rent bitumen har testats med hjälp av dynamisk skjuvreometer (DSR) och rotationsviskosimeter (RVB). Metod för mätningarna beskrivs närmare i Kapitel 3.

Slutsatser och diskussion grundar sig på erhållna mätningsresultaten som finns redovisade i Bilagor samt på tidigare utförda studier.

1.4 Avgränsning

Studien avgränsas till att undersöka referensprov bestående av bitumen med penetrationstal 70/100 samt blandningar av bitumen 70/100 där två typer av lignin, som betecknas som Lignin 1 och Lignin 2, har tillsatts. För de valda ligninsorterna testas tre olika volymhalter i blandningarna (15%, 20% samt 25% lignin). Proverna utsätts inte för åldring och resultaten kan därmed inte användas i dimensionerande syfte, utan resultaten används endast för att analysera proverna sinsemellan.

Undersökningen sker huvudsakligen med en dynamisk skjuvreometer (DSR). Det utförs inga tester för att definiera provernas linjärviskoelastiska gränsområden. Istället används Nynas-matriser som har tidigare påvisats ha tillräckligt bra marginaler inom det linjärviskoelastiska området (Andersson & Sulejmani, 2014). Frekvenssveptester genomförs i temperaturintervall från -30 °C till 80 °C med 10 °C intervall. För varje temperatur testas det en rad olika frekvenser med intervall från 0,1 rad/s till 100 rad/s. För lägre frekvenser utförs inga mätningar för att en lämplig tidsgräns för arbetet ska kunna hållas. Däremot extrapoleras resultaten för de låga frekvenserna med hjälp av superpositionering för högre temperaturer. MSCR-test genomförs i tre olika temperaturer, som förväntas befinna sig i intervall som täcker temperaturen t-hög enligt tidigare erfarenheter.

Slutligen testas provernas viskositet och mjukpunkt med hjälp av en rotationsviskosimeter (RVB) av typ Brookfield. Mätningen påbörjas vid ca 135°C för att sedan succesivt minska temperaturen tills en viskositet som är högre än 1300 Pa·s uppnås.

1.5 Rapportens disposition

Rapporten är uppdelad i fyra delar. En inledande litteraturstudie innehåller en bred beskrivning av ämnesproblematiken. Bitumen och lignin beskrivs som ämnen och klassificeringsmetoder för bitumen presenteras. Därefter presenteras den teori som ligger bakom de genomförda mätningarna och de olika mekaniska egenskaperna definieras. Principen för hur mätningsutrustningen dynamisk skjuvreometer (DSR) fungerar samt metoder för redovisning av mätdata presenteras.

Därefter redogörs den använda metoden. De testade provserierna presenteras och tillvägagångssättet för DSR-mätningar beskrivs. Kapitlet avslutas med en beskrivning av hur rådata behandlas så att masterkurvor samt parametrarna t-hög, t-mellan, t-låg och duktilitet beräknas. Det ges även en förklaring på hur Heukelom-diagram ska tolkas.

Resultaten presenteras i form av grafer och tabeller med uppmätta eller beräknade värden. Det ges en beskrivning och tolkning av de uppmätta parametrarna.

Slutligen kommer en diskussion där både metod och resultat utvärderas. De erhållna resultaten jämförs mot resultat från tidigare utförda studier. Förslag till vidare studier ges.

2 Litteraturstudie

2.1 Asfalt

Asfalt är en blandning av stenmaterial, bitumen och eventuella tillsatser. Ordet asfalt används i dagligt tal och är egentligen en förkortning av den korrekta benämningen asfaltbetong. Skillnaden mellan asfaltbetong och cementbetong, som kallas för betong, är bindemedlet. Bitumen, som ingår i asfaltbetong, ger beläggningen viss flexibilitet. Cementbetong består av bindemedlet cement och ger massan större styvhet samtidigt som flexibiliteten minskar (Asfaltskolan, 2020).

Asfaltbetong ingår i vägöverbyggnader för en stor del av det svenska vägnätet. Vid val av typ av asfaltmassa tas hänsyn till en rad funktionskrav såsom nötningsresistens, deformationsresistens och vattenkänslighet (Wågberg, 2011).

2.1.1 Stenmaterial

Stenmaterialet står för 93–95 vikt-% i en normal asfaltmassa. Tillgången på råvaran, berget, av önskad kvalité påverkar längden av transportsträckor. Ett vanligt sätt att bedöma kvalitén hos stenaggregatet är siktning som redovisas med hjälp av en kornstorleksfördelningskurva. De ingående stenfraktionerna proportioneras så att massan uppfyller bestämda krav. Täta asfaltbeläggningar kräver en kontinuerlig gradering av stenmaterialet medan en brant kornstorleksfördelningskurva är nödvändig för öppna beläggningar (dränerande asfaltmassor) (Agardh & Parhamifar, 2014).

Beständigheten av stenmaterial påverkas av olika bergartsrelaterade aspekter. En kemisk-mineralogisk sammansättning med hög alkalihalt försämrar vidhäftningen till bitumen. Närvaro av saltlösning från halkbekämpning kan påskynda sönderfall av beläggningen med alkalirikt sten. Förfastningsgraden hos sedimentära bergarter ökar som regel med åldern på den geologiska formationen som bergarten kommer ifrån. Förekomsten av vittrade och relativt mjuka partiklar bör minimeras då dessa kan brytas ned till ett finmaterial och ändra formen på kornstorleksfördelningskurvan (Höbeda & Bern, 2001).

2.1.2 Filler

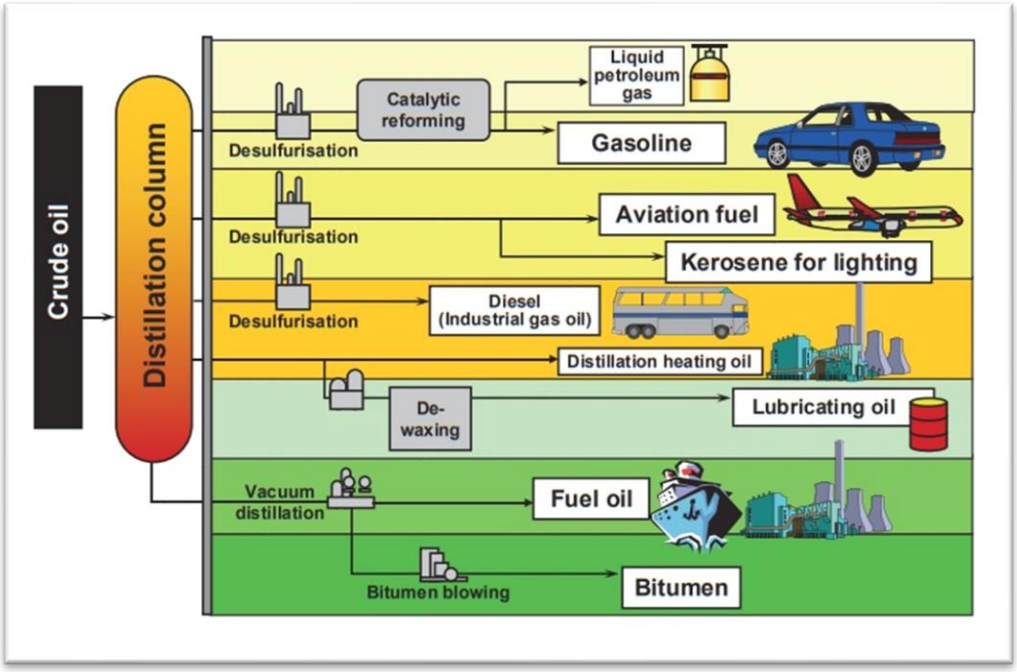
Stenmaterialet med de allra minsta kornstorlekar benämns som filler. Agardh och Parhamifar (2014) definierar filler som det stenmaterial som fullständigt passerar 0,074 mm sikt medan Höbeda (1994) skriver att gränsen ligger på 0,075 mm i Sverige och att den varierar något i andra länder. Vidare beskriver Agardh och Parhamifar (2014) vilka funktioner som filler har. Den förbättrar hållfastheten och beständigheten hos den färdiga asfaltmassan genom att fylla hålrum mellan partiklarna. Filler kan även fungera som en beståndsdel av bindemedel

för att styva upp asfaltmassan. Detta underlättar utläggningen av asfaltmassan samt minskar risken för bindemedelsavrinning från asfaltmassans övriga komponenter.

Fillerns egenskaper varierar och som regel brukar filler med fibrösa, flisiga kornformer vara starkt förstyvande. Släckt kalk är ett exempel på mycket finkornig filler som ligger på ett gränsområde mellan filler och tillsatsmedel och som har förstyvande effekt på bitumen, hämmar bitumens åldring samt förbättrar vattenbeständighet. Däremot är kalkstensfiller, som fyller hålrummen i stenskelettet väl och förbättrar vattenbeständighet, ringa förstyvande men den förmågan kan förbättras med hjälp av tillsatser (Höbeda 1994).

2.1.3 Bitumen

Bitumen är ett fast till halvfast svårflyktigt material med vidhäftningsförmåga som binder samman stenaggregat. Det fungerar som smörjmedel vid utläggning och packning av asfaltmassa. Bindemedel skyddar stenmaterialet från krossning under drifttiden och ger beläggningen viss flexibilitet att återhämta sig efter deformationer samt att forma sig efter de långsamma rörelserna som orsakas av temperaturväxlingar (Agardh & Parhamifar, 2014).

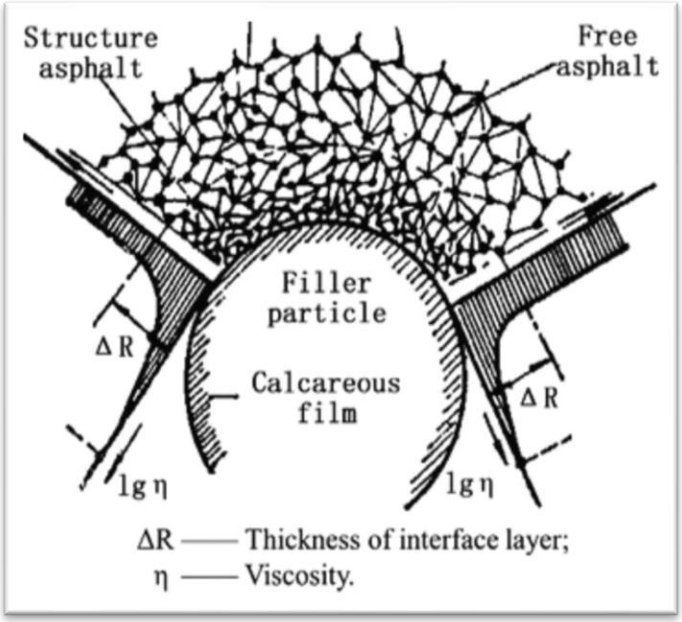


Figur 2.1: Principiellt process bakom destillation av råolja (Petrauskas & Ullah, 2015).

Framställning av bindemedlet sker genom raffinering av petroleum (se Figur 2.1) som är ett fossilt material. Respektive fraktioner separeras genom destillation. Komponenternas olika kokpunkt utnyttjas så att råoljans lättare beståndsdelar såsom gasol, bensin och diesel avskiljs. Bitumen är en restprodukt som även är en av de tyngsta oljefraktionerna och består av långa kolvätekedjor. Vattenavvisande och termoplastiska egenskaper tillåter brett användningsområde inom beläggning. Vid höga temperaturer (ca 100 – 200°C) är bitumen en viskös vätska medan det vid låga temperaturer blir en elastisk solid (Self, 2015).

2.1.4 Asfaltbruk

Blandning av bitumen, filler och eventuella tillsatser kallas för asfaltbruk. En teori om samverkan mellan fillerpartiklar och bitumen presenteras i Figur 2.2. Det sker ett omarrangemang och de bitumenpartiklar som befinner sig i direkt anslutning till ytan av fillerpartikeln bildar ett lager av diffusionslösningsmembran. Detta räknas som strukturbitumen. Partiklar på utsidan av membranet kallas för fritt bitumen. Reologiska egenskaper av asfaltbruk påverkas inte bara av mängden filler men även av typen av filler. De fysiokemiska interaktioner som sker på fillerpartiklarnas yta ger upphov till en bindningsstyrka som påverkar styvheten av asfaltbruket (Tan & Guo, 2014).

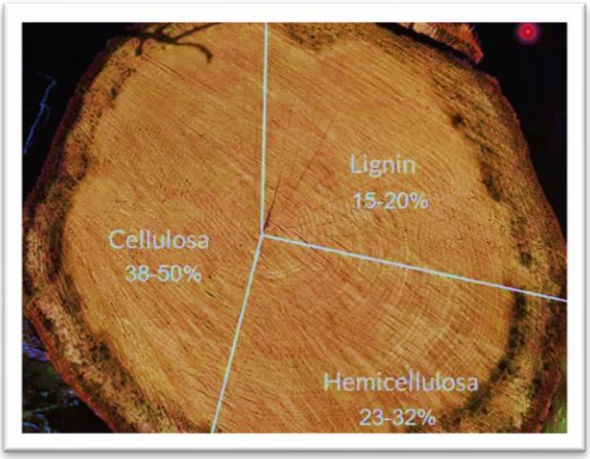


Figur 1.2: Interaktion mellan filler och bitumen (Tan & Guo, 2014)

2.2 Biobitumen

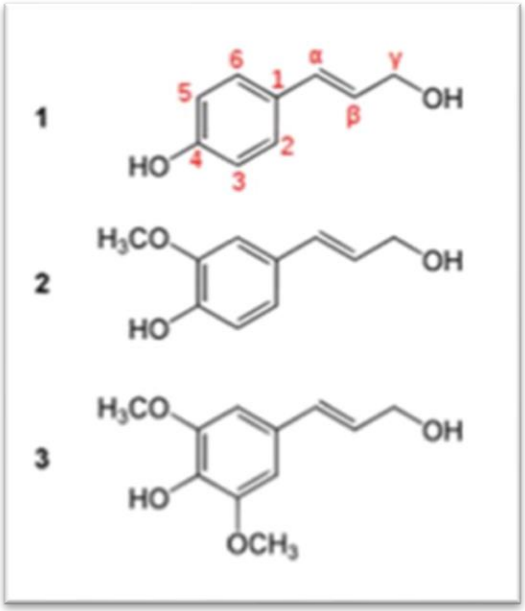
2.2.1 Lignin

Lignin är en aromatisk heteropolymermolekyl med en komplex kemisk struktur som består av tre monomerer som huvudkomponenter i den kemiska strukturen. Dessa monomerer är koniferylalkohol, sinapylalkohol och p-kuarylalkohol och tillsammans binder de ihop C-O och C-C molekylerna så att det bildas en tredimensionell struktur. Liksom cellulosa och hemicellulosa står även lignin som ett huvudmaterial i trädstammen, se Figur 2.3 (Katahira et al., 2018).



Figur 2.3: Representation av huvudkomponenter i en trädstam (Rättö, 2021).

I Figur 2.4 presenteras de kemiska strukturerna av dem tre monomerer som ingår i lignin.



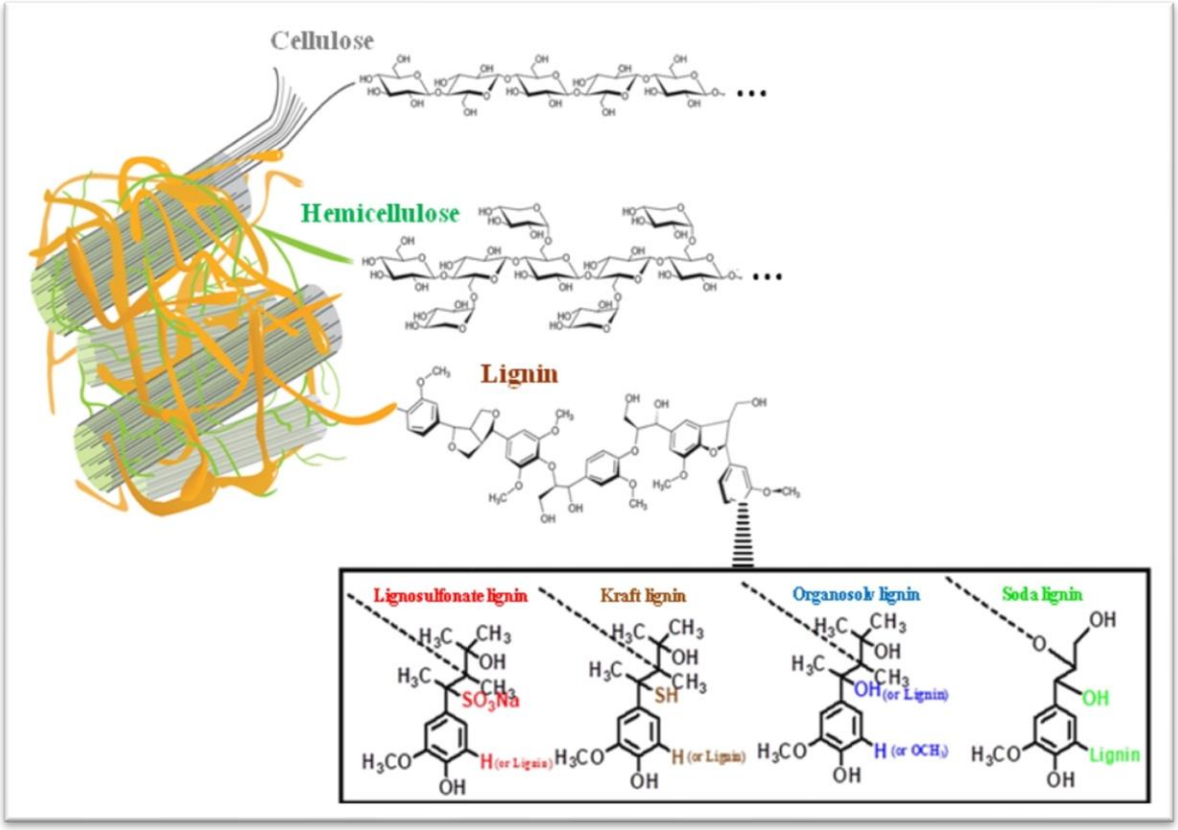
Figur 2.4: Kemisk struktur på de tre huvudkomponenterna i lignin, monomerer (Lima et al., 2013).

Det var fransmannen Anselme Payen som med hjälp av kemiska experiment kunde erhålla både cellulosa och lignin från en träbit år 1838. Sedan dess har många forskare experimenterat och analyserat strukturen på lignin och det har påvisats att det finns många olika kemiska strukturer på lignin. Det är därför komplicerat att fastställa ligninets struktur.

Utvinning av lignin sker på olika sätt. Bland dem finns masstillverkning där utvinning av lignin sker med kemiska metoder. Ligninet utvinns genom att frilägga fibrerna från veden. Processen sker med användning av sura eller alkaliska processer med temperaturer över 100 grader i kokare. I den kemiska metoden utlöses inte hela mängden av lignin utan processen går vidare till nästa stadium genom så kallad blekning (Nationalencyklopedin, 2021).

Lignin i trädstammen har en viktig roll för utveckling av ett träd. Bland annat så har det som uppgift att skydda kolhydraterna mot angrepp av mikroorganismer och andra skadliga insekter. Det ser också till att vatten tillförs hela vägen upp till grenar genom trädstammen

(McCarthy & Islam 1999). Lignin kan betraktas som ”ett naturligt lim” som håller ihop cellulosa och hemicellulosa. Figur 2.5 visar en 3-dimensionell modell av en plantcellsvägg där lignin samverkar med de övriga komponenterna (Melro et al, 2018).



Figur 2.2: Principiell uppbyggnad av plantcellens vägg med hänsyn till huvudkomponenterna cellulosa, hemicellulosa och lignin (Melro et al, 2018).

Lignin är ett av de material som har störst potential att ersätta fossila bränslen i framtiden. Dess unika egenskaper möjliggör även användning av lignin som bränsle i industri. Hög molekylvikt, hög mängd av kol och väteatomer samt höga antändnings värden gör lignin till en potentiell ersättare till fossila material (Lima et al, 2013).

2.3 Klassificering av bitumen

Europa och USA har använt olika klassificeringssystem för bitumen. En del mätningsmetoder som har sitt ursprung i amerikanskt klassificeringssystem har senare börjat användas även i europeisk klassificering.

2.3.1 Europeisk klassificering

European Committee for Standardization (CEN) och den tekniska kommitté som hanterar bitumen TC336 arbetar med att ta fram standarder som harmoniserar testmetoder och specifikationer. Dessa har beteckningen EN (European Standard). De mest använda metoderna beskrivs kortfattat i Tabell 2.1 (Eurobitume, 2021).

Tabell 2.1. Mätmetoder för bestämning av bitumenegenskaper enligt Europeisk Standard (Eurobitume, 2021).

Metod	Beteckning	Beskrivning
Mjukpunktstest	EN 1427	Temperatur uppmätt med hjälp av Kula och Ring-metoden. Mjukpunkten vid vilken en standardiserad stålkula faller genom en skiva av bitumen som har värmts upp kontinuerligt med en bestämd hastighet.
Penetration	EN 1426	Hårdheten som bestäms genom att mäta hur djupt en standardiserad nål penetrerar ett bitumenprov.
Fraas brytpunkt	EN 12593	Den temperatur vid vilken ett tunt skikt av bitumen som böjs bryts.
RTFOT (Rollin thin-film oven test)	EN 12607-1	Förändring i mjukpunkt och penetration efter att provet har åldrats inuti en roterande skål under upphettning. RTFOT simulerar en korttidsåldring som sker under blandning och transport av bitumen.
PAV (Pressure Ageing Vessel)	EN 14769	Förändring i mjukpunkt och penetration efter att provet har åldrats under högt tryck (2,1 MPa). PAV simulerar en långtidsåldring som sker under beläggningens livstid. Det kvarstår fortfarande frågor kring huruvida åldringen med PAV motsvarar väl åldringen ute i fält.
Kinematisk viskositet	EN 12595	Den tid det tar för en bestämd mängd bitumen att rinna genom en kapillär.
Dynamisk viskositet	EN 12596	
Komplex skjuvmodul och fasvinkel – Dynamisk Skjuvreometer	EN 14770	Mätning av komplex skjuvmodul och fasvinkel under varierande temperatur och frekvens. Testet genomförs med en dynamisk skjuvreometer (DSR).
Multiple Stress Creep Recovery Test (MSCR-test)	EN 16659	Mätning av elastisk respons och känslighet mot spårbildning. Testet genomförs med en dynamisk skjuvreometer (DSR).

Metod	Beteckning	Beskrivning
Bending Beam Rheometer	EN 14771	Beteende och styvhet av bitumen under låga temperaturer. Provet befinner sig under konstant belastning i en vätskebad.

Mätmetoderna mjukpunktstest och penetrationstal har tidigare tagits fram och stämts av mot empiriska erfarenheter. Laboratorieförsök har dock påvisat att de konventionella mätmetoderna (Kula och Ring-metoden och Penetration) enligt europeisk standard tenderar att ha sämre repeterbarhet och reproducerbarhet jämfört med DSR-mätningar. Precision av mjukpunktstest är lägre jämfört med mätningar utförda med rotationsviskosimeter (RVB) (Parhamifar & Tyllgren, 2016). Senare har det tillkommit nya mätningsmetoder som tester med Dynamisk Skjuvreometer, som från början använts i Superpave som är ett amerikanskt klassificeringssystem.

2.3.2 Superpave

Superpave står för Superior Performing Pavements och är ett klassificeringssystem framtagen av Strategic Highway Research Program i USA. Deras forskare bevisade att de konventionella mätningsmetoderna (ex. penetrationstal eller viskositet) gav inte tillräckligt information om bindemedels beteende i riktiga förhållanden ute i fält. Mätmetoder godkända av European Committee for Standardization (CEN) stämdes av mot empiriska erfarenheter och beskrev inte bitumens viskoelastiska egenskaper. Mätmetoderna i Superpave gjorde det däremot möjligt att undersöka bitumens reologiska egenskaper under kontrollerad belastning och temperatur. Klassificeringssystemet kan därmed utgå från klimatiska förutsättningar och trafikbelastningar. Resultat från dessa mätningar har visat sig stämma bra överens med prestandamätningar i färdiga beläggningar med de testade bitumensorter (Bakløkk et al., 2002).

I Tabell 2.2 sammanställs och presenteras överskådligt principer bakom mätmetoderna i Superpave.

Tabell 2.2: Mätmetoder för bestämning av bitumenegenskaper enligt Superpave (Bakløkk et al., 2002).

Metod/utrustning	Uppmätta egenskaper
Dynamic Shear Rheometer (DSR)	Viskoelastiska egenskaper vid höga och mellanliggande temperaturer, spårbildningsmotstånd
Bending Beam Rheometer (BBR)	Egenskaper vid lågtemperaturer, sprickmotstånd
Direct Tension Test (DTT)	
Rolling Thin Film Oven Test (RTFOT)	Simulerad åldring av provet vid produktion
Pressure Ageining Vessel (PAV)	Simulerad åldring av provet under bindemedlets livstid

Performance Grade

PG (Performance Grade) är ett sätt att gradera bitumen genom att använda två tal. Det första talet är medeltemperatur av beläggningens sju dagars maxtemperatur (°C) och det andra talet är den lägsta sannolika temperaturen som beläggningen utsätts för (°C). Detta innebär att exempelvis PG58-22 är lämplig att använda om den högsta medeltemperaturen under sju dagar inte överstiger 58 °C och den lägsta temperaturen som beläggningen kommer att utsättas för förväntas inte att sjunka under -22 °C. De två temperaturerna benämns även som t-hög och t-låg och kan bestämmas med DSR-mätningar. Graderingen förutsätter att bindemedlet kommer att behålla en bestämd styvhet och klara av en bestämd belastning över det angivna temperaturspannet (Pavement Interactive, 2021).

2.4 Reologi

Material som uppvisar både en viskös och en ideal elastisk solid form kan deformeras och strömma när de utsätts för yttre krafter. Vetenskapen som studerar dessa egenskaper är reologi och tillhör grenarna fysik och kemifysik. Namnet reologi kommer från grekiska ordet “rhein” vilket betyder “att flöda” (Mezger, 2014).

Bitumen tillhör gruppen av material som kan uppvisa både viskösa och elastiska egenskaper. Det har en elastisk solid form vid låga temperaturer och när den utsätts för måttliga krafter samt viskösa-elastiska egenskaper vid högre temperaturer och när kraften får verka undre en längre tid (Taylor & Airey, 2015).

2.4.1 Elasticitet

Linjärt elastiska material är de material som får en viss deformation på grund av att en last har applicerats på dem. De deformeras till en viss nivå och när lasten sedan avlägsnas återgår materialet till sin ursprungliga form (Heyden et al., 2017).

Enligt elasticitetsteorin är spänning direkt proportionell mot töjning. Ett material kan vara isotropt vilket betyder att det vid en belastning deformeras likadant i alla riktningar (Agardh & Parhamifar, 2014). För material som beter sig linjär elastiskt gäller Hookes lag som presenteras i följande Ekvation 2.1.

$$\sigma = E \cdot \epsilon \tag{2.1}$$

Där:

σ – *spänning [Pa]*
E – *elasticitetsmodul [Pa]*
ϵ – *töjning [%]*

2.4.2 Plasticitet

Ett material som deformeras plastiskt beter sig annorlunda i den fas då den går över till plastisk deformation. Dessa material kallas elastisk-plastiskt material. De kan deformeras elastiskt vid måttlig belastning medan vid högre belastning passerar materialet flytgränsen

och deformeras plastiskt. Detta innebär att när belastning avlägsnas kommer materialet inte att återgå fullständigt till sitt ursprungliga tillstånd utan en del av deformationen kvarstår (Heyden et al., 2017).

2.4.3 Viskositet

Viskositet är en fysikalisk egenskap hos vätskor och gaser som beskriver dess flödesmotstånd. Fenomenet beror på de interna friktionskrafter som uppstår mellan molekyler som befinner sig i en rörelse relativt varandra (Mezger, 2014).

Dynamisk viskositet (η) definieras som förhållandet mellan applicerad skjuvspänning (τ) och skjuvhastighet ($\dot{\gamma}$) och uttrycks i enheten [Pa · s] (se Ekvation 2.2) (Ibid.).

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \tag{2.2}$$

Där:
η – dynamisk viskositet [Pa · s]
τ – skjuvspänning [Pa]
$\dot{\gamma}$ – skjuvhastighet [s^{-1}]

Kinematisk viskositet (ν) definieras som förhållandet mellan dynamisk viskositet (η) och densitet (ρ) och uttrycks i enheten [$mm^2/s = 10^{-6}\ m^2/s$] (se Ekvation 2.3) (Ibid.).

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} \tag{2.3}$$

Där:
ν – kinematisk viskositet [$mm^2/s = 10^{-6}\ m^2/s$]
η – dynamisk viskositet [Pa · s]
ρ – densitet [kg/m^3]

Högre viskositet innebär i praktiken att vätskan/gasen är mer trögflytande. Bitumen har generellt relativt höga viskositetvärden. Inom temperaturintervall varierar viskositeten avsevärt. Vid 80°C kan bitumens viskositet vara jämförbar med viskositet för olivolja vid 20°C medan vid 20°C kan samma typ av bitumen ha en viskoelastisk fast form (Ibid.).

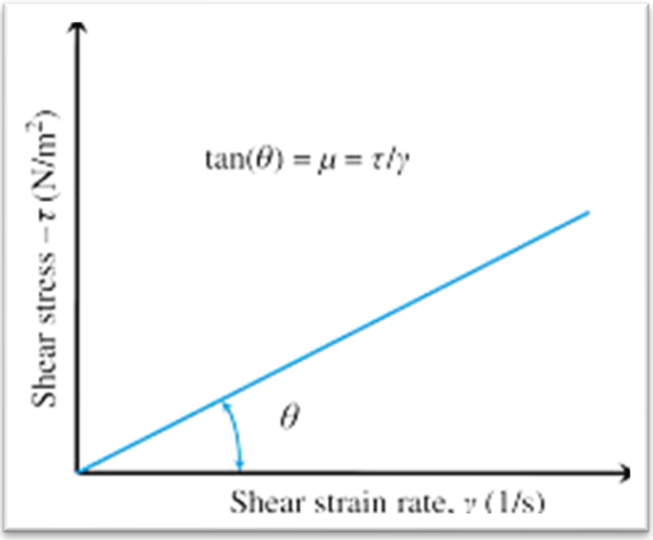
2.4.4 Viskoelasticitet

Viskoelasticitet är en fysikalisk egenskap av material som kan uppvisa både viskösa och elastiska egenskaper beroende på temperatur och belastningstid. Vid låga temperatur och korta belastningstider dominerar bitumens elastiska egenskaper medan vid höga temperatur och långa belastningstider beter det sig som en viskös vätska. En väsentlig skillnad mellan plasticitet och viskoelasticitet är att plastiska material deformeras permanent medan viskoelastiska material har en förmåga att delvis återgå till sin ursprungliga form efter avlastning. Bitumen uppvisar en blandning av både viskoelastiska och plastiska egenskaper. Det betyder att efter varje belastning sker det en försenad elastisk återhämtning samtidigt som en del av deformationen blir permanent (Koenders, 2015)

2.4.5 Newtonsk- och icke newtonsk vätska

För newtonska vätskor gäller det att skjuvspänning är direkt proportionell mot skjuvhastigheten vid en given temperatur och tryck. Skjuvspänningen ökar konstant vid ökad skjuvhastiget. Newtonska vätskor har en större påverkan vid förändring av temperatur än vid tryckförändring, vilket innebär att viskositet hos vätskorna har termodynamiska egenskaper (Ostadfar, 2016).

Figur 2.6 illustrerar sambandet mellan skjuvspänning och skjuvhastighet för en newtonsk vätska.

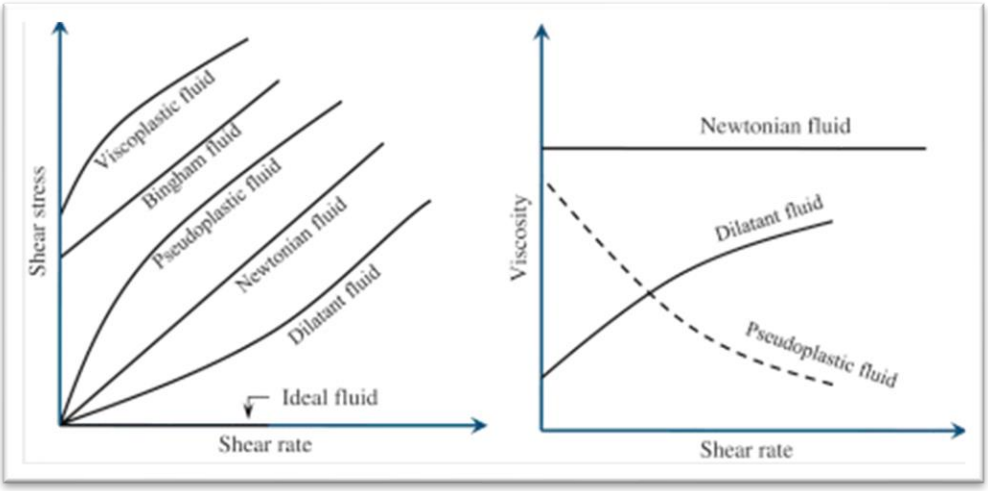


Figur 2.6: linjärt samband mellan skjuvspänning och skjuvhastighet för newtonska vätskor (Ostadfar, 2016)

Bitumen är en av de vätskor som tillhör newtonska vätskor när det befinner i temperatur runt 60°C eller högre och vid mycket låga skjuvhastigheter (Talyor & Airey, 2015).

Icke newtonska vätskor jämfört med newtonska vätskor visar inget linjärt samband mellan skjuvspänning och skjuvhastighet samt har en högre molekylvikt. Viskositeten är inte konstant utan kan antigen bli högre eller lägre vid ökande skjuvhastighet beroende på vilken sort vätska det handlar om. De vätskor som får lägre viskositet vid ökande skjuvhastighet benämns förtunnande eller pseudoplastiska fluider, medan de som får en ökand viskositet vid ökande skjuvhastighet benämns förtjockande eller Dilatant fluider (Subramanian, 2002). Vid tillräckligt höga skjuvhastigheter uppvisar bitumen ett icke newtonsk beteende och benämns som pseudoplastisk fluid (Talyor & Airey, 2015)

I Figur 2.7 illustreras beteendet hos newtonska samt icke newtonska vätskor med de olika grupper av vätskor som ingår i denna grupp av fluider. Även viskoplastiska och Bingham vätskor presenteras för vilka det krävs det ett mycket högre skjuvspänning tillförsel innan de ska börja flöda eller deformeras. Bingham vätskor visar ett linjärt samband d.v.s. att viskositeten är konstant vid ökande skjuvhastighet (Subramanian, 2002).

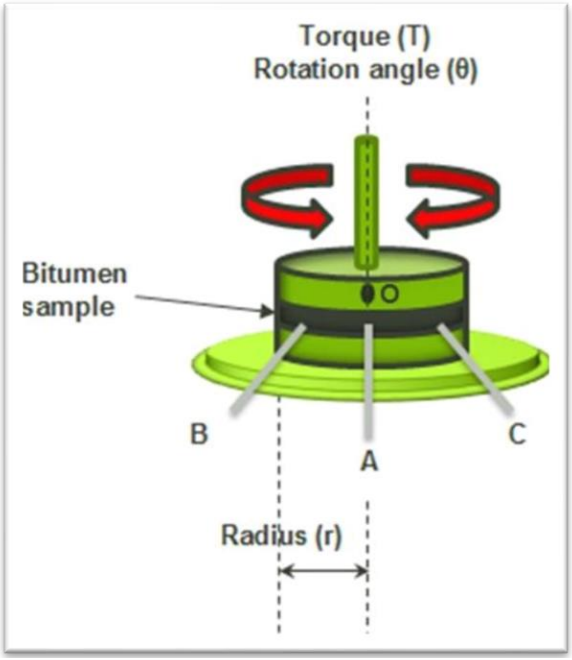


Figur 2.7: Skjuvspänning och viskositeten som funktion av skjuvhastigheten för newtonska samt icke newtonska vätskor (Ostadfar, 2016)

2.5 Dynamisk Skjuvreometer (DSR)

Dynamisk skjuvreometer är en utrustning som mäter reologiska egenskaper hos material och används både på provkroppar som är i vätske- och fasttillstånd. Mätningarna utförs under varierande temperatur och belastningstid som påverkar bitumens styvhet. Resultatet från dessa tester är komplex skjuvmodul (G^*) och fasvinkel (δ) som är viskoelastiska egenskaper (Mukandila, et al., 2015).

2.5.1 Oscillation



Figur 2.8: Principiell uppsättning av DSR vid ett oscillationstest (Mukandila, et al., 2015).

En DSR-maskin har två parallella plattor varav den nedre är fixerad medan den övre (som även kallas för spindel) kan rotera fritt. Mätningarna utförs genom att placera ett bitumenprov mellan plattorna och påföra ett vridmoment som resulterar i en oscillerande spänning eller töjning på provet (se Figur 2.8). När spindelns position ändras (från läge A till läge B, tillbaka till läge A och sedan till läge C) så deformeras provet då det utsätts för skjuvtöjning (γ). Skillnaden mellan den applicerade skjuvspänningen (τ) och den uppmätta skjuvtöjningen (γ) resulterar i en fasvinkel (δ) (Mukandila, et al., 2015).

Idealelastiskt beteende

För material som uppvisar idealelastiskt beteende kan sambandet mellan skjuvspänning (τ(t)) och skjuvtöjning (γ(t)) beskrivas med hjälp av Ekvation 2.4 som baseras på Hookes lag (Mezger, 2014).

$$\tau(t) = G^* \cdot \gamma(t) \tag{2.4}$$

Där:
τ(t) – skjuvspänning [Pa]
G^* – komplex skjuvmodul [Pa]
γ(t) – skjuvtöjning [%]

Komplex skjuvmodul (G^*) är ett mått på ett materials styvhet som har ett konstant värde över tid. Därmed kan Ekvation 4 skrivas om som följande Ekvation 2.5 (Ibid.):

$$G^* = \frac{\tau(t)}{\gamma(t)} = const \tag{2.5}$$

Vid ett oscillationstest varieras skjuvspänningen (τ(t)) över tid på så sätt att den kan uttryckas med hjälp av en sinusfunktion. Detta, tillsammans med fastställande om att kvoten mellan skjuvspänning (τ(t)) och skjuvtöjning (γ(t)) är konstant, medför att skjuvtöjning ($\gamma(t)$) också kan uttryckas som en sinusfunktion med samma frekvens och i fas med skjuvspänningskurvan, se Ekvation 2.6 (Ibid.):

$$\gamma(t) = \gamma_A \cdot \sin(\omega \cdot t) \tag{2.6}$$

Där:
$\gamma(t)$ – sinusformad skjuvtöjningsfunktion
γ_A – skjuvtöjningsamplitud [%]
ω – vinkelfrekvens [rad/s]

Idealvisköst beteende

För material som uppvisar idealvisköst beteende gäller ett samband som baseras på Newtons lag, se Ekvation 2.7:

$$\tau(t) = \eta^* \cdot \dot{\gamma}(t) \tag{2.7}$$

Där:
$\tau(t)$ – skjuvspänning [Pa]

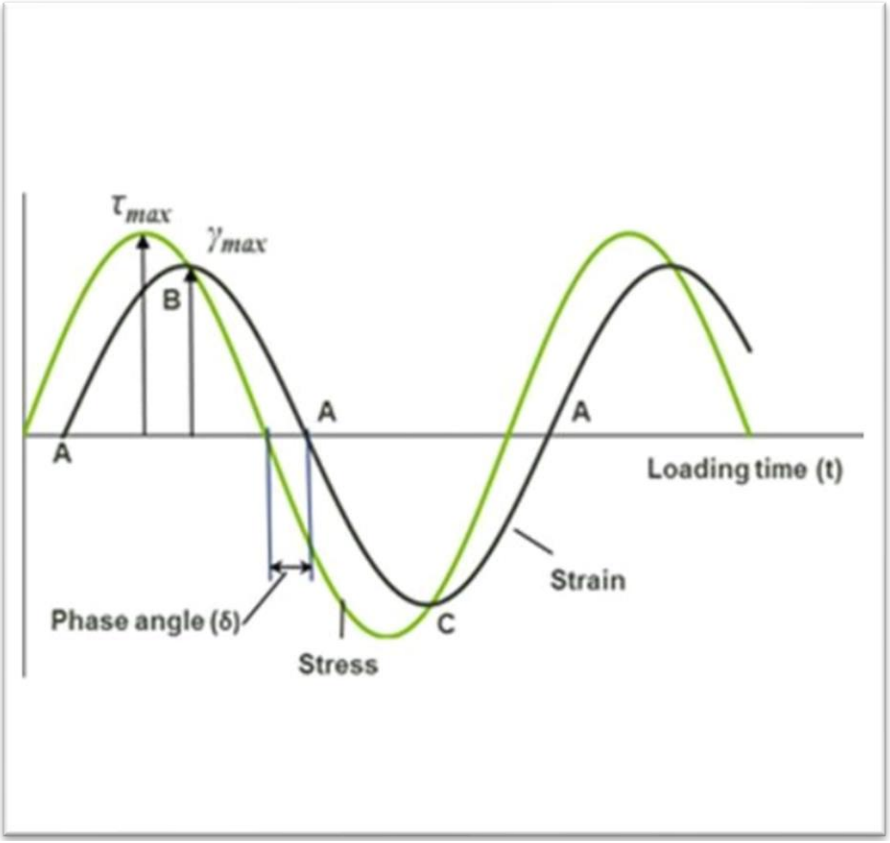
η^* – komplex viskositet [Pa · s]
$\dot{\gamma}(t)$ – skjuvhastighet [%]

Komplex viskositet (η^*) är ett mått på en vätskas flödesmotstånd som har ett konstant värde över tid. Därmed kan Ekvation 2.7 skrivas om som följande Ekvation 2.8 (Ibid.):

$$\eta^* = \frac{\tau(t)}{\dot{\gamma}(t)} = const \tag{2.8}$$

Även här kan skjuvspänningen över tid $\tau(t)$ uttryckas med hjälp av en sinusfunktion vid ett oscillationstest. I det här fallet är det dock skjuvhastigheten ($\dot{\gamma}(t)$) (istället för skjuvtöjningen ($\gamma(t)$)) som ökar när skjuvspänningen ($\tau(t)$) ökar. Resultatet blir att det är skjuvhastighetskurvan ($\dot{\gamma}(t)$) som är i fas med skjuvspänningskurvan ($\tau(t)$). Skjuvtöjningskurvan ($\gamma(t)$) för idealt viskösa material är förskjuten med 90˚ relativt skjuvspänningskurvan ($\tau(t)$) (Ibid.).

Viskoelastiskt beteende



Figur 2.9: Viskoelastiskt beteende med en förskjutning av fasvinkeln. Lägen A, B och C refererar till spindelns läge under ett oscillationstest som har tidigare beskrivits principiellt med hjälp av Figur 2.8 (Mukandila, et al., 2015).

Material som uppvisar både elastiska och viskösa egenskaper har en skjuvtöjningskurva ($\gamma(t)$) som är förskjuten med en fasvinkel δ relativt skjuvspänningskurvan ($\tau(t)$), se Figur 2.9. Fasvinkeln δ varierar mellan 0˚ och 90˚. Material med fasvinkeln nära 0˚ definieras som

elastisk solid medan material med fasvinkeln nära 90˚ definieras som viskösa vätskor. Skjuvtöjning för viskoelastiska material kan uttryckas med hjälp av Ekvation 2.9 (Mezger, 2014).

$$\gamma(t) = \gamma_A \cdot \sin(\omega \cdot t + \delta) \tag{2.9}$$

Där:
$\gamma(t)$ – sinusformad skjuvtöjningsfunktion
γ_A – skjuvtöjningsamplitud [%]
ω – vinkelfrekvens [rad/s]
δ – fasvinkel (0˚ < δ <90˚)

2.5.2 Komplex skjuvmodul och komplex viskositet

Alla prov med viskoelastiska egenskaper som används i ett oscillationstest utsätts för en skjuvkraft och skjuvtöjning. I samband med testet uppstår ett skjuvmotstånd G^* som motverkar den totala deformationen som testet utsätts för. Ekvationen för beräkning av den komplexa skjuvmodulen presenteras i Ekvation 2.10 (Paar, 2021).

$$G^* = \frac{\tau(t)}{\gamma(t)} \tag{2.10}$$

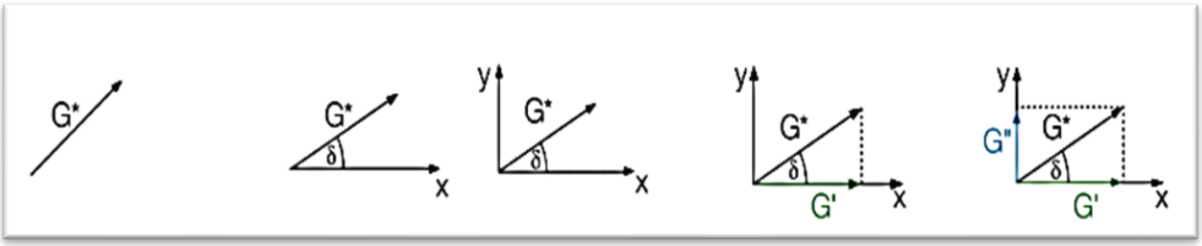
Där:

G^*– skjuvmotstånd [Pa]

τ – skjuvspänning [Pa]

γ – skjuvtöjning i [%]

Paar (2021) visar att den komplexa skjuvmodulen G^* kan beskrivas även med hjälp av en vektor med två komposanter, en på y-axeln och en på x-axeln. Komposanterna är G’ på x-axeln och G’’ på y-axeln. Mellan vektorn G^* och x-axeln finns fasvinkeln δ. Figur 2.10 illustrerar vektorn G^* med ingående komponenter.

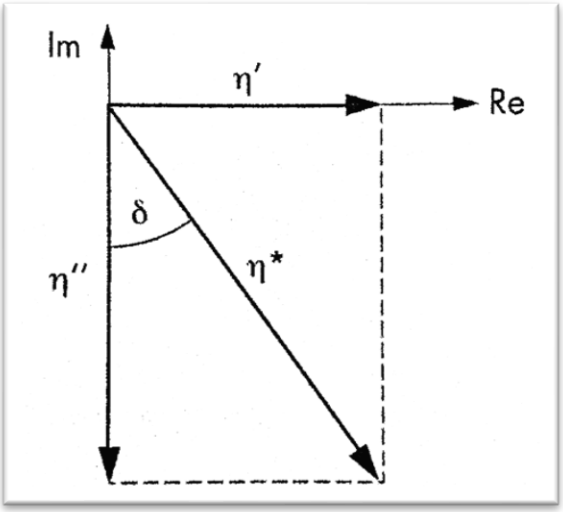


Figur 2.10: Illustration av skjuvmodulen, förlustmodulen, lagringsmodulen och fasvinkeln (Paar, 2021).

Figur 2.10 visar att på x-axeln finns komponenten G’- lagringsmodulen och på y-axeln finns komponenten G’’- förlustmodulen. Mellan skjuvmodulen G^* och lagringsmodulen G’ finns fasvinkeln δ som anger den tiden som det tar från det att skjuvkraften har påförts i provet tills det att töjning har uppstått. Fasvinkeln kan bara växla mellan vinkeln 0˚ och 90˚ (Ibid.).

Med hjälp av fasvinkeln kan provets karaktär bestämmas. Fasvinkeln 0˚ motsvarar ideal elastiskt beteende, medan fasvinkeln 90˚ står för ideal visköst beteende (Talyor och Airey, 2015).

Även komplex viskositet kan beskrivas med två komponenter där η' representerar det viskösa beteendet medan η'' motsvarar elastiskt beteende (se Figur 2.11) (Mezger, 2014).



Figur 2.11: Vektordiagram över komplex viskositet (Mezger, 2014).

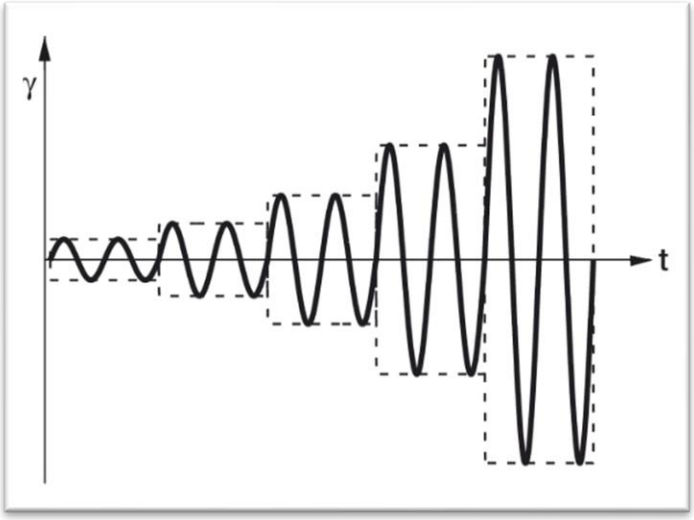
Samband mellan komplex viskositet och komplex skjuvmodul beskrivs av Ekvation 2.11 (Ibid.).

$$|G^*| = \omega \cdot |\eta^*| \tag{2.11}$$

Där
G^* - komplex skjuvmodul [Pa]
ω – vinkelfrekvens [rad/s]
η^* - komplex viskositet [Pa·s]

Den viskösa egenskapen i materialet uppstår på grund av de inre friktioner som uppkommer mellan atomer och molekyler i provet. Det uppstår värme från deformation av provet som omvandlas till värmeenergi som absorberas av provet och kan inte användas vidare utan går förlorat. För den elastiska modulen gäller att energin som uppstår under en körning av ett oscillationstest bevaras i provet och den får materialet att återgå till sin ursprungliga form (Taylor & Airey, 2015).

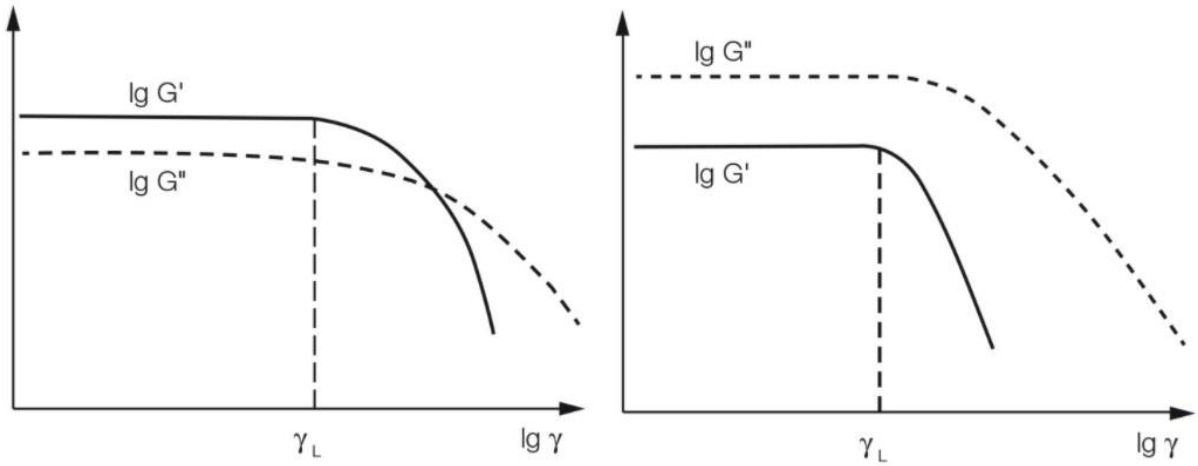
2.5.3 Amplitudsvep



Figur 2.12: Amplitudsvep med varierande skjuvtöjningsamplitud ($\gamma_A(t)$) (Paar, 2021).

Amplitudsvep är en typ av oscillationstest där frekvens och temperatur hålls konstanta medan amplitud är en variabel. Det finns principiellt två olika sätt att genomföra testet på. Skjuvtöjningsamplitud ($\gamma_A(t)$) (som i Figur 2.12) eller skjuvspänningsamplitud ($\tau_A(t)$) kan varieras över tid (Mezger, 2014).

Amplitud-värden bör vara tillräckligt låga för att mätningen ska kunna ske inom materialets linjärviskoelastiska område (LVE-område). Om skjuvtöjningsamplituden är för stor så riskerar provets struktur att förstöras (Paar, 2021).



Figur 2.13: Resultat av amplitudsveptester. Till vänster: G' > G'' inom LVE-området, provet med gel-liknande konsistens eller i fast tillstånd. Till höger: G'' > G' inom LVE-området, provet är i vätsketillstånd (Paar, 2021).

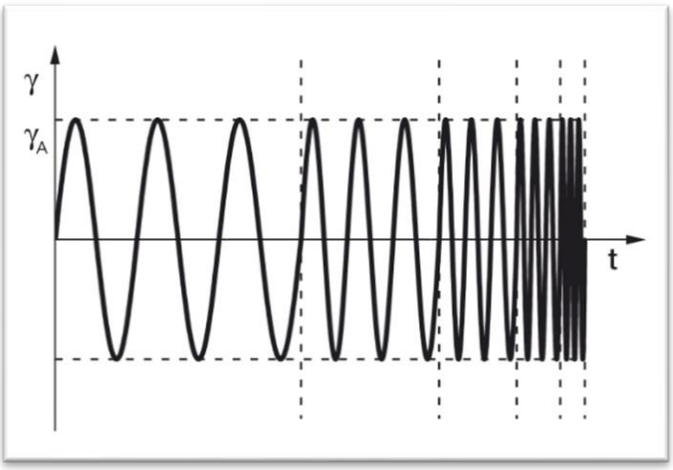
Figur 2.13 visar att inom LVE-området är komplex skjuvmodul (G^* som kan delas upp i två komponenter lagringsmodul G' och förlustmodul G'') konstant under en amplitudsvepmätning. För material som kännetecknas av att ha gel-liknande konsistens eller som är i fast tillstånd gäller att G' > G'' medan för material i vätskefas är G'' > G' inom

LVE-området. Den största tillåtna skjuvtöjningen (γ_L) begränsar det linjär-viskoelastiska området (Ibid.).

Amplitudsveptest används främst i syfte att bestämma ett materials LVE-område. Detta kan göras genom visuell eller manuell avläsning från lagringsmodul-skjuvtöjningskurvan eftersom lagringsmodul G' är den som först visar tendens att avvika från LVE-området. Ett värde för störst tillåtna avvikelse (3 – 10%) för G' väljs och definieras av användaren. Därefter förkastas alla värden som inte uppfyller villkoret (Mezger, 2014).

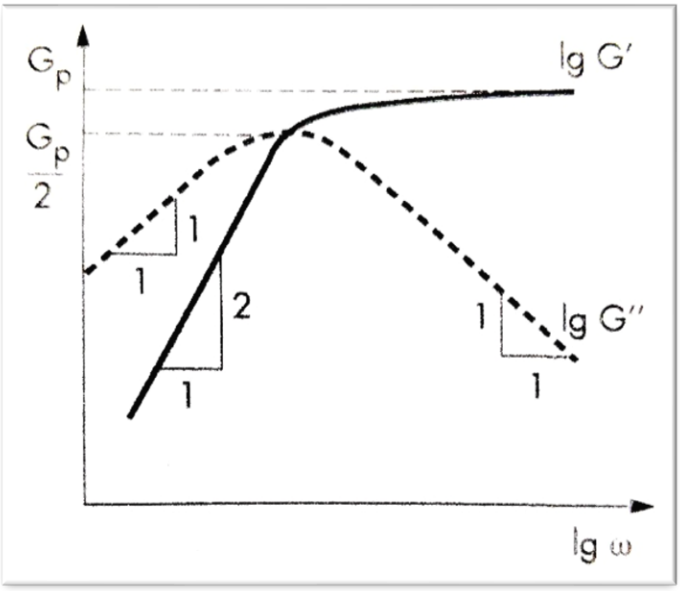
2.5.4 Frekvenssvep

Frekvenssvep är, likt amplitudsvep, ett oscillationstest men i det här fallet är det amplitud som hålls konstant medan frekvens varieras, se Figur 2.14. Temperaturen hålls även här konstant. Resultat av ett frekvenssvepstest påvisar provets tidsberoende deformationsegenskaper inom LVE-området. Det är väsentligt att LVE-området för testat material är känt sedan tidigare eller att amplitudssvepstest utförs före frekvenssvepstestet. De skjuvtöjningarna som väljs får inte utgöra permanenta skador på materialet. Vid testet simulerar låga frekvenser de långsamma rörelserna från trafik under längre tidsperioder medan höga frekvenser ska motsvara snabba rörelser (Paar, 2021b).



Figu 2.14: Frekvenssvep med varierande frekvens och konstant skjuvtöjningsamplitud ($\gamma_A(t)$) (Paar, 2021b).

Figur 2.14 illustrerar principen bakom ett frekvenssvepstest. Vinkelhastighet (ω) används istället för frekvens (f). Komplex skjuvmodul (G^*) är även här uppdelad i två komponenter, G' och G'' men i det här fallet är den inte konstant över LVE-området (se Figur 2.15). Ett frekvenssvepstest utförs under konstant temperatur men det genomförs flera frekvenssvepstester med varierande temperatur i syfte att undersöka ett materials temperaturberoende egenskaper (Mezger, 2014).



Figur 2.15: Resultat för frekvenssvepstest där respektive delar av den komplexa skjuvmodulen redovisas mot vinkelfrekvens (Mezger, 2014).

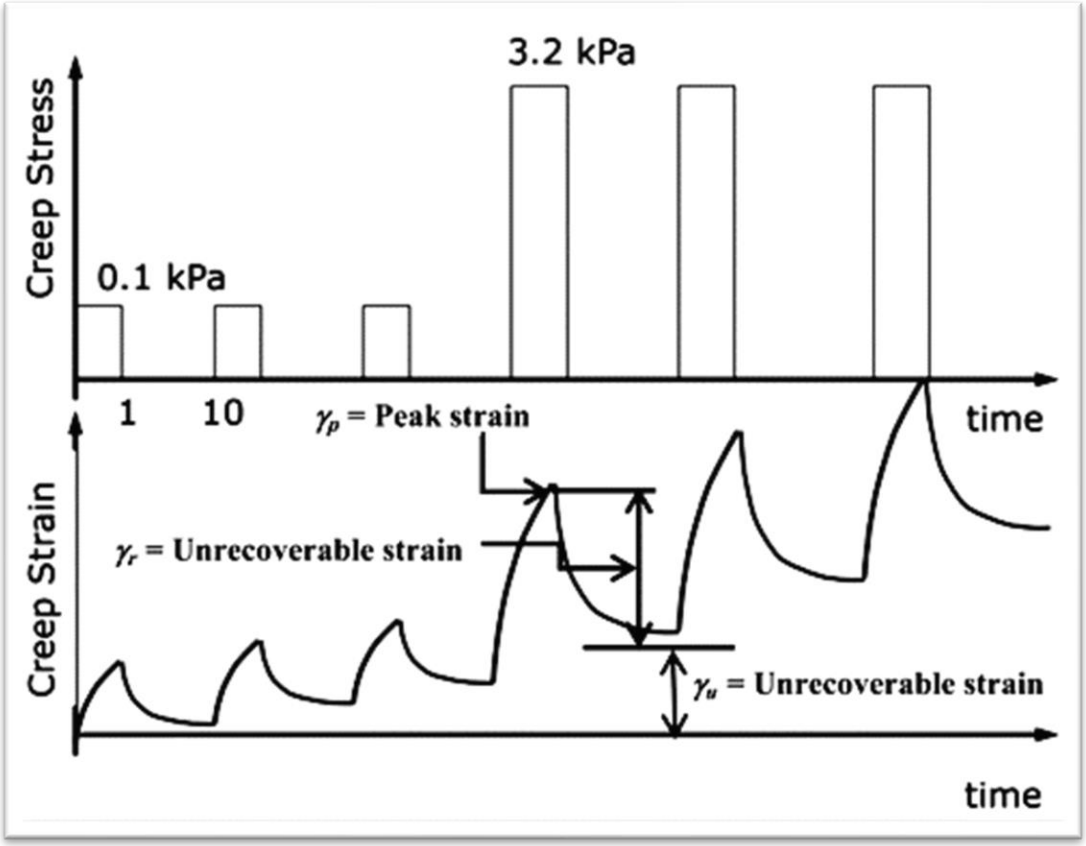
2.5.5 Multiple Stress Creep Recovery Test (MSCR-test)

MSCR är en mätmetod som används för att bedöma den kvarstående deformationen hos bindemedel efter en belastning. Den tidigare använda metoden, Superpaves PG-standard som använde parametrarna $G^*/\sin(\delta)$, hade en bra korrelation med spårbildning i laborationtester men den var begränsad och inte tillräckligt anpassad för alla sorter bindemedel, speciellt för modifierade bindemedel som endast kunde prövas med låga frekvenser (Soenen et al., 2013).

Detta medförde att en ny metod för beräkningar utvecklades, nämligen MSCR-test vilket hade en bättre och noggrannare mätresultat gentemot verklig spårbildning på asfalt. Förutom den egenskapen så finns det även andra egenskaper som kan erhållas med hjälp av MSCR-testet. Mängden polymerer i bindemedel kan identifieras samt polymernars nätverk. Seghet, duklitet och elastisk återhämtning kan också erhållas och på så sätt kan både tid och resurser sparas (Soenen et al., 2013).

MSCR-metoden fungerar genom att bindemedelprov utsätts för en belastning och återhämtning i en DSR-maskin. Belastning som proven utsätts för är 0,1 kPa respektive 3,2 kPa. Först utsätts bindemedlet för belastning på 0,1 kPa under 1 sekund och sedan avlägsnas belastning och provet får återhämta sig under 9 sekunder. Detta upprepas 10 gånger och sedan höjs belastning till 3,2 kPa och metoden upprepas på liknande sätt som för 0.1 kPa (Hossian et al., 2016).

Figur 2.16 illustrerar två serier där två olika belastningar påförs på ett prov och krypning redovisas som funktion av tiden.



Figur 2.16: Krypning som funktion av tiden. Provet har blivit utsatt för belastning i ett MSCR test (Hossain et al., 2016).

Med hjälp av testet utfört i DSR-maskinen kan resultat för parametrar kvarstående deformation J_{nr} och provets återgång R erhållas. Liu et al. (2020) beskriver i en rapport hur de ovan nämnda parametrar kan erhållas med hjälp av töjningar. Kvarstående deformation J_{nr} kan beräknas enligt Ekvation 2.12.

$$J_{nr} = \frac{\varepsilon_C - \varepsilon_0}{\sigma} \tag{2.12}$$

Där:

J_{nr} – *kvarstående deformation [kPa^{-1}]*

ε_C – *maximal töjning [%]*

ε_0 – *elastisk töjning [%]*

σ – *skjuvkraft [kPa]*

Materialets återgång R kan erhållas genom att använda följande Ekvation 2.13.

$$R = \frac{\varepsilon_c - \varepsilon_r}{\varepsilon_c - \varepsilon_0} = const \tag{2.13}$$

Där:

$\varepsilon_c - maximal\ töjning\ [\%]$

$\varepsilon_0 - elastisk\ töjning\ [\%]$

$\varepsilon_\gamma - plastisk\ töjning\ [\%]$

Sambandet mellan parametern J_{nr} och den faktiska spårbildningen har undersökts. Federal Highway Administration och Accelerated Loading Facility genomförde ett fullskaligt försök och resultaten pekar tydligt på att parametern J_{nr} som baseras på MSCR-mätningar ger ett mer korrekt värde som beskriver spårresistensen i verkligheten jämfört med den tidigare använda metoden Superpaves PG-standard ($G^*/\sin(\delta)$) (Federal Highway Administration, 2011).

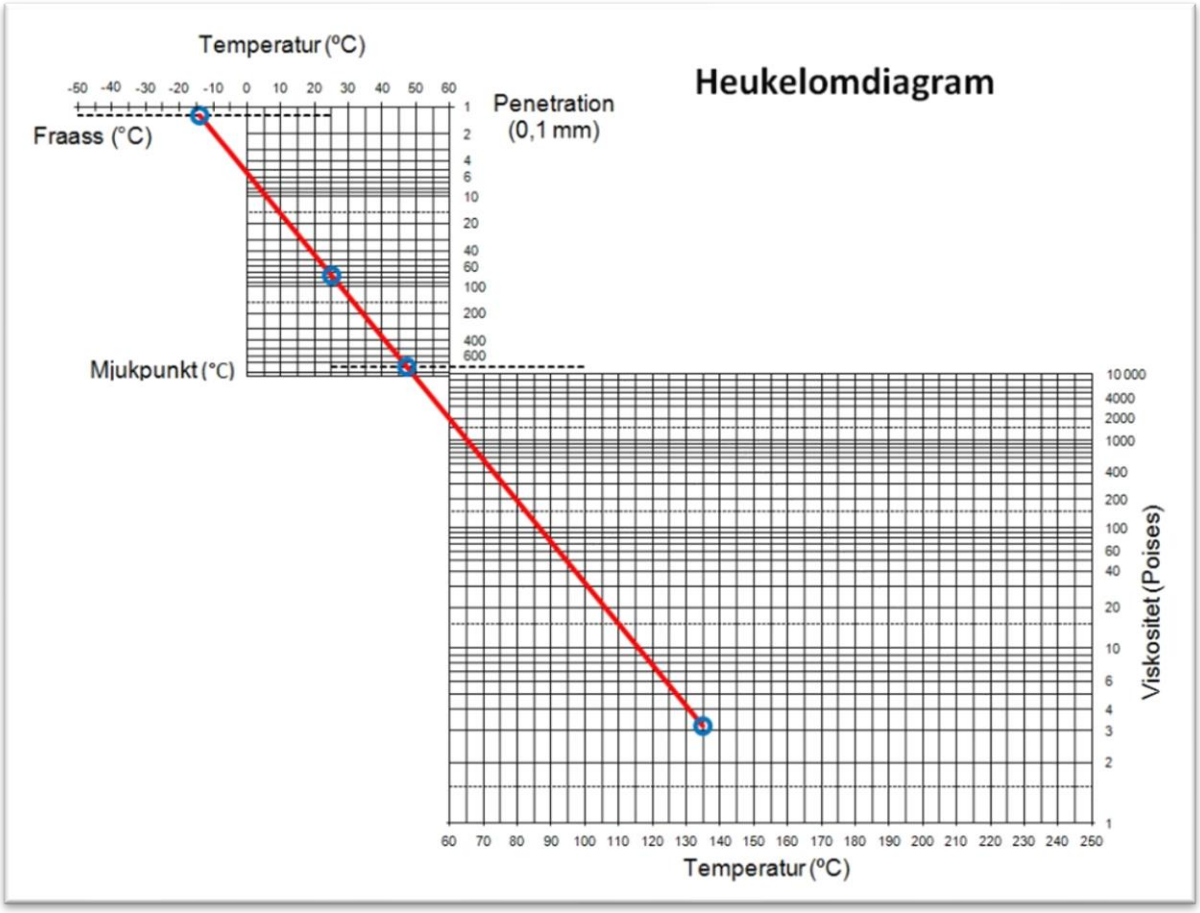
2.6 Rotationsviskosimeter (RVB)

Rotationsviskosimeter av typ Brookfield (RVB) är en utrustning som används för att bestämma viskositet hos fluida material. Den är utformad för att mäta viskositet hos vätskor och pastor i en rad olika industriella tillverkningar av t ex färg, livsmedel, oljor, mediciner och används över hela världen. Bitumenprovet som testas i maskinen värms upp. En metallstav (spindel) placeras i det uppvärmda bitumenprovet och roteras med en bestämd hastighet under en bestämd tid i ett temperaturintervall mellan 120 och 180°C. Bitumen testas vanligvist i temperaturer mellan 135°C och 150°C, men en RVB-maskin har kapacitet att klara temperaturer upp till 180°C (Koenders, 2015).

2.7 Metoder för redovisning av mätdata

2.7.1 Heukeloms BTDC-diagram

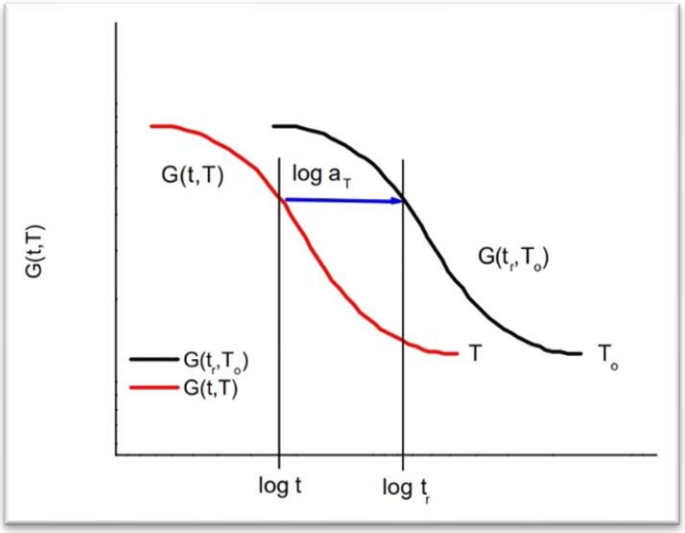
Temperaturegenskaper uppmätta med RVB-maskin kan presenteras på ett BTDC-diagram och interpoleras/extrapoleras för att förutse vilka resultat som andra mätmetoder troligtvis skulle ge. Förkortningen står för Bitumen Test Data Chart och metoden utvecklades av Willem Heukelom under 1970-talet. Presentationstekniken möjliggör att beskriva penetration, mjukpunkt, Fraass brytpunkt och viskositet som funktion av temperatur på samma diagram, se Figur 2.17. De vertikala skalorna för penetration och viskositet är valda så att de placerade intill varandra ger en närmast rät linje mellan uppmätta värden för de olika egenskaperna (Koenders, 2015).



Figur 2.17: Heukelomdiagram för mätresultat från Fraass-test (lågtemperatur), penetration (valfri temperatur), mjukpunkt (kula&ring) och olika mätmetoder för bitumen i flytande tillstånd (dynamisk/absolut viskositet uttryckt i Poise = Pa·s) (Tyllgren, 2021).

2.7.2 Masterkurva

Masterkurva är ett sätt att sammanställa det tisdberoende (uttryckt i frekvens) mätresultatet för ett material vid en konstant referenstemperatur T_0. Såväl temperatur som frekvens är två variabler som påverkar beteendet av ett viskoelastiskt material. Det har påvisats experimentellt att tid och temperatur har ekvivalenta effekter på reologiska egenskaper hos viskoelastiska material. Detta öppnar för möjligheten att interpolera eller extrapolera över ett större spann av frekvenser som annars skulle vara opraktiskt att mäta. Temperaturhöjning ger effekt på de reologiska egenskaperna som är proportionell mot frekvensminskning. En serie av kurvor skapade vid olika temperatur överlappar varandra. På det sättet kan antalet mätserier minimeras då resultaten kan anpassas mot valfri frekvens och referenstemperatur. Processen benämns tid-temperatur-superposition (Franck, u.å.).



Figur 2.18: Experimentell framtagning av skiftfaktorn (a_T) (Franck, u.å).

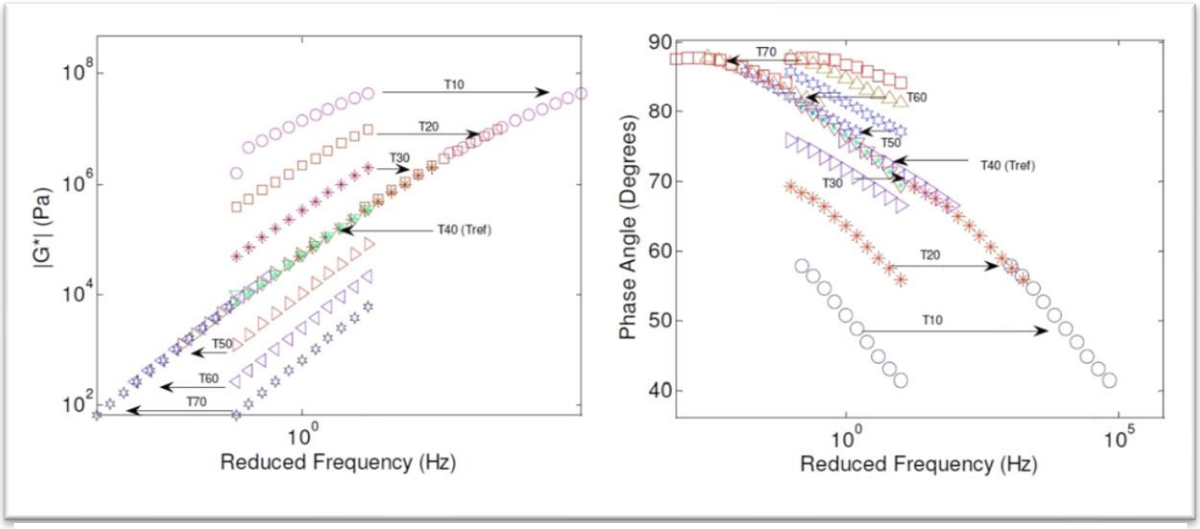
Principen bakom tid-temperatur-superposition presenteras i Figur 2.18 där kurvan förflyttas parallellt med skiftfaktorn a_T längs med den logaritmiska tidsaxeln. Detta kan även uttryckas med hjälp av Ekvation 2.14 (Franck, u.å.):

$$G(t,T) = G(t_r,T_0)\ med\ t_r = {}^{t}/_{a_T(T,T_0)} \tag{2.14}$$

Förflyttningen med a_T-faktorn resulterar i att en mjuk masterkurva bestående av flera mätningar kan skapas. Den utökade tids- eller frekvensskalan benämns som reducerad frekvensskala och definieras enligt Ekvation 2.15 (Taylor & Airey, 2015):

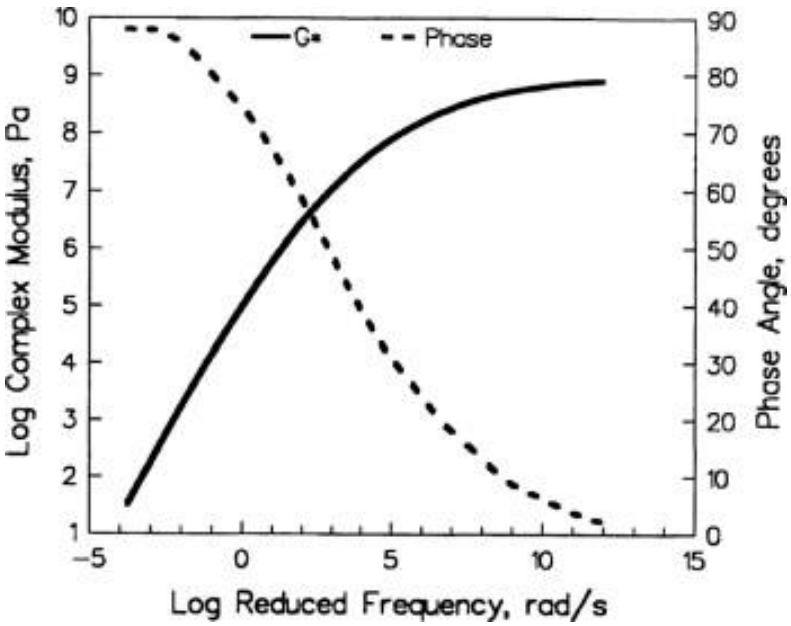
$$\log(f_r) = \log(f) + \log(a_T) \tag{2.15}$$

Där
f_r – reducerad frekvens [Hz]
f – frekvens [Hz]
a_T – skiftfaktor vid temperatur T



Figur 2.19: Framtagande av masterkurva för komplex skjuvmodul (till vänster) och fasvinkel (till höger) (Yusoff, 2012).

Figur 2.19 illustrerar framtagande av masterkurvor enligt superpositionsprincipen som har redovisats teoretiskt i Figur 2.18. Resultatvärden för komplex skjuvmodul respektive fasvinkel förskjuts med en a_T-faktor till en referenstemperatur T_{ref}. De förskjutna värdena bildar en mjuk kurva och får en viss överlappning.



Figur 2.20: Masterkurvor med reducerad frekvens. Den heldragna linjen representerar komplexa skjuvmodulen medan den streckade linjen gäller för fasvinkeln (Yusoff, 2012).

Figur 2.20 är ett exempel på masterkurvor framtagna med superpositionsprincipen. Resultaten för komplexa skjuvmodulen och fasvinkeln kan presenteras på samma graf.

För att skapa en trovärdig masterkurva så krävs det att mätningarna är utförda under åtminstone 4–5 olika temperaturer. Referenstemperaturen bör ligga inom intervallet för de

uppmätta temperaturerna samt motsvara en allmänt förekommande temperatur ute i fält. Intervallet för frekvens ska väljas brett, till exempel 0,1–100 rad/s (Ashish, 2017).

Reducerad frekvens beräknas med hjälp av skiftfaktorn (a_T) vilken i sin tur kan tas fram på två olika sätt. WLF-ekvation fungerar väl för höga samt mellanhöga temperaturer medan Arrhenius ekvation lämpar sig bäst för låga temperaturer (Ashish, 2017).

WLF-ekvation
William, Landel och Ferry (WLF) ekvationen beskriver förhållandet mellan skiftfaktorn och temperatur, se Ekvation 2.16 (Taylor & Airey, 2015):

$$\log(a_T) = \log \frac{n_0(T)}{n_0(T_r)} = -\frac{C_1(T-T_r)}{C_2+(T-T_r)} \tag{2.16}$$

Där
a_T – skiftfaktor vid temepratur T
$n_0(T)$ – Newtonsk viskositet vid temperatur T
$n_0(T_r)$ – Newtonsk viskositet vid referenstemperatur T_r
C_1 & C_2– empiriska konstanter

Referenstemperatur (T_r) kan väljas godtyckligt dock bör sambandet $T - T_r > -20°C$ vara uppfyllt eftersom vid större temperaturskillnader visade sig den beräknade skiftfaktorn vara för stor (Brodnyan et al., 1960). Empiriska konstanter har bestämts av Williams et al., (1955) till C_1 = 8,86 och C_2 = 101,6 för bitumen. Värden på konstanterna C_1 och C_2 varierar dock beroende på bitumensort men de tidigare beräknade värden av Williams kan användas som startvärden innan de specifika värden bestäms med hjälp av WLF-ekvationen samt iterationer (se Kapitel 3.4) (Sheidaei, 2021).

WLF-ekvationen lämpar sig bäst för att beskriva beteende av ett material som befinner sig innan den s.k. glasövergångsregionen (TA Instruments, u.å.). Glasövergångsregionen definieras som det området där komplex skjuvmodul minskar drastiskt (med faktor ~1000) (Mahieux, 2005).

Arrhenius-ekvation
Ett alternativ till WLF-ekvationen är Arrhenius-ekvation som beskrivs enligt Ekvation 2.17 (Taylor & Airey, 2015).

$$\log(a_T) = -\frac{E_a}{2{,}303 \cdot R}\left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_r}\right) \tag{2.17}$$

Där
a_T – skiftfaktor vid temepratur T
E_a – aktiveringsenergi (vanligtvis 250 kJ/mol enligt Taylor & Airey (2015))
R – universella gaskonstanten (8,314 J/K mol)
T – temperatur [K]
T_r – referenstemperatur [K]

Arrhenius-ekvationen lämpar sig bäst för att beskriva materialbeteende i glasövergångsregionen. Den kan även användas till att erhålla aktivitetsenergi som krävs för glasövergången (TA Instruments, u.å.).

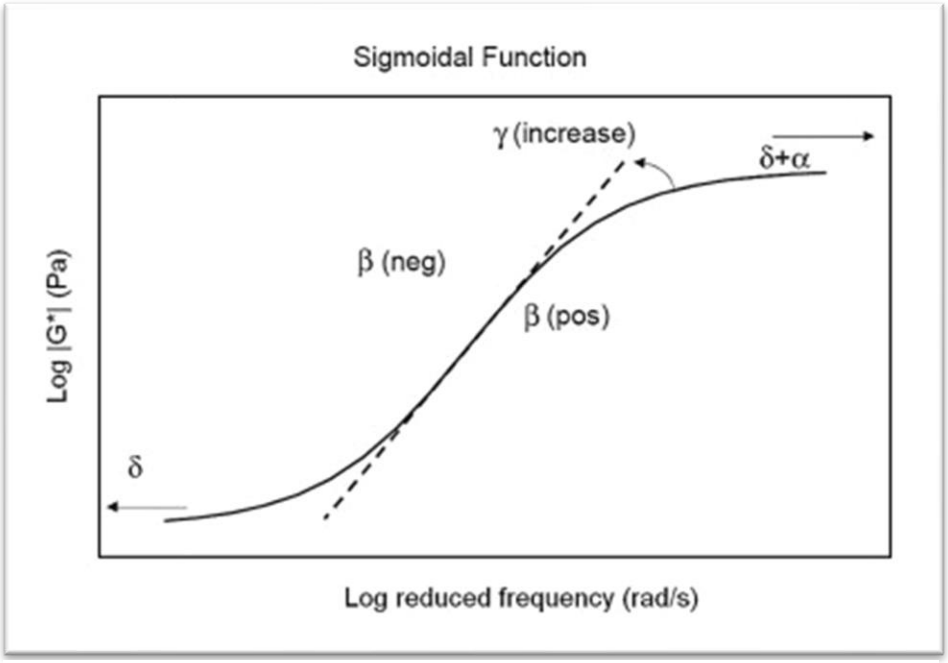
Sigmoidal-modellen
Mätresultaten som har blivit omräknade med hjälp av skiftfaktorn a_T kan interpoleras till en masterkurva. Denna kan sedan användas för att uppskatta värden för de frekvenser som inte hade varit testade (Sheidaei, 2021).

Relationen mellan skjuvmodulen (G^*) och reducerad frekvens kan beskrivas med hjälp av Sigmoidal-modellen som uttrycks matematiskt enligt Ekvation 2.18 (Yusoff, 2012):

$$\log(|G^*|) = v + \frac{\alpha}{1+e^{\beta+\gamma\{\log(\omega)\}}} \tag{2.18}$$

Där

$|G^*|$ – *komplexa skjuvmodulens absolutbelopp*
v – *låga asymptoten*
α – *skillnaden mellan höga och låga asymptoten*
β – *konstant som reglerar läge i sida*
γ – *konstant som reglerar lutning mellan asymptoterna*
ω – *reducerad frekvens*



Figur 2.21: Definition av Sigmoidal-modellen (Yusoff, 2012).

Relationen illustreras i Figur 2.21. Sigmoidal-funktionen används för att beskriva masterkurvan matematiskt och används tillsammans med WLF-ekvationen och Arrhenius-ekvationen. Konstanterna β och γ definierar formen mellan asymptoterna och läget för inflektionspunkten, dvs. punkten där kurvan övergår från att konvex till att ha konkav (eller tvärtom) form. Inflektionspunkten erhålls från Ekvation 2.19 (Ibid.).

$$\omega = 10^{-\beta/\gamma} \tag{2.19}$$

Där
ω – reducerad frekvens
β – konstant som reglerar läge i sida
γ – konstant som reglerar lutning mellan asymptoterna

Den reducerade frekvensen (ω) skall vara densamma som den tidigare beräknade reducerad frekvens (f_r) från Ekvation 2.15 som i sin tur togs fram med hjälp av skiftfaktorn a_T från Ekvation 2.16.

2.7.3 Blackdiagram

Reologiska egenskaper av bitumen kan redovisas i ett blackdiagram där komplexa skjuvmodulens absolutbelopp ($|G^*|$) och fasvinkel (γ) presenteras. För komplexa skjuvmodulen (G^*) och fasvinkel (γ) gäller följande samband enligt Ekvationer 2.20a–c (Yusoff, 2012):

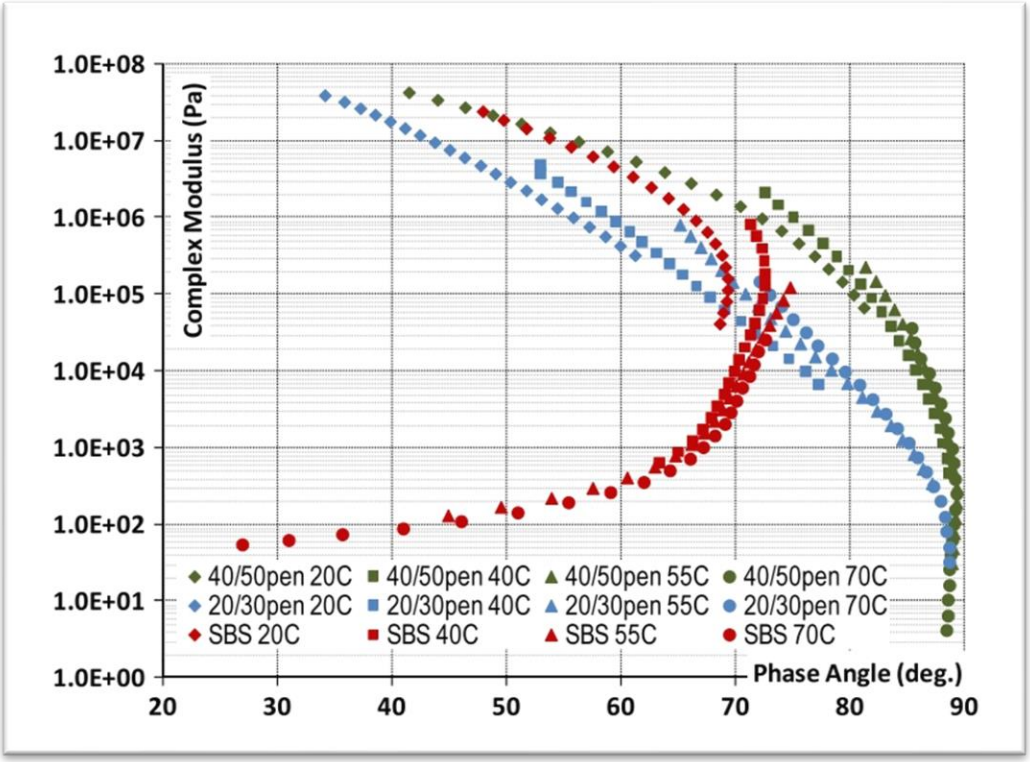
$$|G^*| = \sqrt{G'^2 + G''^2} \tag{2.20a}$$

$$G^* = G' + iG'' \text{ (komplex form)} \tag{2.20b}$$

$$\delta = tan^{-1}(G''/G') \tag{2.20c}$$

Där
$G^* -$ *komplex skjuvmodul [Pa]*
$G' -$ *lagringmodul [Pa]*
$G'' -$ *förlustmodul [Pa]*
$\delta -$ *fasvinkel [rad]*

Frekvens- och temperaturberoendet visas inte i ett blackdiagram vilket tillåter att presentera alla mätresultat utan att behöva genomföra tid-temperatur superpositionering av data. En kontinuerlig, parabelliknande kurva i ett blackdiagram tyder på förekomsten av ekvivalens mellan tid och temperatur, medan avbruten eller osammanhängande kurva indikerar sammanbrott av tid-temperatur-ekvivalensen. Det sistnämnda fenomenet förekommer vid undersökning av bitumenprover med högt vaxinnehåll eller högt polymermodifierad bitumen (Tailor & Airey, 2015).



Figur 2.22: Blackdiagram över resultat av frekvenssvep vid T=20; 40; 55 och 70°C för bitumensorter med respektive penetrationstal 40/50 och 20/30 samt ett polymermodifierat bitumen (Zoorob et al., 2011).

Figur 2.22 är ett exempel på blackdiagram. Komplexa skjuvmodulens värde minskar med ökande fasvinkel för icke-polymermodifierat bitumen. Kurvorna har först parabelliknande form och sedan avtar kraftigt när fasvinkeln (δ) närmar sig 90˚. Detta kan tolkas att styvheten minskar avsevärt när bitumen övergår till vätskeform och viskösa egenskaper dominerar (Zoorob et al., 2011).

Beteendet av polymermodifierade bitumensorter är mer komplext och materialen kan uppvisa olika komplexa skjuvmodul vid samma frekvens. När kurvan vänder inåt och frekvensen minskar så minskar även komplexa skjuvmodulen. Fenomenet beror på att tillsatser, såsom vax eller högt asfaltsinnehåll som finns i polymermodifierade bitumensorter, har egna specifika smältpunkt som påverkar beteendet av prover. Detta kallas för brott mot tid-temperatur-superpositionsprincipen därmed bör enligt Yusoff (2012) en ny term, delvis tid-temperatur-superpositionsprincip, införas.

2.7.4 Parametrar t-hög, t-mellan, t-låg, S(t) och m-värde

Spårresistens t-hög kan bestämmas med hjälp av frekvenssvep eller MSCR-test. Vid användandet av frekvenssveptests resultat väljs ut den högsta temperaturen vid vilken förhållandet mellan komplex skjuvmodul och fasvinkel ($G^*/\sin(\delta)$) är större än 1 kPa (för rent bitumen) eller 2,2 kPa (för bitumen åldrat med RTFOT) och definieras som t-hög. Det andra sättet är att resultat från MSCRT kan användas för att förutse spårbildning. Permanent deformation (J_{nr}) vid en given temperatur erhålls och den högsta temperatur som uppfyller krav kommer att betraktas som t-hög. MSCR metoden har beskrivits närmare i Kapitel 2.5.5 Multiple Stress Creep Recovery Test (MSCR-test) (Taylor & Airey, 2015).

Motstånd mot krackelering bedöms med hjälp av temperatur t-mellan som definieras som den temperaturen vid vilken förhållandet $G^{*} \cdot \sin(\delta) \leq 5$ MPa uppfylls (Xu et al. 2015). Resultaten för t-mellan bör tolkas på så sätt att ju lägre värden erhålls desto kallare klimat kan bindemedlet användas i och ändå klara av kraven på utmattning (Tyllgren, 2021).

Bitumens lågtemperaturegenskaper undersöks lämpligen med hjälp av en bending beam rheometer (BBR) men mätningen kräver mycket provförberedelser samt tid. Undersökningar med en dynamisk skjuvreometer (DSR) är däremot enklare och mindre tidskrävande (Kommidi & Kim, 2020). Det har definierats att t-låg är den temperatur vid vilken ett bindemedel har maximal m-värde m = 0,30 $\frac{\boldsymbol{Mpa}}{°C}$ eller maximal styvhet S(t) = 300 MPa vid belastning (t) under 60 s vid en mätning med BBR (Xu et al. 2015). Då återstår det att hitta ett samband mellan resultat från BBR och DSR-mätningar. Rowe et al. (2014) presenterade ett sätt för omräkning av $G^{*} \cdot \sin(\delta)$ till styvhet S(t), se Figur 2.23.

Förhållandet gäller för DSR-mätningar genomförda med frekvens 0,0167 rad/s. För S(60) = 300 MPa gäller det att G^{*} = 111 MPa enligt Figur 2.23.

Även Anderson et al. (1994) har forskat om samband mellan BBR- och DSR-mätningar. Deras studier har lett till ett samband som beskrivs enligt Ekvation 2.21.

$$S(t) = 3 \cdot G^{*}(\omega)/[1 + 0{,}2 \cdot \sin(2\delta)] \tag{2.21}$$

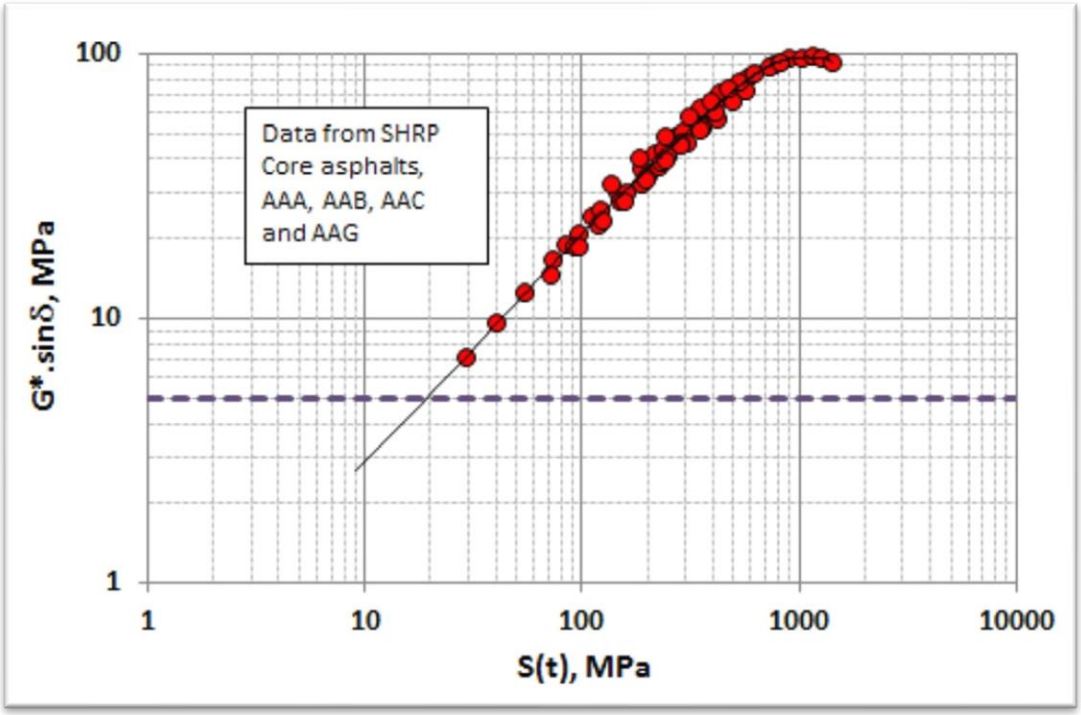
Där

S(t) – styvhet vid tid t [Pa]
$G^{*}(\omega)$ – komplex skjuvmodul vid frekvens ω [Pa]
δ – fasvinkel vid frekvens ω [°]
t – belastningstid, för BBR här 60 s

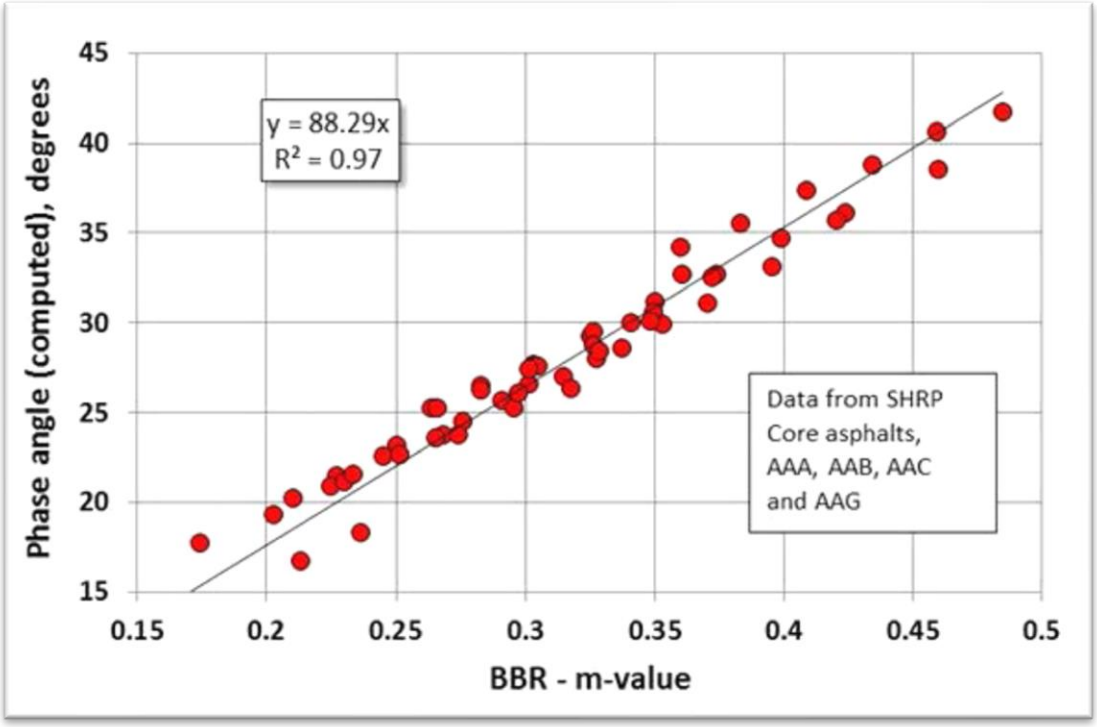
Även här gäller det funna sambandet för frekvens ω = 0,0167 rad/s. Vid låga temperaturer dominerar elastiska egenskaper hos bitumen och de viskösa egenskaperna kan försummas. Materialet kan anses befinna sig i fast form vilket medför att fasvinkeln $\delta \rightarrow 0$ och därmed $\sin(2\delta) \rightarrow 0$. Med detta antagande kan Ekvation 2.21 skrivas om till Ekvation 2.22.

$$S(t) = 3 \cdot G^{*}(\omega) \tag{2.22}$$

Sambandet enligt Ekvation 2.22 användes för att bestämma t-låg under examensarbeten utförda av Aurell (2018) samt Eriksson & Zia (2019).



Figur 2.23: Förhållande mellan $G^{*}\cdot\sin(\delta)$ och S(t) (Rowe et. al., 2014).



Figur 2.24: Förhållande mellan fasvinkel och m-värde (Rowe et al., 2014).

Rowe et. al (2014) undersökte även samband mellan m-värde och fasvinkel uppmätt med DSR, se Figur 2.24. Enligt detta motsvarar värdet för fasvinkel 26,2˚ ett m-värde m = 0,30 $\frac{\boldsymbol{Mpa}}{°C}$. De nämnda värden användes under examensarbeten utförda av Aurell (2018) samt Eriksson & Zia (2019).

Kommidi & Kim (2020) har genomfört mätningar med både BBR och DSR utrustningen i syfte att jämföra resultaten. Data från frekvenssveptest genomfört med DSR användes för att ta fram den tidsberoende krypningen som användes i sin tur för att analytiskt uppskatta böjning över tid som skulle uppstå under ett test med BBR. Testerna visade väldigt lovande resultat som behövde dock förbättras med kalibrering.

2.7.5 Duktilitet

Duktilitet är ett materials förmåga att utstå plastiska deformationer utan att sprickbildning uppstår. Ett bitumenprov med bestämd geometri dras ut vid en given hastighet och temperatur. Den maximala längden som kan uppnås innan brottet sker definieras som bitumens duktilitet (Redelius, 1980).

Temperaturförändringar kan leda till spänningar i bitumen som är en del av en asfaltskropp. Om bindemedlets duktilitet är otillräcklig så ökar risken för sprickbildning som är oberoende av laster som beläggningen utsätts för. Krackelering som uppstår då är en följd av tid och nedkylning. Konsekvensen av de denna sprickbildning kan vara stensläpp eller intrång av ytvatten i vägkroppen. (Anderson et al., 2011).

Glover et al. (2005) påvisade i sina studier att det finns ett samband mellan duktilitet och mätningar utförda med en DSR-maskin. De fann att resultat för duktilitetsmätningar överensstämde väl med DSR-resultaten uttryckta på formen som Ekvation 2.23. Enligt Rowe et al. (2014) kan samma samband uttryckas med hjälp av Ekvation 2.24.

$$Duktilitetet\ [cm] = 0{,}23 \cdot \left(\frac{G\prime}{(\eta\prime/_{G\prime})}\right)^{-0{,}44} \tag{2.23}$$

$$Duktilitetet\ [cm] = 0{,}23 \cdot \left(G^{*}\left(\frac{(\cos\ \delta)^2}{\sin\delta}\right) \cdot 0{,}005\right)^{-0{,}44} \tag{2.24}$$

3 Metod

I detta kapitel redogörs det för innehållet av provblandningar samt tillvägagångssätt vid förberedelse av prover. Utförandet av tester beskrivs och de använda inställningarna specificeras. Till slut redovisas principen bakom framtagandet av masterkurvor och beräkning av parametrarna t-hög, t-mellan, t-låg samt duktilitet. I studien har proverna inte utsatts för åldring. Detta för att möjliggöra att rimliga tidsramar för projektet kan sättas. De beräknade parametrarna kan tolkas i förhållande till varandra och ge indikation på de olika effekterna som tillsatsen av lignin kan möjligen ge. Värdena bör inte betraktas som dimensioneringsvärden på grund av den valda förenklade metodiken.

3.1 Provserier

Tabell 3.1: Sammanställning av testade provserier.

Prov	Ligninhalt [vol%]	Densitet för lignin vid 25°C [g/cm^3]
70/100	0	-
70/100 + Lignin 1	15	1,362
	20	
	25	
70/100 + Lignin 2	15	1,340
	20	
	25	

Ligninhalterna (se Tabell 3.1) bestämdes inte helt i förväg. Blandningen med 15 vol% fungerade som ett första försök för bedömning av hanterbarheten under själva förberedelser som beskrivs närmare i Kapitel 3.2.1. Ligninhalten ökades till 25 vol% och sedan till 35 vol%. Den sistnämnda blandningen förkastades då hanterbarheten bedömdes vara otillräcklig och det uppstod en rök vid ytterligare temperaturhöjning. Till slut valdes det att även tillverka prover med 20 vol% lignin.

3.2 Tillvägagångssätt

Den använda utrustningen är en DSR-maskin av märke Anton Paar MCR 302 (se Figur 3.1). Tre olika tester utförs med DSR-maskinen: frekvenssveptester för prover med diameter 8 mm som benämns PP08, frekvenssveptester för prover med diameter 25 mm som benämns PP25 och MSCR-tester på prover med provdiameter på 25 mm. Experimentet utförs i Lunds tekniska högskola i asfalts laboratorium.

Referensprovet var ett bitumenprov med penetrationstal 70/100 enligt EE-standarden. Samma typ av bitumen användes för provblandningar med lignin. Bitumen blandningar med lignin som ingår i studiet tillverkades med olika halter enligt Tabell 3.1.

Figur 3.1: Dynamisk skjuvreometer av märke Anton Paar modell MCR 302.

3.2.1 Provberedning

Material samt utrustning som behövs för tillverkning av provkroppar är följande:

- Bitumen med penetrationstal 70/100, Lignin 1 och Lignin 2.
- Aluminiumbehållare (se Figur 3.2) och sked för blandning och uppvärmning av bitumen och lignin.
- Ugn för uppvärmning av bitumen och lignin.

- Lödkolv (se Figur 3.3) som används för att hålla bitumen vid hög temperatur och för att kunna fylla silikonformarna.
- Våg (se Figur 3.4) för att erhålla önskad vikt på provkroppar.

Figur 3.2: Aluminiumbehållare med bitumenblandningar.

Figur 3.3: Lödkolv som används för att hålla bitumen varmt vid fyllning av silikonformarna.

Figur 3.4: Våg som används för att erhålla önskad vikt av provkropparna.

Vid tillverkning av provkroppar värmdes först bitumen upp till temperatur 150°C i 60 minuter i en aluminiumbehållare för att erhålla en flytande form. Båda ligninsorterna var i fast tillstånd i rumstemperatur. Lignin 1 var ett grovkornigt material som maldes med stor svårighet genom 0,25 mm-sikten på Reolabbet. Lignin 2 genomgick ingen malning då materialet var väldigt finkornigt med partikelstorlek på ca 0,002 mm enligt leverantören. Det finns inga uppgifter på kornstorleksfördelningen.

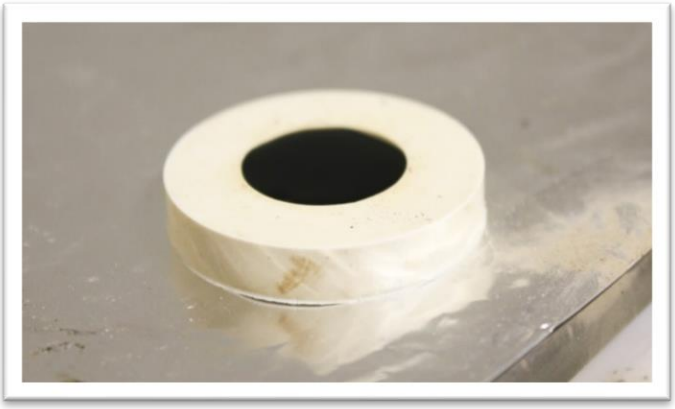
För provkroppar innehållande lignin skedde inblandningen vid olika temperaturer och detta beror på vilket ligninsort som används samt mängden lignin i blandningen. De temperatur som används för respektive ligninsort vid provberedning redovisas i Tabell 3.2. Anledningen till att temperaturen varierade var att visa blandningar krävde högre temperatur för att uppnå en hanterbarhet som tillåter en effektiv provtillverkning.

Tabell 3.2: Uppvärmningstemperaturer för respektive ligninblandningar.

Ligninblandning					
1C	2C	1D	2D	1E	2E
Volymprocent lignin [%]					
15		25		20	
Temperatur [°C]					
150	150	190	175	160	160

Vid inblandning av lignin med bitumen höjdes temperaturen gradvis för undvika för hög temperatur som kan orsaka förbränning av materialet. Bitumen och lignin blandades ihop med sked i aluminiumbehållaren tills en homogen konsistens erhölls.

För att placera blandningen i silikonformarna (se Figur 3.5) användes lödkolven och sked för att hälla bitumenblandningen i silikonformen. Innan detta skedde placerades silikonformen på vågen och nollställdes för att kunna sedan erhålla önskad vikt på provkropparna. Vikten för varje provkropp beräknades i förväg då bitumens och ligninets densitet var kända. Provkropparnas geometri efter trimning skulle vara Ø25 · 1 mm (för PP25) och Ø8 · 2 mm (för PP08) och det var den volymen som utgicks ifrån vid bestämning av vikterna. Silikonformens håll för PP25 har något mindre diameter och större höjd jämfört med provet efter trimning i DSR-maskinen. Anledningen till detta är att underlätta appliceringen. Provet antar de tidigare angivna dimensionerna efter trimningen.



Figur 3.5: Silikonform med färdig provkropp PP25 (Eriksson & Zia, 2019)

När bitumen hade spridit ut sig tillräckligt bra i silikonformen placerades provroparna i kylskåp i temperatur 5°C under minst 2 timmar och upp till en vecka innan mätningar med DSR:n påbörjades.

3.2.2 Applicering av prov

Vid applicering av prov användes det tidigare framtagna rekommendationer som följdes för att de erhållna resultaten från test ska bli noggranna. Speciellt fokus lades vid placering av bitumenproverna på spindel. En felaktig placering av proven skulle kunna leda till att resultaten från test blir felaktiga. Beskrivning för ett rätt utförande hämtas från en manual skriven av Håkansson & Härstedt (2015) samt kompletteras med rekommendationer från

handledaren Tyllgren (2021) och egna observationer. Utförandet beskrivs steg för steg nedan för att underlätta förståelsen:

- DSR-maskinen, kylaren och dataprogrammet RheoCompass startas. Ett av två inställningar på kylaren ska väljas: T2 om frekvenssvep för provkropp PP08 ska genomföras eller T1 om antingen frekvenssvep eller MSCR test ska utföras för provkropp PP25.
- Den underliggande mätplattan monteras på DSR-maskinen, se Figur 3.6 och Figur 3.7.

Figur 3.6: Mättplatta för provkropp PP25 och MCSR-test.

Figur 3.7: Mättplatta för provkropp PP08.

- Knappen *Initialize* i programmet RheoCompass ansluter datorn till DSR-maskinen.
- Spindel (se Figur 3.8 och Figur 3.9) monteras på DSR-maskinen och med hjälp av knappen *Set Zero Gap* sänks spindeln ner till den underliggande mätplattan.

Figur 3.8: Spindel för provkropp PP25 och MSCR test.

Figur 3.9: Spindel för provkropp PP08.

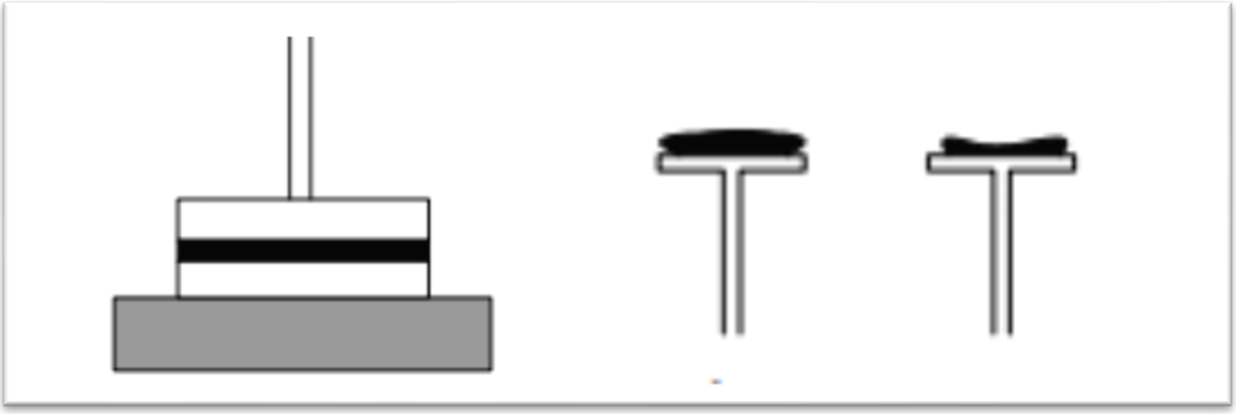
- Värmekåpan sänks ner så att den omsluter spindelhuvudet och den underliggande plattan.

- I RheoCompass höjs temperaturen på värmekåpan till en temperatur som ligger 10°C över den förväntade mjukpunkten för provkroppen. Den temperaturen påverkar inte resultaten och väljs ut i syfte att åstadkomma bra fäste mellan spindeln och provkroppen. Detta initieras med knappen *set value*. 10 minuter temperering rekommenderas innan provet ska sättas på spindeln för att vara säker på att den är uppvärmd.
- Efter ungefär 10 minuter höjs värmekåpan först upp och sedan även spindeln. Provkroppar av bitumen (se Figur 3.10) hämtas ut från kylskåpet. Proverna bör förvaras i kylskåpet fram tills de ska appliceras och inte hämtas ut i förväg för att undvika att det ansamlas kondens på deras yta.
- När spindeln är upphissad och provkroppen finns i närheten av maskinen ska spindeln sedan demonteras igen från maskinen och förbereddas för nästa steg.
- Den underliggande delen av bitumenprovkroppen med slät undersida som finns placerat i silikonformen ska placeras mot spindelns yta. Detta ger en bättre kontakt mellan provkropp och spindel eftersom den delen provet inte är konvex. Den eventuellt konvexa överytan ska sedan delvis tryckas ner mot undre mätplattan, delvis kommer bitumen att rinna ner mot den. Det är viktigt att eftersträva så god kontakt mellan spindeln och provkroppen som möjligt.
- För PP25 behålls trimningstemperaturen som sattes tidigare, dvs 10 °C över den förväntade mjukpunkten för provkroppen. Provkroppen PP08 ska däremot trimmas i lägre temperatur som motsvarar den förväntade mjukpunkten. Detta beror på provets geometri och görs för att undvika att provet rinner ner. Därför ska temperaturen sänkas i det här steget med 10 °C om PP08 appliceras.

Figur 3.10: Bitumenprovkroppar med diameter 8 mm och 25 mm.

- När bitumenprovkroppen har placerats på spindelns yta blir det nästa steget montering av spindeln på DSR maskinen igen. Det är viktigt att spindeln monteras på det sättet att dennes diagonala streck befinner sig i samma nivå med DSR-maskinens streck.
- När spindeln har monterats igen på DSR maskinen ska den sänkas ner igen till den underliggande plattan på DSR maskinen. För PP08 gäller ett initialt gap på 2,3 mm, och för PP25 gäller ett initialt gap på 1,6 mm.

- Nästa steg är att justera höjden för att erhålla en så bra kontakt som möjligt mellan bitumenprovkroppen och den underliggande mätplattan. Det ska inte uppstå utbuktning eller tomrum mellan underliggande mätplatta, spindel och provkroppen. För rätt placering, se Figur 3.11. Snabbare nedsänkning av spindeln underlättar att uppnå en bra kontakt mellan ytorna samt raka väggar för provkroppen. Om justeringen tar för lång tid så uppstår det en risk att bitumen rinner ner. Vid trimningen är det också fördelaktigt att först sänka ner spindeln så lågt att en liten buckla uppstår på provets väggar och sedan höja upp spindeln tills provets väggar blir raka. Detta bör utföras med försiktighet och spindeln får inte sänkas för lågt eftersom då riskerar provet att rinna ut.



Figur 3.11: Rätt placering av provkropp med raka sidor (till vänster) samt fel placering (två figurer till höger) (Bakløk, 2002).

- När rätt trimningshöjd har bestämts är nästa steg att beräkna trimningshöjder för respektive temperaturer för vilka mätningar ska genomföras. Varje temperaturförändring kommer att påverka provets volym och därmed kommer även höjderna att påverkas. Ett Exceldokument framtagen av Per Tyllgren som har använts under tidigare examensarbeten på reologilabbet vid LTH öppnas för beräkning av gaphöjder. Beroende på vilket test som ska genomföras så avläses det motsvarande gaphöjder för de olika testtyperna frekvenssvep PP08, frekvenssvep PP25 eller MSCR test.
- Starttemperaturen samt motsvarande gaphöjd framtagen med hjälp av det tidigare nämnda Exceldokumentet ställs in kontrollpanelen i RheoCompass.
- Provkroppen tempereras i ungefär 10 min och en sista kontroll av provets form genomförs. Förutsatt att provkroppens väggar är raka samt att provkroppen har bra kontakt mellan ytorna kan de resterande höjderna från exceldokumentet fyllas in i RheoCompass. Detta görs under fliken *Mätning → Measurement* och höjderna skrivs in för respektive temperatur. För mätningar med PP08 och temperaturer -10°C, -20°C och -30°C specificeras inga gaphöjder. Istället införs inställningen för normalkraften $F_N = 0$ så att DSR:n får själv anpassa gaphöjderna.
- Testet initieras genom att trycka på knappen *Start* i RheoCompass.

3.3 Utförande av tester

3.3.1 Frekvenssveptest

Frekvenssveptest utförs på PP25 och PP08 provkroppar av referensprovet med bitumen 70/100 samt motsvarande provkroppar av blandningar med bitumen 70/100 och lignin. Mallar för frekvens- samt temperaturintervall som används i denna studie är uppbyggda sedan tidigare studier och används i en ny uppdaterad mjukvara RheoCompass. Frekvenser och amplituder för respektive temperatur som används på alla provkroppar är uppdelad på 10 intervaller mellan 0.1 till 100 rad/s och redovisas i Bilaga 6. Värdena är framtagna av Nynas AB och har påvisats av Andersson & Sulejmani (2014) genom amplitudsveptester på utvalda bitumentyper att befinna sig inom LVE-området. Töjningarna erhållna under studierna var betydligt lägre än de angivna värden vilket ger en bra säkerhetsmarginal för att kunna använda matriserna även för ligninblandningarna (Tyllgren, 2021).

För provkroppar PP25 utförs tester mellan temperatur 20 °C till 80 °C. Första mätningen börjar på temperatur 20 °C vilket är den temperatur då det inte uppträder någon större risk att provet rinner av. Mätserien avslutas med 80 °C. För provkroppar PP08 utförs det första testet i temperatur 30 °C och sedan testas lägre temperaturer. Den sista testade temperaturen är -30 °C som är relativt lågt temperatur och ger en hög styvhet vilket i sin tur skulle kunna leda till att provet går till brott på slutet av mätserien. Anledningen till att provkroppar med två olika dimensioner testas är att säkerställa att proverna inte förstörs. Hade endast provkroppen PP25 används så hade den kunnat gå till brott vid låga temperaturer då det uppstår stora krafter vid frekvenssveptestet. Däremot uteslutande användning av PP08 skulle medföra en risk att provet rinner ner vid höga temperaturer och förlorar kontakten med spindeln (övre mättplattan). Resultaten från båda mätningarna för motsvarande prov bör vara detsamma vid samma temperatur oavsett använd provkropp. Detta bör synas på blackdiagram och en del punkter bör överlappa varandra.

3.3.2 Multiple Stress Creep Recovery Test (MSCRT)

MSCR-testet genomförs i syfte att undersöka materialets högtemperaturegenskaper och spårbildningsresistens. Provkroppar PP25 användes. I Tabell 3.3 redovisas de temperaturer för vilka mätningarna för respektive prov har genomförts. Parametern J_{nr3200}, dvs den kvarstående deformationen vid belastning med 3200 Pa beräknades för respektive temperaturer (se Ekvation 11 i Kapitel 2.5.5) och värdena mellan dessa interpolerades. Den temperatur som uppfyller krav på J_{nr3200} <4 kPa definieras som ‘t-hög MSCR’ i resultatdelen. Temperaturvärdet brukar vanligtvis ligga nära t-hög (senare spårbildning) framtagen från frekvenssveptest men anses vara en noggrannare skattning (Wasage et al., 2011).

Tabell 3.3: Temperaturer för MSCR-test.

Prov	Volymhalt lignin [vol-%]	Undersökta temperaturer [°C]
70/100	0	44 – 52 – 60
Lignin 1 + 70/100	15	50 – 58 – 66
	20	52 – 60 – 68
	25	52 – 60 – 68
Lignin 2 + 70/100	15	48 – 56 – 64
	20	50 – 58 – 66
	25	50 – 58 – 66

Arbetsgången för DSR-maskinen för utförandet av testerna genomfördes enligt metodik från Aurell (2018) som var följande:

1. Stabilisering av temperatur och normalkraft i 15 min.
2. Belastning med 100 Pa under 1 s.
3. Avlastning i 9 s. Steg 2 och 3 repeteras ytterligare 9 gånger innan programmet går vidare till nästa steg.
4. Ny belastning med 3200 Pa under 1 s.
5. Avlastning i 9 s. Steg 4 och 5 repeteras ytterligare 9 gånger innan programmet går vidare till nästa steg.
6. Ny temperatur och omstart av cykeln.

Resultatvärden ‘t-hög MSCR’ förväntas ligga inom de på förhand valda temperaturintervallen. Den bedömningen gjordes tillsammans med experthandledaren Tyllgren (2021) och med hänsyn till tidigare utförda studier samt kvalitativa observationer på materialets konsistens vid provberedningen.

3.4 Framtagning av bedömningsparametrar

3.4.1 Masterkurva

Resultaten av frekvenssveptester för PP08 samt PP25 exporteras till ett tidigare framtaget Exceldokument som fungerar som en mall för beräkningar (Tyllgren, 2021). Mätresultaten räknas om med hjälp av WLF-ekvationen så att de blir förskjutna med en a_T-faktor (se Kapitel 2.7.2). Resultatvärden från RheoCompass för komplex skjuvmodul (G^*) samt fasvinkel (δ) förskjuts till en referenstemperatur T_{ref} = 25 °C och plottas på en graf. Samtidigt ritas ut en kurva enligt Sigmoidalmodellen med initialvärden $\beta = -1$, $\delta = 1$ och $\gamma = 1$ (Yusoff, 2012). Funktionen *Solver/Problemlösaren* används för att genom iterationer hitta värden på konstanterna C_1, C_2, α, β, γ och δ så att kurvan passas in i punkterna och avvikelsen minimeras. För masterkurvan av fasvinkeln bör värdena på α och δ (nedre och övre

asymptoten) sättas till $\alpha = 90^o$ och $\delta = 0^o$. I praktiken innebär detta att fasvinkelns minsta och största värde som kan antas är 0° respektive 90° vilket har definierats i Kapitel 2.5.1 under stycket om viskoelastiskt beteende.

Masterkurvan för viskositet med RVB består av enbart WLF-funktionen men bestäms med samma iterativa förfarande som Sigmoidal-sambandet.

3.4.2 Beräkning av t-hög, t-mellan och t-låg

Resultaten från frekvenssvep PP25 används för att beräkna parametrarna t-hög (spårbildning i nylagt samt senare spårbildning). Det skapas ett diagram med uppmätta värden för $G^*/\sin(\delta)$ för frekvens ω = 10 Hz i de respektive temperatur (från 20°C till 80°C). Värdena för ej uppmätta temperatur interpoleras och temperaturen för vilken $G^*/\sin(\delta)$ = 1 kPa (spårbildning i nylagt) eller 2,2 kPa (senare spårbildning) avläses som t-hög. Parametern t-hög MSCR tas fram genom att interpolera resultaten för de tre uppmätta temperaturen. Den högsta temperatur som klarar av kravet på kvarstående deformation (J_{nr}) vid 3,2 kPa välj ut som t-hög MSCR.

Parametern t-mellan tas fram med hjälp av resultaten för frekvensvep PP08 på liknande sätt som t-hög togs fram ur frekvenssvep. Skillnaden är att det skapas ett diagram med $G^* \cdot \sin(\delta)$ och den efterfrågade temperaturen ska uppfylla villkoret $\leq$ 5 MPa.

Lågtemperaturegenskaper undersöks med hjälp av resultaten från frekvenssvep PP08. Först behöver resultaten extrapoleras till lägre frekvenser än de som har blivit uppmätta. Detta med anledning till att för beräkning av t-låg krävs det värden för frekvens ω = 0,0167 rad/s medan den lägsta uppmätta frekvensen är ω = 0,1 rad/s. Efter omräkningen sker framtagandet av t-låg som uppfyller kravet S(60) $\leq$ 300 MPa som likställs med $\mathbf{3} \cdot \boldsymbol{G}^*(\boldsymbol{\omega}) \leq$ 300 MPa (se Ekvation 22 under Kapitel 2.7.4). Samtidigt hittas det en annan parameter t-låg som uppfyller kravet m $\geq$ 0,30 $\frac{\boldsymbol{Mpa}}{°C}$ och som motsvarar $\delta \geq 26{,}2^\circ$. Det minst gynnsamma utfallet, dvs. det största värdet väljs ut som t-låg.

Parametrarna t-hög och t-låg hade kunnat utvärderas genom att jämföra de mot t-hög = 52 °C respektive t-låg = -22 °C som är aktuella för södra Sverige. Kravet på t-mellan ska uppfylla villkoret t-mellan $\leq$ 19°C vilket motsvarar $\mathbf{52 - 22/2 + 4}$. För att den nämnda dimensioneringen skulle kunna genomföras så krävs det att proverna hade varit åldrade med RTFOT och PAV-metoderna innan de testades (Tyllgren, 2021).

3.4.3 Beräkning av duktilitet

Resultaten från DSR-mätningar används i denna studie för att uppskatta hur duktiliteten varieras beroende på tillsatt mängd lignin. Beräkning sker enligt Ekvation 24 från Kapitel 2.7.5. Förhållandet gäller för mätningar genomförda vid temperatur 15 °C samt frekvens på 0,005 rad/s (Glover et al., 2005). Inga mätningar gjordes vid den nämnda temperaturen och frekvensen men resultaten från andra temperaturer och frekvenser extrapoleras enligt superpositionsprincipen (se Kapitel 2.7.2). Riktigheten av detta förfarande undersöktes av Aurell (2018).

3.4.4 Mjukpunkt

Resultaten från RVB-mätningar avläses direkt eller interpoleras. Utrustningen mäter viskositet vid en given punkt och därför krävs det inga omräkningar förutom interpolering. Mätningen börjar vid temperatur 135 °C och sedan minskar succesivt i några steg tills viskositet som är något högre än 1 300 000 mPa·s uppnås. Programvara Rheocalc, modifierad på LTH av SVC (Svenskt Vägcentrum) och examensarbetare, räknade fram viskositet för respektive temperatur. Temperatur som motsvarar viskositeten på 2280 mPa·s är ett värde som talar om hur mycket bindemedlet behöver värmas upp för att uppnå en godtagbar hanterbarhet. Temperatur vid viskositeten på 1 300 000 mPa·s tolkas som mjukpunkt.

4 Resultat

Examensarbetet ämnar undersöka reologiska egenskaper hos blandningar med bitumen 70/100 och två olika sorter lignin. Rådata från genomförda undersökningar finns bifogade i Bilagor.

Mätningarna utfördes med en dynamisk skjuvreometer (DSR) samt rotationsviskosimeter av typ Brookfield (RVB). DSR-resultaten ger underlag för att undersöka parametrarna som utvärderar materialets spårbildningsresistens, utmattningsresistens och lågtemperaturegenskaper. Proverna hade inte utsatts för åldring och därmed bör de framtagna resultatvärden användas framför allt för att jämföras sinsemellan och inte i ett dimensionerande syfte.

Gällande vilka ligninhalter som kan ge en godtagbar hanterbarhet vid utläggningen av asfaltmassan kan frågeställningen inte besvaras helt med resultaten ur den valda metodiken. Det är dock möjligt att dra slutsatser baserat på erfarenheter från provberedningen samt uppskatta hanterbarheten av de valda ligninblandningarna. Detta utvärderas med hjälp av viskositetsmätningar utförda med rotationsviskosimeter (RVB).

4.1 Mätningar med DSR

I Tabell 4.1 presenteras det en sammanställning över parametrarna t-hög, t-låg, t-mellan samt duktilitet som är resultaten från DSR-mätningar. Förändring av parametrarna ska tolkas på följande sätt. Ökning av parametern t-hög ger förbättrar spårbildningsresistens. Ju lägre ligger parametern t-mellan desto bättre då beläggningen kan motstå utmattningssprickor även i lägre temperaturer. Det ska eftersträvas låga värden för t-låg för att skydda beläggningen mot temperatursprickor. Duktilitet är ännu ett mått på hur bra beläggningen motstår utmattningssprickor genom att tala om hur segt eller sprött materialet är. Höga värden på duktilitet är att föredra.

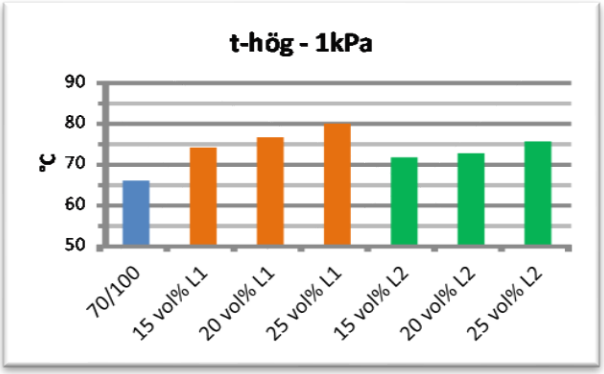
Tabell 4.1: Sammanställning över de framtagna parametrarna. t-hög ur frekvenssvep vid riktvärden 1 kPa och 2,2 kPa, t-hög ur MSCR, t-mellan, t-låg vid S(60) = 300 MPa, duktilitet vid 15 °C.

	t-hög			t-mellan	t-låg	Duktilitet
	Svep		MSCR	Svep	S(60)	
Riktvärden:	1kPa	2,2 kPa	4 kPa^{-1}	5 MPa	300 MPa	15 °C
Prov			°C			cm
70/100	65,7	59,6	58,0	13,6	-18,5	82,2
15 vol% L1	73,8	67,1	67,2	17,6	-16,2	59,2
20 vol% L1	76,3	69,3	74,6	19,9	-14,5	54,5
25 vol% L1	79,7	72,5	87,2	21,3	-14,8	44,1
15 vol% L2	71,4	64,9	63,9	17,5	-15,9	55,9
20 vol% L2	72,4	65,9	65,4	18,3	-14,9	61,3
25 vol% L2	75,3	68,6	68,6	19,7	-15,9	40,1

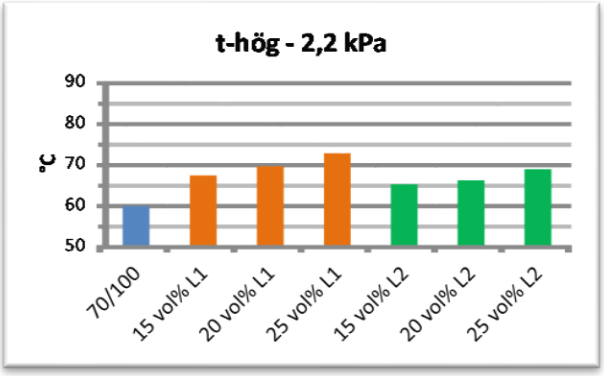
Kommentar
Resultaten från svepmätningar för t-hög utan åldring vid riktvärdet 1 kPa kan direkt utvärderas medan övriga värden bör betraktas som jämförelsevärden. För att kunna använda de övriga värdena vid dimensionering hade det krävts att proverna hade genomgått åldring med RTFOT respektive kombinerad RTFOT och PAV. Resultaten för t-låg bygger genomgående på parametern S(60) = 300 MPa som det minst gynnsamma utfallet jämfört med parametern m = 0,30 $\frac{Mpa}{°C}$. Resultaten från Tabell 4.1 redovisas i form av diagram under kommande delkapitel.

4.1.1 Spårbildningsresistens

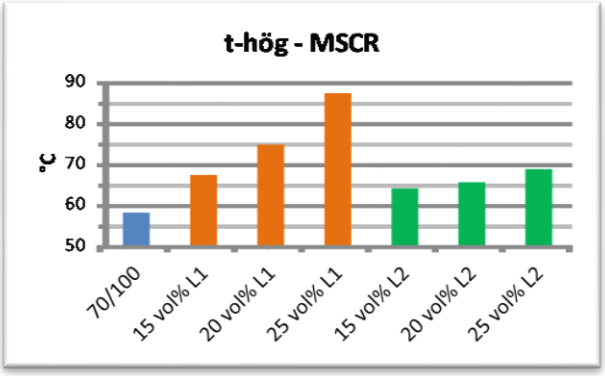
Spårbildningsresistens utvärderas med hjälp av parametern t-hög. I Figur 4.1 presenteras det resultat från frekvenssveptest med DSR för t-hög vid riktvärdet 1 kPa utan åldring. Figur 4.2 visar också resultat för t-hög men vid riktvärdet 2,2 kPa som är tänkt att utvärderas för bindemedel åldrat med RTFOT. De erhållna värden används för att spegla effekterna av tillsatsen av lignin och jämförs med varandra samt mot referensprov med bitumen 70/100. Figur 4.3 sammanställer resultat från MSCR-test utfört med DSR som också utvärderar egenskapen spårbildningsresistens med parametern t-hög.



Figur 4.1: Resultat för t-hög vid riktvärdet 1 kPa från sveptest.



Figur 4.2: Resultat för t-hög vid riktvärdet 2,2 kPa från sveptest.



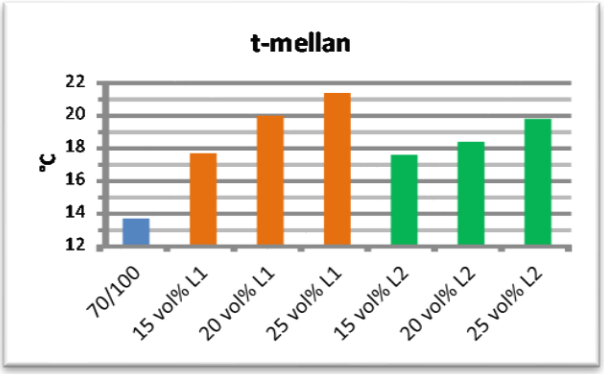
Figur 4.3: Resultat för t-hög från MSCR-mätningar.

Kommentar

Resultaten visar på att t-hög ökar vid ökad tillsats av lignin. Detta pekar mot att tillsatsen av lignin kan förbättra spårbildningsresistensen. Ökningen av t-hög var störst och växte snabbare för Lignin 1. Resultaten på t-hög vid riktvärdet 2,2 kPa sammanfaller väl med resultaten från MSCR-mätningar när det gäller bitumen 70/100 och Lignin 2. Resultaten från MSCR för lignin 1 visar en betydligt starkare utveckling jämfört med resultaten från sveptest vid riktvärdet 2,2 kPa.

4.1.2 Resistens mot utmattningssprickor

Resistens mot utmattningssprickor utvärderas med hjälp av parametern t-mellan. I Figur 4.4 presenteras det resultat från frekvenssveptest med DSR för t-mellan vid riktvärdet 5 MPa utan åldring.



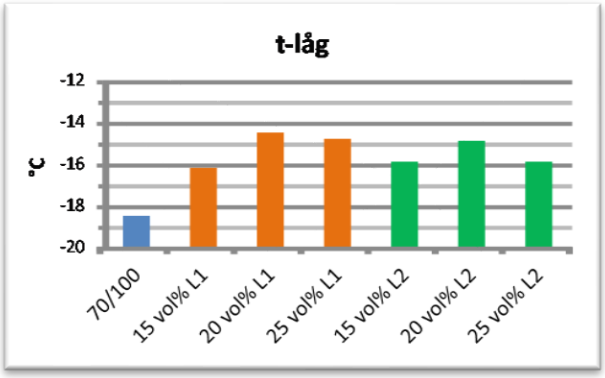
Figur 4.4: Resultat för t-mellan från sveptest.

Kommentar

Resultaten visar på att t-mellan ökar vid ökad tillsats av lignin. Detta pekar mot att tillsats av lignin kan försämra resistensen mot utmattningsskador. Ökningen av t-mellan var störst och växte snabbare för Lignin 1.

4.1.3 Lågtemperaturegenskaper

Resistens mot lågtemperatursprickor utvärderas med hjälp av parametern t-låg. I Figur 4.5 presenteras det resultat från frekvenssveptest med DSR för t-låg vid riktvärdet S(60) = 300 MPa som visade det minst gynnsamma utfallet jämfört med m-värdet. Proverna hade inte genomgått åldring i det här fallet heller.



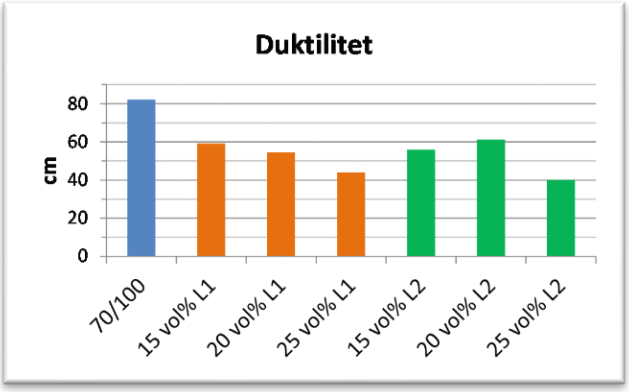
Figur 4.5: Resultat för t-låg från sveptest.

Kommentar

Resultaten visar på att t-låg ökar generellt vid tillsats av lignin. Detta pekar mot att tillsats av lignin kan försämra lågtemperaturegenskaper. Ökningen av t-låg var inte succesiv och vid 25 vol% var den mindre jämfört med 20 vol% för både ligninsorter.

4.1.4 Duktilitet

Förmåga att motstå plastiska deformationer utan att gå till brott, dvs materialets seghet utvärderas med hjälp av parametern duktilitet. I Figur 4.6 presenteras det resultat från frekvenssveptest med DSR för duktilitet vid temperatur 15 °C.



Figur 4.6: Resultat för duktilitet från sveptest.

Kommentar

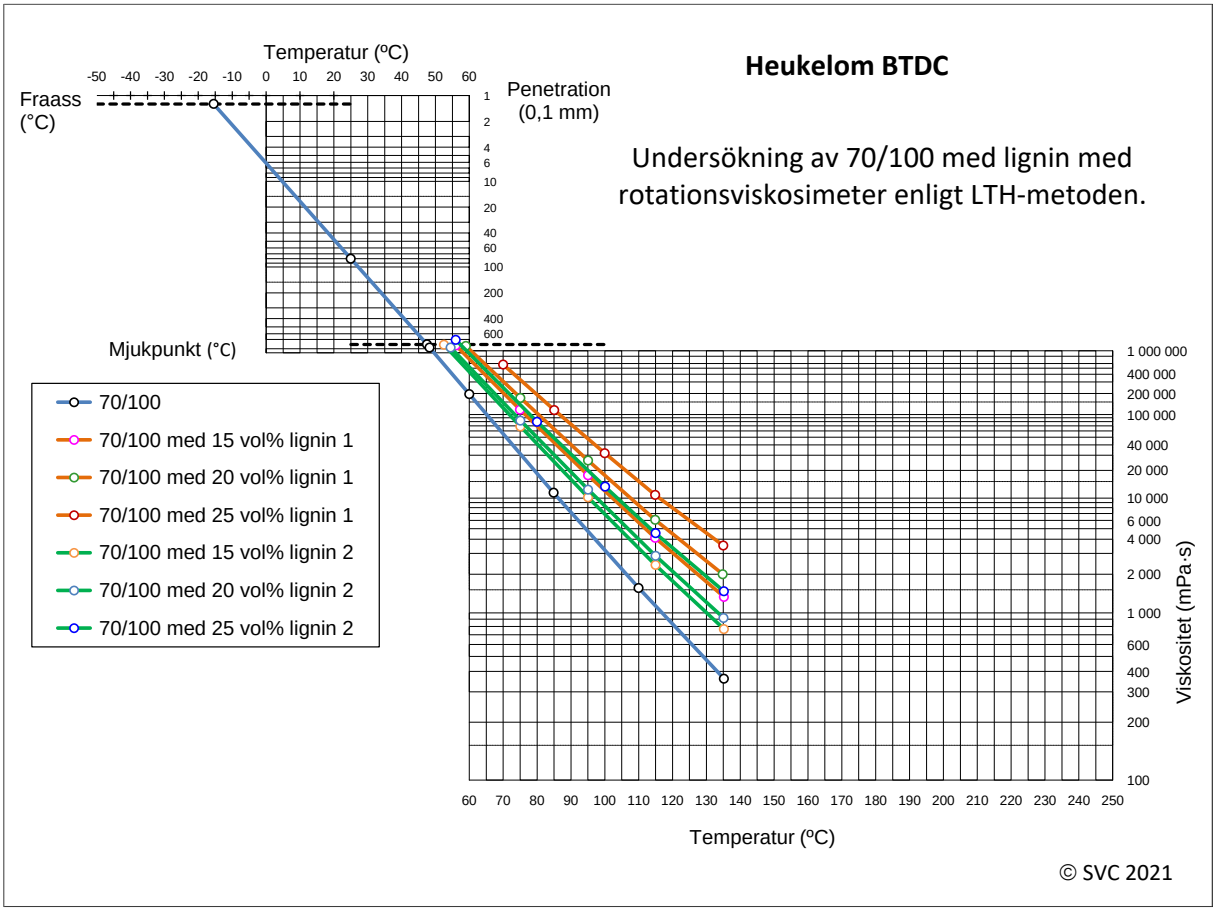
Resultaten visar på att duktiliteten minskar generellt vid tillsats av lignin. Detta pekar mot att tillsats av lignin kan försämra bindemedlets förmåga att motstå påtvingade töjningar utan att brista, dvs materialets seghet. Ligninblandning med 20 vol% lignin 2 avviker och har något högre duktilitet jämfört med motsvarande blandning med 15 vol% lignin 2 och bör betraktas som ett avvikande värde (eng. *outlier*).

4.2 Mätningar med RVB

I Tabell 4.2Tabell presenteras en sammanställning över mjukpunkter och behövliga temperaturer för att uppnå lämplig konsistens i asfaltbruk under blandning, 2280 mPa·s, som resultat från RVB-mätningar. Figur 4.7 är ett Heukelom BTDC-diagram där de uppmätta värden på viskositet presenteras.

Tabell 4.2: Sammanställning över framtagna mjukpunkter samt viskositetsvärden.

	Mjuk-punkt	Temp. vid 2280 mPa·s
Prov	°C	
70/100	47,5	104,5
15 vol% L1	55,7	125,5
20 vol% L1	58,5	132,1
25 vol% L1	63,7	143,8
15 vol% L2	52,4	115,9
20 vol% L2	53,6	118,8
25 vol% L2	57,2	126,7

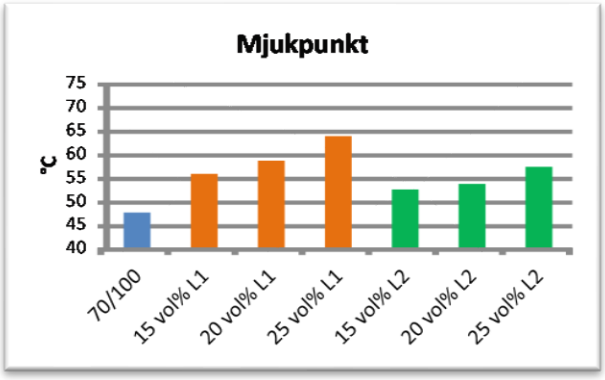


Figur 4.7: Heukelom BTDC-diagram.

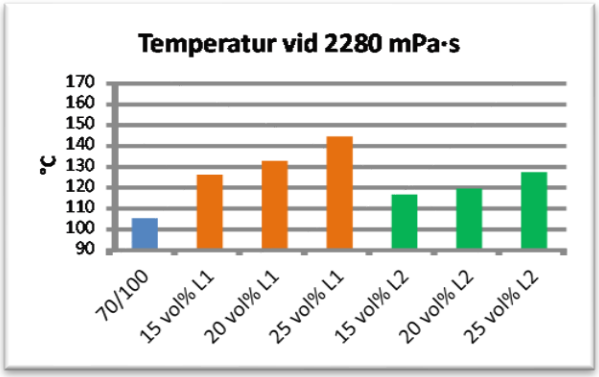
Kommentar
Ett tydligt mönster observerades i Tabell 4.2 när mängden lignin ökades. Figur 4.7 visar att viskositeten ökar med ökad tillsats av lignin. Sambandet gäller för båda ligninsorterna och största ökningen observerades för Lignin 1.

4.2.1 Mjukpunkt och blandningstemperatur

I Figur 4.8 och Figur 4.9 presenteras det resultat för mjukpunkt och temperatur vid 2280 mPa·s från RVB-mätningar för bitumen 70/100 samt respektive blandningar med lignin.



Figur 4.8: Resultat för mjukpunkt från RVB-mätningar.



Figur 4.9: Resultat för temperatur vid viskositeten på 2280 mPa·s från RVB-mätningar.

Kommentar

Resultaten visar på att mjukpunkten samt temperatur som motsvarar viskositet på 2280 mPa·s ökar vid ökad volym-% ligninhalt. Ökningen var succesiv och ökade snabbast för Lignin 1. Detta pekar mot att tillsatsen av lignin kan försämra hanterbarheten av asfaltmassan som blandningen används i samt att högre temperatur krävs under utläggningen.

5 Diskussion och slutsatser

Detta kapitel består av diskussion kring den använda metoden och metodens lämplighet, kritisk granskning av resultat samt slutsatser och rekommendationer för fortsatta studier inom ämnet.

5.1 Metoddiskussion

Metoden för undersökning av bindemedels reologiska egenskaper med DSR- och RVB-utrustning har utvecklats under tid och genomförts under flera examensarbeten på LTH. Applicering och trimning av proverna följde noga hänvisningar framtagna av Håkansson & Härstedt (2015) samt råd från experthandledaren Per Tyllgren som har handlett även flera andra examensarbeten där mätningar med DSR- och/eller RVB-utrustning genomfördes. Mätdatas riktighet säkerställdes genom att jämföra resultaten för referensprovet med bitumen 70/100 i denna samt tidigare studier (Aurell, 2018), (Rosqvist, 2019), (Shukir & Bakalov, 2017).

Metoden valdes innan det var känt om materialet skulle ha fast eller flytande tillstånd i rumstemperatur. Det stod också oklart om Lignin 1 och Lignin 2 hade någon smältpunkt. Med resultaten från RVB-mätningar kan det fastställas om det tillsatta ämnet har smältpunkt som ligger under 135 °C som även är övre gränsen för mätningarna. Resultaten kan inte utesluta att Lignin 1 och Lignin 2 har en smältpunkt som ligger ovanför 135 °C. Erfarenhet från provberedningen tyder dock på att Lignin 2 kan antändas vid 180 °C eftersom ämnet började ryka och glöda.

Inga amplitudssvep valdes att genomföras i denna studie på grund av tidsbegränsningar. Utgångspunkten var antagandet om att de tidigare framtagna av Nynas matriser med amplituder hade en tillräckligt bra säkerhetsmarginal för att proverna i denna studie inte skulle gå till brott. Det kan konstateras att resultaten som avlästes för låga temperaturer talar för att antagandet var korrekt. Fasvinkel minskade succesivt med temperaturminskning och vid -30 °C närmade den sig 0 samt hade en registrerad skjuvmodul på närmare 10^9 MPa. Detta överensstämmer med teorin om att vid låga temperaturer dominerar bitumens elastiska egenskaper och material kan betraktas som en solid. Ett eventuellt brott skulle ge avvikande resultat, dvs en plötslig minskning av skjuvmodul samt ökning av fasvinkel trots temperaturminskning.

Det kan fastställas att även mätningar genomförda med rotationsviskometer (RVB) gav trovärdiga och repeterbara resultat. Viskositeten minskade som förväntat med minskad temperatur. Resultaten för referensprovet med bitumen 70/100 var jämförbara med resultaten från Rosqvist (2019) och Shukir & Bakalov (2017).

5.2 Resultatdiskussion

5.2.1 Mätningar med DSR

Resultaten från DSR-mätningarna har kvalitetsgranskats med hjälp av masterkurvor som finns bifogade i Bilaga 5. Punkterna bildade kontinuerliga kurvor vilket stämmer överens med superpositionsprincipen. Att mätningar under olika temperaturer gav ekvivalenta resultat stärker metodens repeterbarhet. Detta befogar användandet av superpositionsprincipen vid beräkning av parametrarna t-låg och duktilitet som baserar på värden omräknade enligt superpositionsprincipen istället för uppmätta värden.

Blackdiagram från Bilaga 4 bekräftar DSR-mätningarnas överensstämmelse med teorin om superponering. Frekvenssvepen genomfördes med hjälp av två olika mättplattor (PP08 och PP25) som användes till respektive provkroppar. Både provkropparna testades vid två likadana temperaturer 20 °C och 30 °C med samma belastningsfrekvens. Punkterna på blackdiagramen konvergerar mot varandra på de ställen där olika provkroppar användes vid samma temperatur och belastningsfrekvens.

Egna resultat från DSR-mätningar på bitumen 70/100 samt blandningar med bitumen 70/100 och respektive sorter lignin med 25 vol% kompletterades med resultat från Aurell (2018) för blandning av bitumen 70/100 och granitfiller med 25 vol%. Valet att jämföra Lignin 1 och Lignin 2 med granitfiller gjordes efter att resultaten blev sammanställda och det söktes efter ämnen med liknande utveckling av de undersökta parametrarna. Granitfiller valdes då den visade stor överlappning med Lignin 2 för de flesta parametrar. Sammanställningen presenteras i Tabell 5.1 samt Figurer 5.1a – 5.1f.

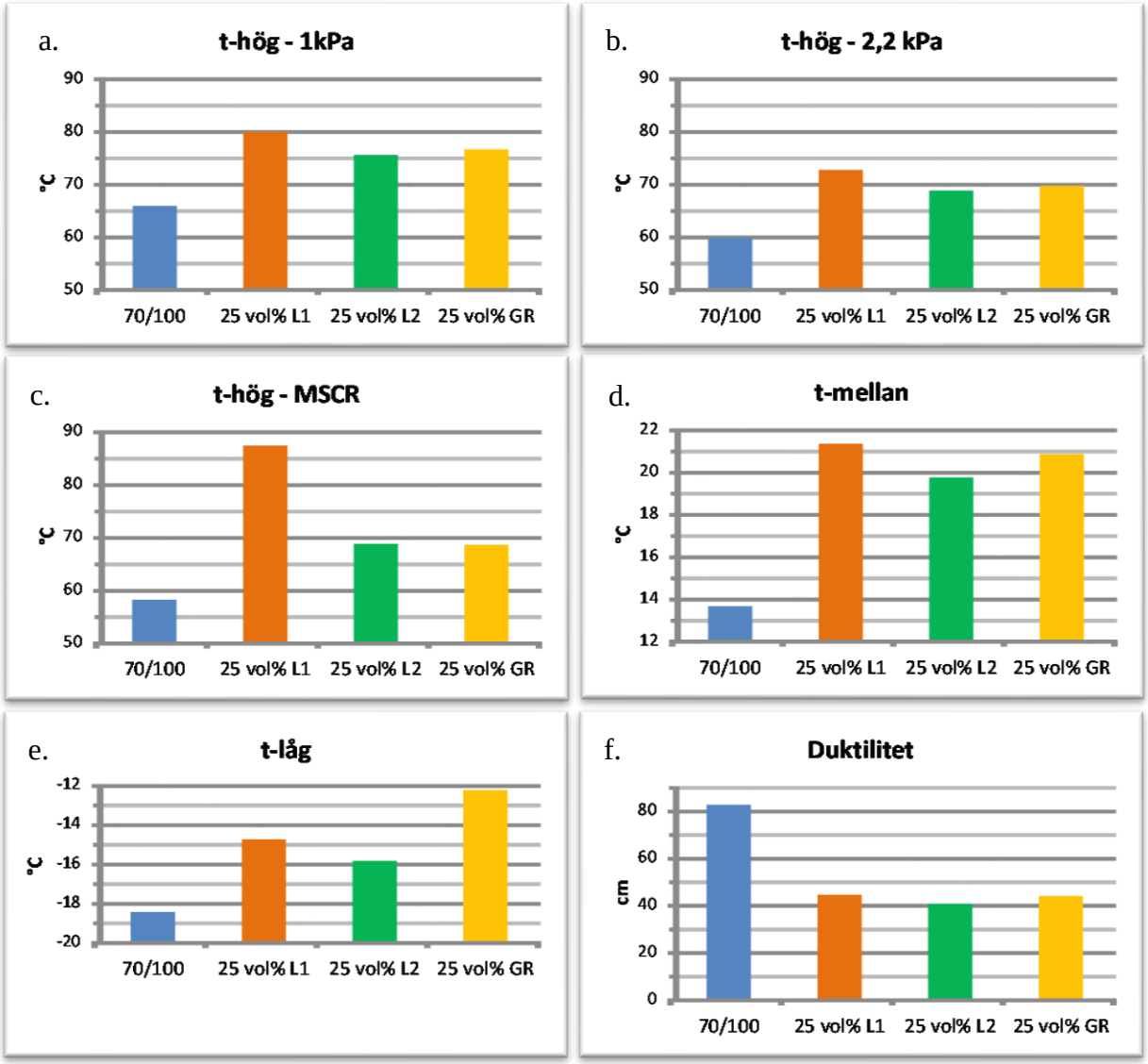
Anledningen till användandet av resultat från Aurells examensarbete med iblandning av granitfiller är för att kunna se vilka likheter det finns mellan lignin och granitfiller vid inblandning med bitumen. Genom att jämföra parametrarna t-hög, t-mellan och t-låg från resultat för granitfillerinblandning med dem från lignin kan slutsatser dras om ligninets karaktär. Detta ger en indikation på huruvida Lignin 1 och Lignin 2 skulle kunna anses vara bitumenersättare eller om de bör betraktas som filler om de ger bitumen liknande förändring av egenskaper som inblandning av filler.

Tabell 5.1: Sammanställning över de framtagna parametrarna. t-hög ur frekvenssvep vid riktvärden 1 kPa och 2,2 kPa, t-hög ur MSCR, t-mellan, t-låg vid S(60) = 300 MPa, duktilitet vid 15 °C. Resultaten för 25 vol% GR (granitfiller) hämtade ur Aurells (2018) arbete.

	t-hög			t-mellan	t-låg	Duktilitet
	Svep		MSCR	Svep	S(60)	
Riktvärden:	1kPa	2,2 kPa	4 kPa^{-1}	5 MPa	300 MPa	15 °C
Prov			°C			cm
70/100	65,7	59,6	58,0	13,6	-18,5	82,2
25 vol% L1	79,7	72,5	87,2	21,3	-14,8	44,1
25 vol% L2	75,3	68,6	68,6	19,7	-15,9	40,1
25 vol% GR	76,4	69,5	68,4	20,8	-12,3	43,5

Kommentar
Resultaten i Tabell 5.1 visar att tillsatsen av lignin ger i stor utsträckning jämförbara resultat som tillsatsen av granitfiller. I båda fallen förbättrades spårbildningsresistensen som

representeras av parametern t-hög medan utmattningsresistensen (t-mellan), lågtemperaturegenskaper (t-låg) och duktilitet försämrades.



Figur 5.1: Resultat för a. t-hög vid riktvärdet 1 kPa ur frekvenssveptest. b. t-hög vid riktvärdet 2,2 kPa ur frekvenssveptest. c. t-hög ur MSCR-test. d. t-mellan. e. t-låg. f. duktilitet. Sammanställning över resultat för referensprov 70/100, lignin 1 med 25 vol%, lignin 2 med 25 vol%. Resultat för granitfiller med 25 vol% hämtat ur Aurells (2018) arbete.

Kommentar

Figur 5.1a – c visar utvecklingen över spårbildningsresistens. För båda ligninsorterna samt för granitfiller ökar parametern t-hög jämfört med referensprovet 70/100. Resultat för lignin 2 uppvisade väldigt likt förändring som resultat för granitfiller. Resultaten för Lignin 1 skiljer sig beroende på den valda testmetoden. MSCR-test visade en väsentligt större ökning för parametern t-hög för Lignin 1 jämfört med frekvenssvep.

Figur 5.1d visar hur utmattningsresistens förändras vid tillsats av lignin eller granitfiller. Parametern t-mellan hade en jämförbar ökning för alla 3 blandningar vilket tyder på att resistens mot utmattningssprickor försämras i liknande grad oavsett vald tillsats. Försämringen var dock störst för Lignin 1.

I Figur 5.1e presenteras det parametern t-låg som beskriver lågtemperaturegenskaper. För båda ligninsorterna samt för granitfiller ökade parametern t-låg vilket tyder på försämrad resistens mot lågtemperatursprickor. Det som utmärkte både Lignin 1 och Lignin 2 var att försämringen var inte lika drastiskt som i fallet med granitfiller.

Figur 5.1f visar förändringen över duktilitet som karakteriserar materialets förmåga att motstå plastiska deformationer, dvs materialets seghet. Resultaten pekar mot att duktiliteten minskar vid tillsats av lignin (gäller både testade sorterna) eller filler. Effekten var jämförbar vilket tyder på att Lignin 1 och Lignin 2 ger liknande materialbeteende som granitfiller när det gäller duktilitet.

5.2.2 Mätningar med RVB

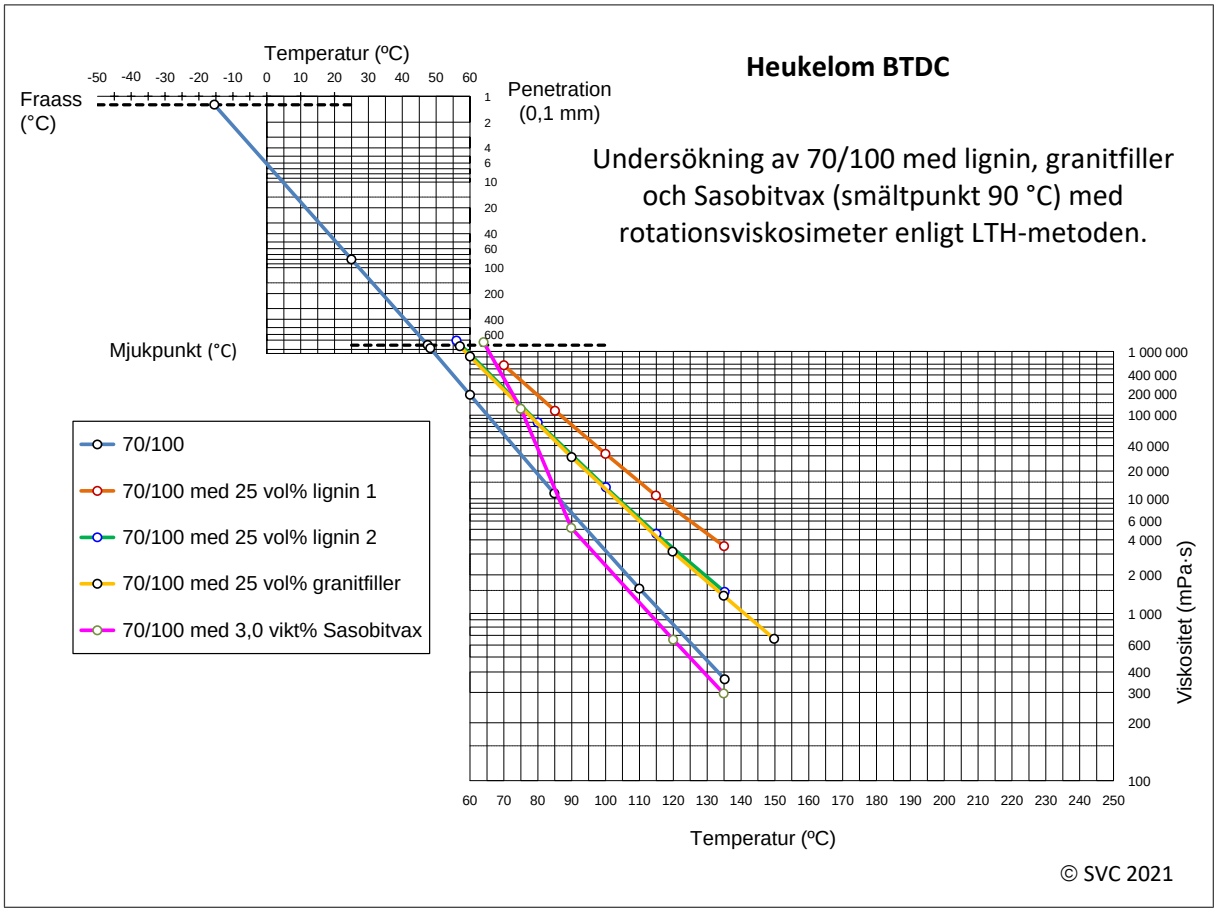
En observation som stärker slutsatsen om att de testade sorterna lignin saknar smältpunkt är att resultaten från RVB-mätningarna presenterade på en Heukelom BTDC-diagram (se Figur 4.7 i Kapitel 4.2) följde en rak linje utan nämnvärda avvikelser. Detta pekar mot att endast bitumens viskositet ökades vid minskad temperatur medan ligninet förblev i fast form. Om lignin hade haft en smältpunkt så skulle resultaten förmodligen visa en avvikelse kring smältpunkten som i fallet med Sasobitvax (se Figur 5.2 i Kapitel 5.2.2).

Egna resultat från RVB-mätningar på bitumen 70/100 samt blandningar med bitumen 70/100 och respektive sorter lignin med 25 vol% kompletterades med resultat från Rosqvist (2019) för blandning av bitumen 70/100 och granitfiller med 25 vol% och resultat från Shukir & Bakalov (2017) för 3,0 vikt% Sasobitvax. Resultaten för Sasobitvax valdes för att visa viskositetsutvecklingen för en blandning med bitumen 70/100 och ett ämne med smältpunkt. Detta för att utesluta att Lignin 1 och Lignin 2 har smältpunkt som ligger under de testade temperaturerna, dvs upp till 135 °C. Sammanställningen presenteras i Tabell 5.2 samt Figurer 5.2 – 5.3.

Tabell 5.2: Sammanställning över framtagna mjukpunkter samt viskositetsvärden. Resultaten för 25 vol% GR (granitfiller) hämtade ur Rosqvists (2019) arbete och resultaten för 3,0 vikt% Sasobitvax hämtade ur Shukir & Bakalov (2017) arbete.

	Mjuk-punkt	Temp. vid 2280 mPa·s
Prov	°C	
70/100	47,5	104,5
25 vol% L1	63,7	143,8
25 vol% L2	57,2	126,7
25 vol% GR	56,6	125,4
3,0 vikt% SA	64,5	98,8

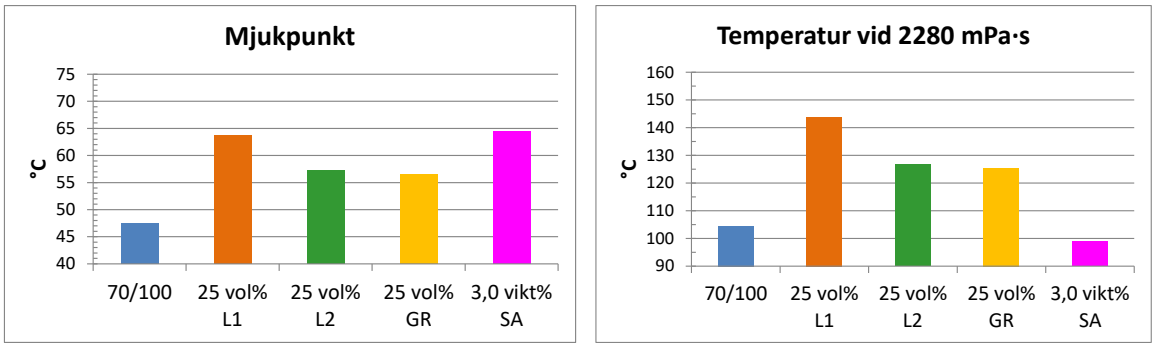
Granitfiller och Sasobitvax från tidigare examensarbeten



Figur 5.2: Heukelom BTDC-diagram. Resultaten för 25 vol% granitfiller hämtade ur Rosqvists (2019) arbete och resultaten för 3,0 vikt% Sasobitvax hämtade ur Shukir & Bakalov (2017) arbete.

Kommentar

Enligt Figur 5.2 uppvisar Lignin 2 med 25 vol% liknande viskositetsförändring mot temperatur som granitfiller med motsvarande volymhalt. Mjukpunktsvärden för Lignin 2 och granitfiller hade även en bra överlappning (se Tabell 5.2). Resultaten för 3,0 vikt% sasobitvax är ett exempel på hur viskositeten för en blandning med ett ämne med smältpunkt varieras. Grafen i Figur 5.2 för sasobitvax ändrar sin lutning vid den temperaturen som ämnet smälter vid. Ingen sådan ändring observerades för Lignin 1 eller Lignin 2.



Figur 5.3: Resultat för: a. mjukpunkt. B. temperatur vid viskositeten på 2280 mPa·s från RVB-mätningar. Resultaten för 25 vol% GR (granitfiller) hämtade ur Rosqvists (2019) arbete och resultaten för 3,0 vikt% Sasobitvax hämtade ur Shukir & Bakalovs (2017) arbete.

Kommentar
Enligt Figur 5.3a uppvisar Lignin 2 med 25 vol% samma mjukpunkt och temperatur vid viskositeten 2280 mPa·s som granitfiller med motsvarande volymhalt. Detta påvisar att hanterbarheten av en asfaltmassa innehållande Lignin 2 skulle ha en jämförbar hanterbarhet som en asfaltmassa med granitfiller. Tillsatsen av Lignin 1 ökade mjukpunkten samt temperatur vid 2280 mPa·s vilket försämrar hanterbarheten ännu mer jämfört med Lignin 2 och granitfiller.

Övrig kommentar

De egenskaper hos bitumen som beskrevs i Kapitel 2.1.3 fyller en rad viktiga funktioner i en beläggning. En lämplig ersättning till bitumen bör också uppvisa viss flexibilitet att återhämta sig efter deformationer samt fungera som smörjmedel vid utläggning och packning av asfaltmassa. De genomförda mätningarna med DSR och RVB gav inget resultat som skulle peka mot att Lignin 1 och Lignin 2 har viskösa egenskaper i sig eller smältpunkt. Likheten mellan effekterna av inblandning av lignin och granitfiller indikerar att lignin snarare bör klassas som filler än som bindemedel. Bristen på uppvisad smältpunkt tyder på att Lignin 1 och Lignin 2 inte skulle fungera som smörjmedel vid utläggning och packning av asfaltmassa.

5.3 Slutsatser

- Inblandning av bitumen med lignin gav förbättrande egenskaper mot spårbildning och försämrade egenskaper för utmattningssprickor och lågtemperatursprickor.
- Ingen smältpunkt kunde observeras från mätningar i RVB-maskin, vilket pekar mot att Lignin 1 och Lignin 2 saknar smältpunkt inom de testade temperaturerna (upp till 135 °C).
- Resultat för Lignin 2 med 25 vol% från DSR-mätningar överlappar resultat för granitfiller med 25 vol% för spårbildningsresistens och utmattningsresistens.
- Fördelen med att använda lignin istället för granitfiller skulle kunna vara att försämringen av lågtemperaturegenskaper blir mindre. Intervallet mellan t-hög och t-låg blir bredare vilket tillåter ett användningsområde inom klimat med större temperaturvariationer.
- Resultat från RVB-mätningar visar att mjukpunkt och viskositet ökar vid ökande vol% lignin i bitumen. Det medför att hanterbarheten av asfaltmassa blir sämre, vilket kräver högre temperatur vid utläggning.
- Studien hittade inga belägg till att Lignin 1 och Lignin 2 har viskösa egenskaper och kan fungera som ett bindemedel i sig. De erhållna resultaten från alla mätningar leder till slutsatsen att inbladning av Lignin 1 och Lignin 2 i bitumen ger liknande egenskaper som inblandning av filler d.v.s. att lignin skulle kunna räknas mer som substitution till filler.

5.4 Fortsatta studier

- DSR- och RVB-mätningar på flera andra biobaserade ämnen som bör dock föregås av undersökningar på huruvida de har smältpunkt, smältornas viskositet samt mätning av deras flampunkt.
- En jämförelse av blandningar med lignin 1 och lignin 2 samt asfaltbruk med olika fillersorter och/eller tillsatser.
- De använda åldringsmetoderna RTFOT och PAV är bara avsedda för destillationsprodukter av typ bitumen. Nya metoder som simulerar framför allt långtidsåldring hos alternativa biobitumen behöver tas fram.
- En mikroskopisk undersökning för att studera hur partiklar i lignin och bitumen agerar vid inblandning. Det hjälper att identifiera om lignin slår ihop till gemensam vätska med bitumen.

6 Referenser

Agardh, S. & Parhamifar, E. (2014) Vägbyggnad. Stockholm: Liber AB.

Anderson, D. A., Christensen, D. W., Bahia, H. U., Dongre, R., Sharma, M. G., Antle, C. E., & Button, J. (1994). Binder characterization and evaluation, volume 3: Physical characterization. Strategic Highway Research Program, National Research Council, Report No. SHRP-A-369.

Anderson, R.M., King, G.N., Hanson, D I., & Blankenship, P. B. (2011). Evaluation of the relationship between asphalt binder properties and non-load related cracking. Journal of the Association of Asphalt Paving Technologists, 80.

Andersson, C. & Sulejmani, P. (2014) Undersökning av bitumen från asfalt med Dynamisk Skjuvreometer, DSR – Utveckling av mätteknik och jämförande bitumenstudier. Lund, Lunds universitet, LTH, Institutionen för Teknik och samhälle. Trafik och väg 2014. Thesis. 251.

Asfaltskolan (2020). ”Asfaltteknik”. Asfaltboken. Asfaltskolan. (Elektronisk) Tillgänglig: <https://asfaltskolan.se/asfaltteknik/> (2021-01-19).

Ashish, P. (2017). Research Gate. Questions. “How do you develop master curves for dynamic shear rheometer testing results?”. (Elektronisk) Tillgänglig: https://www.researchgate.net/post/How_do_you_develop_master_curves_for_dynamic_shear_rheometer_testing_results (2021-02-25).

Aurell, O. (2018), ”Undersökning av asfaltbruk med olika fillersorter.” Lund, Lunds universitet, LTH, Institutionen för Teknik och samhälle. Trafik och väg 2018. Thesis. 324.

Bakløkk, Leif, Randi Skoglund, Björn Kalman & Petri Peltonen (2002). “Superpave test methods for asphalt - Procedure for DSR testing”. I: Nordtest Report 1.

Brodnyan, J.G. & Gaskins F.H. & Philippoff, W. & Thelen, E. (1960) “The rheology of asphalt. III”. Dynamic mechanical properties of asphalt. Transactions of the Society of Rheology 4: 279–296.

Eriksson, E. & Zia, D., ”Undersökning av asfaltsbruk modifierat med polymerer och fibrer.” Lund, Lunds universitet, LTH, Institutionen för Teknik och samhälle. Trafik och väg 2019. Thesis. 339.

Eurobitume (2021). Testing. (Elektronisk) Tillgänglig: <https://www.eurobitume.eu/technical/testing/> (2021-02-15).

European Asphalt Pavement Association (2019). Asphalt in figures 2019. (Elektronisk) Tillgänglig: < https://eapa.org/wp-content/uploads/2020/12/Asphalt-in-figures_2019.pdf> (2021-03-03).

Federal Highway Administration (2011). ”The Multiple Stress Creep Recovery (MSCR) Procedure”. (Elektronisk) Tillgänglig: <https://www.fhwa.dot.gov/pavement/materials/pubs/hif11038/hif11038.pdf> (2021-02-17).

Fossilfritt Sverige (2021). Färdplan för fossilfri konkurrenskraft. Sammanfattningar 2018 – 2020. (Elektronisk) Tillgänglig: <https://fossilfrittsverige.se/wp-content/uploads/2020/10/ffs_sammanfattning2020.pdf> (2021-02-17).

Franck, (u.å.) A.J. Generating Mastercurves. TA Instruments. (Elektronisk) Tillgänglig: <http://www.tainstruments.com/pdf/literature/AAN005e_Generating_Mastercurves.pdf> (2021-02-16).

Glover, C.J., Davison, R.R., Domke, C.H., Ruan, Y., Juristyarini, P., Knorr, D.B., & Jung, S.H. (2005). Development of a new method for assessing asphalt binder durability with field validation. Texas Dept Transport, 1872.

Heyden, S. Dahlblom, O. Olsson & A. Sandberg, G. (2017). “Introduktion till strukturmekaniken”. Stockholm: Studentlitteratur AB.

Hossain, Z. Hobson, K & Ghosh, D. (2016). “Use of the Multiple Stress Creep Recovery (MSCR) Test Method to Characterize Polymer-Modified Asphalt Binders”. (Elektronisk) Tillgänglig: <https://www.researchgate.net/publication/282522397_Use_of_the_Multiple_Stress_Creep_Recovery_MSCR_Test_Method_to_Characterize_Polymer-Modified_Asphalt_Binders> (2021-02-12)

Höbeda, P. (1994) ”Inverkan av filler på egenskaper hos asfaltbetong”. VTI meddelande Nr 739 * 1994. Väg- och transportforskningsinstitutet. (Elektronisk) Tillgänglig: <http://www.diva-portal.org/smash/get/diva2:672224/FULLTEXT01.pdf > (2021-01-21).

Höbeda, P. & Bern, R., (2001) ”Stenmaterial”. Asfaltboken. Asfaltskolan. (Elektronisk) Tillgänglig: <http://www.asfaltboken.se/stenmaterial/> (2021-01-19).

Katahira, R. Elder, J, TH. & Beckham, T, G. (2018). "A Brief Introduction to Lignin Structure''. (Elektronisk) Tillgänglig: <https://pubs-rsc-org.ludwig.lub.lu.se/en/content/chapterpdf/2018/9781788010351-00001?isbn=978-1-78262-554-4&sercode=bk> (2021-02-18).

Koenders, B. (2015) "Routine testing and mechanical properties of bitumens". The Shell Bitumen Handbook, Sixth edition. London: ICE Publishing.

Kommidi, S. R. & Kim, Y.-R. (2020). "Dynamic shear rheometer testing and mechanistic conversion to predict bending beam rheometer low temperature behavior of bituminous binder." Construction and Building Materials 267 (2021) 120563.

Lima, B, R. Raza, R. Lindström, E, M. & Zhu, B. (2013). "Direct lignin fuel cell power generation". RSC Adv. (2013) 3/15.

Liu, H Zeiada, W Al-khateeb, G.G Shanableh, A & Samarai, M. (2020). "Use of the multiple stress creep recovery (MSCR) test to characterize the rutting potential of asphalt binders". Construction and Building Materials 269 (2021) 121320.

Mahieux, C. A. (2005). Environmental Degradation of Industrial Composites. Oxford. Elsevier Ltd. (Elektronisk) Tillgänglig: <https://www.sciencedirect.com/book/9781856174473/environmental-degradation-of-industrial-composites#book-description> (2021-03-31).

McCarthy, J.L. & Islam, A. (1999). "Lignin chemistry, technology, and utilization: A brief history" . (Elektronisk) Tillgänglig: <http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-0039011842&partnerID=40&md5=ed831a56be9857b76cdae86c0fc11687> (2021-02-18).

Melro, E. & Alves, L. & Antunes, F.E. & Medronho, B. (2018). A brief overview on lignin dissolution. Journal of Molecular Liquids 265 (2018) 578-584.

Mezger, T. G. (2014). The Rheology Handbook, fourth edition. Hanover: Vincentz Network.

Mukandila, E. M., Loots, H. & Dlamini, P. (2015). Principle of Dynamic Shear Rheometer Testing of Non-Standard Samples for Cohesion and Adhesion of Bituminous Road Seal Materials. (Elektronisk) Tillgänglig: <https://www.researchgate.net/publication/305400097_Principle_of_Dynamic_Shear_Rheometer_testing_of_non-standard_samples_for_cohesion_and_adhesion_of_bituminous_road_seal_materials>. (2021-01-29).

Nationalencyklopedin (2021). “Masstillverkning” (Elektronisk) Tillgänglig: <https://www.ne.se/uppslagsverk/encyklopedi/l%C3%A5ng/massatillverkning> (2021-02-18).

Ostadfar, A. (2016). “Biofluid mechanics”. Chapter 1 - Fluid Mechanics and Biofluids Principles”. London: Elsevier Inc.

Paar, A. (2021). “Basics of rheology”. (Elektronisk) Tillgänglig: <https://wiki.anton-paar.com/no- en/basics-of-rheology/> (2021-02-01).

Paar, A. (2020). ”Amplitude sweeps”. (Elektronisk) Tillgänglig: <https://wiki.anton-paar.com/en/amplitude-sweeps/> (2021-02-01).

Parhamifar, E. & Tyllgren, P. (2016). Assessment of asphalt binder viscosities with a new approach. (Elektronisk) Tillgänglig: <https://vagcentrum.se/EE%202016%20ID35.pdf>. (2021-01-27).

Pavement Interactive (2021). Superpave Performance Grading. (Elektronisk) Tillgänglig: <https://pavementinteractive.org/reference-desk/materials/asphalt/superpave-performance-grading/> (2021-02-17).

Persson, K. (2021). E-mail (2021-02-08) <krister.persson@total.com>.

Petrauskas, D. & Ullah, S. (2015) “Manufacture and storage of bitumens”. The Shell Bitumen Handbook, Sixth edition. London: ICE Publishing.

Redelius, P. (1980) ”Bindemedel”. Asfaltboken. Asfaltskolan. (Elektronisk) Tillgänglig: <https://asfaltboken.se/bindemedel/> (2021-01-19).

Rosqvist, M. (2019), ”Undersökning av viskositet hos asfaltbruk.” Lund, Lunds universitet, LTH, Ingenjörshögskolan vid Campus Helsingborg. Institutionen för Teknik och samhälle. Trafik och väg 2019.

Rowe, G.M., King, G. & Anderson, M. (2014) The Influence of Binder Rheology in the Cracking of Asphalt Mixes in Airport and Highway Projects, Journal of Testing and Evaluation, 42(5), 1063- 1072.

Rättö, P. (2021) ”Lignin in coatings and Lixeas pilot at LignoCity” (Webinarium). Paper Province.

Self A. (2015) “Introduction”. The Shell Bitumen Handbook, Sixth edition. London: ICE Publishing.

Sheidaei, M. (2021). Experthandlerare. Muntlig källa (referens) under hela arbetsprocessen.

Shukir, A. & Bakalov, M. (2017), ”Förbättring av asfaltens konsistens med tillsatsmedel – Mätningar med rotationsviskosimeter på bitumen och asfaltbruk” Lund, Lunds universitet, LTH, Ingenjörshögskolan vid Campus Helsingborg. Institutionen för Teknik och samhälle. Trafik och väg 2017.

Soenen, H. Blomberg, T. Pellinen, T & Laukkanen, O-V. (2013). “The multiple stress creep-recovery test: a detailed analysis of repeatability and reproducibility”.

Subramanian, R. S (2002). “Non-Newtonian Flows”. Department of Chemical and Biomolecular Engineering Clarkson University.

TA Instruments (u.å.). “Rheology Applications Note. Application of Time-Temperature Superposition Principles to Rheology” (Elektronisk) Tillgänglig: <https://www.tainstruments.com/pdf/literature/RN11.pdf/> (2021-03-31).

Tan, Y. & Guo, M. (2014). “Interfacial thickness and interaction between asphalt and mineral fillers”. I: Materials and Structures 47, s. 605–614.

Taylor, R & Airey, T (2015). “Rheology of bitumens”. The Shell Bitumen Handbook sixth edition. London: ICE Publishing.

Tyllgren, P. (2021). Experthandlerare. Muntlig källa (referens) under hela arbetsprocessen.

Wasage, T. L.J., Stastna, J. & Zanzotto, L. (2011). Rheological analysis of multi-stress creep recovery (MSCR) test, International Journal of Pavement Engineering, 12:6, 561-568.

Williams, M.L., Landel, R.F. & Ferry JD (1955). “The temperature-dependence of relaxation mechanisms in amorphous polymers and other glass-forming liquids”. Journal of the American Chemical Society 77: 3701–3706.

Wågberg, L-G. (2011). ”Val av beläggning”. Asfaltboken. Asfaltskolan. (Elektronisk) Tillgänglig: <https://asfaltboken.se/val-av-belaggning/> (2021-01-19).

Xu, D & Wang, K. & Wayira, A. & Lu, J. (2015) “Influence of binder properties on the performance of asphalts”. The Shell Bitumen Handbook, Sixth edition. London: ICE Publishing.

Yusoff, N. I. (2012). “Modelling the linear viscoelastic rheological properties of bituminous binders”. PhD thesis, University of Nottingham.

Zoorob, S.E., Castro-Gomes, J.P., Pereira Oliveira, L.A. & O'Connell, J. (2011). Investigating the Multiple Stress Creep Recovery bitumen characterisation test. Construction and Building Materials 30 (2012) 734-745.

Bilagor

- Bilaga 1 Resultat från oscillerande svepmätningar med DSR
- Bilaga 2 Resultat från MSCR-mätningar
- Bilaga 3 Resultat från RVB-undersökning
- Bilaga 4 Blackdiagram från oscillerande DSR-mätningar
- Bilaga 5 Masterkurvor för komplex skjuvmodul och fasvinkel från oscillerande DSR-mätningar
- Bilaga 6 Nynas matriser för frekvenser och amplituder vid frekvenssveptest

Bilaga 1 Resultat från oscillerande svepmätning med DSR

70/100 med 15 vol% lignin 1							
PP25 svep							
	Temperatur, °C						
Vinkelfrekvens	20	30	40	50	60	70	80
rad/s	Komplex skjuvmodul, G*, Pa						
0,1	9,56E+04	1,04E+04	1,42E+03	2,48E+02	5,58E+01	1,58E+01	5,52E+00
0,215	1,84E+05	2,11E+04	3,00E+03	5,32E+02	1,20E+02	3,39E+01	1,17E+01
0,464	3,51E+05	4,24E+04	6,25E+03	1,14E+03	2,58E+02	7,27E+01	2,50E+01
1	6,60E+05	8,38E+04	1,29E+04	2,40E+03	5,52E+02	1,56E+02	5,35E+01
2,15	1,22E+06	1,63E+05	2,62E+04	5,04E+03	1,18E+03	3,34E+02	1,14E+02
4,64	2,22E+06	3,15E+05	5,26E+04	1,05E+04	2,50E+03	7,14E+02	2,44E+02
10	3,95E+06	5,99E+05	1,04E+05	2,15E+04	5,25E+03	1,52E+03	5,23E+02
21,5	6,84E+06	1,12E+06	2,04E+05	4,35E+04	1,09E+04	3,23E+03	1,11E+03
46,4	1,14E+07	2,07E+06	3,95E+05	8,71E+04	2,24E+04	6,77E+03	2,36E+03
100	1,82E+07	3,74E+06	7,56E+05	1,73E+05	4,56E+04	1,40E+04	4,96E+03
	Fasvinkel, δ, °						
0,1	78,1	84,2	87,9	89,7	90,0	89,6	88,8
0,215	76,4	82,4	86,5	88,8	89,4	89,3	88,7
0,464	75,0	80,9	85,5	88,3	89,4	89,5	89,1
1	73,0	79,2	83,9	87,1	88,8	89,2	88,9
2,15	71,0	77,7	82,5	86,1	88,3	89,1	89,0
4,64	68,7	76,1	81,0	84,8	87,4	88,7	89,0
10	66,1	74,4	79,5	83,5	86,4	88,2	89,0
21,5	63,2	72,6	78,1	82,1	85,2	87,5	89,0
46,4	60,1	70,4	76,6	80,8	84,1	86,8	89,0
100	56,7	68,1	75,1	79,6	83,1	86,3	89,3

70/100							
PP25 svep							
	Temperatur, °C						
Vinkelfrekvens	20	30	40	50	60	70	80
rad/s	Komplex skjuvmodul, G*, Pa						
0,1	3,77E+04	4,12E+03	5,63E+02	9,74E+01	2,16E+01	6,07E+00	2,01E+00
0,215	7,25E+04	8,33E+03	1,18E+03	2,09E+02	4,64E+01	1,30E+01	4,31E+00
0,464	1,38E+05	1,66E+04	2,45E+03	4,45E+02	1,00E+02	2,79E+01	9,26E+00
1	2,59E+05	3,28E+04	5,03E+03	9,40E+02	2,15E+02	6,00E+01	1,99E+01
2,15	4,81E+05	6,37E+04	1,02E+04	1,97E+03	4,58E+02	1,29E+02	4,29E+01
4,64	8,79E+05	1,23E+05	2,04E+04	4,06E+03	9,70E+02	2,77E+02	9,23E+01
10	1,58E+06	2,33E+05	4,03E+04	8,30E+03	2,03E+03	5,90E+02	1,98E+02
21,5	2,78E+06	4,38E+05	7,89E+04	1,68E+04	4,21E+03	1,25E+03	4,25E+02
46,4	4,80E+06	8,11E+05	1,53E+05	3,35E+04	8,63E+03	2,61E+03	9,03E+02
100	8,10E+06	1,48E+06	2,93E+05	6,63E+04	1,75E+04	5,38E+03	1,90E+03
	Fasvinkel, δ, °						
0,1	77,5	83,9	87,8	89,6	89,9	89,6	89,5
0,215	75,9	81,8	86,2	88,7	89,4	89,3	89,3
0,464	74,6	80,4	85,1	88,1	89,5	89,6	89,7
1	72,9	78,6	83,5	86,9	88,9	89,4	89,7
2,15	71,3	77,3	82,1	85,8	88,3	89,4	89,9
4,64	69,4	75,9	80,6	84,5	87,3	89,0	89,9
10	67,4	74,4	79,2	83,2	86,2	88,4	90,0
21,5	65,2	72,9	77,9	81,9	85,1	87,7	90,0
46,4	62,9	71,1	76,7	80,7	84,0	87,1	90,0
100	60,8	69,2	75,3	79,6	83,2	86,9	90,0

70/100 med 15 vol% lignin 1							
PP08 svep							
	Temperatur, °C						
Vinkelfrekvens	30	20	10	0	-10	-20	-30
rad/s	Komplex skjuvmodul, G*, Pa						
0,1	9,78E+03	8,91E+04	9,56E+05	1,04E+07	7,83E+07	3,09E+08	5,38E+08
0,215	1,97E+04	1,71E+05	1,72E+06	1,66E+07	1,05E+08	3,61E+08	5,85E+08
0,464	3,93E+04	3,24E+05	3,03E+06	2,55E+07	1,37E+08	4,12E+08	6,27E+08
1	7,70E+04	6,03E+05	5,19E+06	3,78E+07	1,74E+08	4,61E+08	6,63E+08
2,15	1,49E+05	1,10E+06	8,64E+06	5,42E+07	2,15E+08	5,08E+08	6,94E+08
4,64	2,84E+05	1,99E+06	1,39E+07	7,53E+07	2,60E+08	5,51E+08	7,21E+08
10	5,36E+05	3,50E+06	2,18E+07	1,02E+08	3,06E+08	5,90E+08	7,45E+08
21,5	9,96E+05	6,00E+06	3,29E+07	1,33E+08	3,54E+08	6,25E+08	7,65E+08
46,4	1,81E+06	1,00E+07	4,82E+07	1,69E+08	4,02E+08	6,57E+08	7,83E+08
100	3,22E+06	1,62E+07	6,82E+07	2,10E+08	4,48E+08	6,85E+08	7,98E+08
	Fasvinkel, δ, °						
0,1	83,6	77,4	69,7	56,0	36,7	19,3	10,6
0,215	81,5	75,2	66,9	52,0	32,9	16,6	8,7
0,464	80,0	73,7	64,3	48,2	29,6	14,4	7,3
1	78,2	71,7	61,1	44,2	26,4	12,3	6,1
2,15	76,7	69,7	57,7	40,4	23,5	10,6	5,1
4,64	75,0	67,3	54,1	36,8	20,9	9,0	4,3
10	73,4	64,5	50,3	33,4	18,4	7,7	3,6
21,5	71,5	61,4	46,5	30,1	16,1	6,5	3,0
46,4	69,4	58,0	42,7	27,0	14,0	5,5	2,6
100	67,1	54,5	39,0	24,0	12,1	4,6	2,2

70/100							
PP08 svep							
	Temperatur, °C						
Vinkelfrekvens	30	20	10	0	-10	-20	-30
rad/s	Komplex skjuvmodul, G*, Pa						
0,1	4,28E+03	3,92E+04	4,30E+05	5,11E+06	4,68E+07	2,38E+08	4,52E+08
0,215	8,65E+03	7,55E+04	7,85E+05	8,36E+06	6,59E+07	2,85E+08	4,98E+08
0,464	1,72E+04	1,43E+05	1,40E+06	1,33E+07	8,98E+07	3,32E+08	5,38E+08
1	3,38E+04	2,69E+05	2,44E+06	2,05E+07	1,18E+08	3,78E+08	5,72E+08
2,15	6,56E+04	4,96E+05	4,15E+06	3,06E+07	1,51E+08	4,21E+08	6,02E+08
4,64	1,26E+05	9,02E+05	6,91E+06	4,43E+07	1,88E+08	4,62E+08	6,28E+08
10	2,39E+05	1,61E+06	1,12E+07	6,21E+07	2,28E+08	4,99E+08	6,50E+08
21,5	4,46E+05	2,83E+06	1,75E+07	8,47E+07	2,70E+08	5,32E+08	6,70E+08
46,4	8,21E+05	4,85E+06	2,66E+07	1,12E+08	3,12E+08	5,62E+08	6,85E+08
100	1,48E+06	8,05E+06	3,92E+07	1,44E+08	3,54E+08	5,88E+08	7,00E+08
	Fasvinkel, δ, °						
0,1	83,5	77,6	70,7	58,9	41,4	22,5	12,3
0,215	81,5	75,6	68,3	55,5	37,5	19,3	10,1
0,464	80,1	74,3	66,1	52,2	34,1	16,6	8,3
1	78,4	72,5	63,4	48,6	30,7	14,2	6,9
2,15	77,0	70,8	60,6	45,1	27,5	12,1	5,7
4,64	75,6	68,8	57,5	41,6	24,5	10,3	4,8
10	74,2	66,5	54,3	38,2	21,6	8,7	4,0
21,5	72,7	64,0	50,9	34,8	18,9	7,3	3,3
46,4	71,0	61,3	47,5	31,4	16,4	6,1	2,8
100	69,4	58,4	44,0	28,2	14,1	5,2	2,4

70/100 med 20 vol% lignin 1							
PP25 svep							
	Temperatur, °C						
Vinkelfrekvens	20	30	40	50	60	70	80
rad/s	Komplex skjuvmodul, G*, Pa						
0,1	1,21E+05	1,31E+04	1,81E+03	3,22E+02	7,37E+01	2,14E+01	7,35E+00
0,215	2,33E+05	2,68E+04	3,81E+03	6,88E+02	1,58E+02	4,51E+01	1,54E+01
0,464	4,45E+05	5,38E+04	7,96E+03	1,47E+03	3,39E+02	9,63E+01	3,29E+01
1	8,37E+05	1,07E+05	1,64E+04	3,12E+03	7,27E+02	2,06E+02	7,03E+01
2,15	1,56E+06	2,08E+05	3,35E+04	6,53E+03	1,55E+03	4,42E+02	1,50E+02
4,64	2,84E+06	4,02E+05	6,74E+04	1,36E+04	3,29E+03	9,46E+02	3,23E+02
10	5,07E+06	7,66E+05	1,34E+05	2,79E+04	6,91E+03	2,02E+03	6,90E+02
21,5	8,85E+06	1,44E+06	2,63E+05	5,66E+04	1,44E+04	4,28E+03	1,48E+03
46,4	1,51E+07	2,66E+06	5,08E+05	1,13E+05	2,94E+04	8,99E+03	3,13E+03
100	2,52E+07	4,82E+06	9,73E+05	2,25E+05	5,98E+04	1,87E+04	6,57E+03
	Fasvinkel, δ, °						
0,1	78,1	84,6	88,1	89,6	89,6	88,9	88,0
0,215	76,6	82,6	86,7	88,8	89,2	89,0	88,5
0,464	75,2	81,2	85,6	88,3	89,4	89,5	89,2
1	73,4	79,4	84,1	87,2	88,9	89,3	89,1
2,15	71,6	78,0	82,7	86,2	88,3	89,2	89,2
4,64	69,4	76,4	81,2	84,9	87,4	88,8	89,2
10	67,2	74,7	79,8	83,6	86,4	88,3	89,2
21,5	65,0	72,9	78,3	82,3	85,3	87,5	89,0
46,4	63,3	70,9	76,8	81,0	84,1	86,8	88,8
100	62,5	68,8	75,2	79,7	82,9	86,4	88,5

70/100 med 20 vol% lignin 1							
PP25 svep							
	Temperatur, °C						
Vinkelfrekvens	20	30	40	50	60	70	80
rad/s	Komplex skjuvmodul, G*, Pa						
0,1	1,21E+05	1,31E+04	1,81E+03	3,22E+02	7,37E+01	2,14E+01	7,35E+00
0,215	2,33E+05	2,68E+04	3,81E+03	6,88E+02	1,58E+02	4,51E+01	1,54E+01
0,464	4,45E+05	5,38E+04	7,96E+03	1,47E+03	3,39E+02	9,63E+01	3,29E+01
1	8,37E+05	1,07E+05	1,64E+04	3,12E+03	7,27E+02	2,06E+02	7,03E+01
2,15	1,56E+06	2,08E+05	3,35E+04	6,53E+03	1,55E+03	4,42E+02	1,50E+02
4,64	2,84E+06	4,02E+05	6,74E+04	1,36E+04	3,29E+03	9,46E+02	3,23E+02
10	5,07E+06	7,66E+05	1,34E+05	2,79E+04	6,91E+03	2,02E+03	6,90E+02
21,5	8,85E+06	1,44E+06	2,63E+05	5,66E+04	1,44E+04	4,28E+03	1,48E+03
46,4	1,51E+07	2,66E+06	5,08E+05	1,13E+05	2,94E+04	8,99E+03	3,13E+03
100	2,52E+07	4,82E+06	9,73E+05	2,25E+05	5,98E+04	1,87E+04	6,57E+03
	Fasvinkel, δ, °						
0,1	78,1	84,6	88,1	89,6	89,6	88,9	88,0
0,215	76,6	82,6	86,7	88,8	89,2	89,0	88,5
0,464	75,2	81,2	85,6	88,3	89,4	89,5	89,2
1	73,4	79,4	84,1	87,2	88,9	89,3	89,1
2,15	71,6	78,0	82,7	86,2	88,3	89,2	89,2
4,64	69,4	76,4	81,2	84,9	87,4	88,8	89,2
10	67,2	74,7	79,8	83,6	86,4	88,3	89,2
21,5	65,0	72,9	78,3	82,3	85,3	87,5	89,0
46,4	63,3	70,9	76,8	81,0	84,1	86,8	88,8
100	62,5	68,8	75,2	79,7	82,9	86,4	88,5

70/100 med 20 vol% lignin 1							
PP08 svep							
	Temperatur, °C						
Vinkelfrekvens	30	20	10	0	-10	-20	-30
rad/s	Komplex skjuvmodul, G*, Pa						
0,1	1,45E+04	1,32E+05	1,41E+06	1,52E+07	1,08E+08	3,91E+08	6,53E+08
0,215	2,95E+04	2,54E+05	2,54E+06	2,41E+07	1,43E+08	4,51E+08	7,06E+08
0,464	5,89E+04	4,82E+05	4,48E+06	3,68E+07	1,83E+08	5,08E+08	7,48E+08
1	1,16E+05	9,01E+05	7,69E+06	5,39E+07	2,29E+08	5,63E+08	7,86E+08
2,15	2,26E+05	1,66E+06	1,28E+07	7,63E+07	2,78E+08	6,14E+08	8,19E+08
4,64	4,32E+05	2,99E+06	2,05E+07	1,04E+08	3,31E+08	6,60E+08	8,46E+08
10	8,17E+05	5,28E+06	3,18E+07	1,38E+08	3,85E+08	7,03E+08	8,72E+08
21,5	1,53E+06	9,05E+06	4,77E+07	1,78E+08	4,40E+08	7,41E+08	8,94E+08
46,4	2,79E+06	1,51E+07	6,88E+07	2,23E+08	4,94E+08	7,75E+08	9,12E+08
100	4,98E+06	2,42E+07	9,58E+07	2,73E+08	5,46E+08	8,06E+08	9,30E+08
	Fasvinkel, δ, °						
0,1	83,9	78,0	70,3	55,9	35,0	17,8	9,5
0,215	82,0	75,9	67,4	51,6	31,1	15,2	7,8
0,464	80,6	74,3	64,7	47,4	27,8	13,1	6,5
1	78,8	72,2	61,2	43,1	24,6	11,3	5,5
2,15	77,2	70,2	57,6	39,0	21,9	9,6	4,6
4,64	75,6	67,6	53,5	35,1	19,3	8,2	3,8
10	73,8	64,6	49,4	31,6	17,0	7,0	3,3
21,5	71,7	61,2	45,2	28,3	14,9	6,0	2,8
46,4	69,4	57,5	41,1	25,3	13,0	5,1	2,5
100	66,7	53,4	37,2	22,5	11,3	4,5	2,3

70/100 med 20 vol% lignin 1							
PP08 svep							
	Temperatur, °C						
Vinkelfrekvens	30	20	10	0	-10	-20	-30
rad/s	Komplex skjuvmodul, G*, Pa						
0,1	1,45E+04	1,32E+05	1,41E+06	1,52E+07	1,08E+08	3,91E+08	6,53E+08
0,215	2,95E+04	2,54E+05	2,54E+06	2,41E+07	1,43E+08	4,51E+08	7,06E+08
0,464	5,89E+04	4,82E+05	4,48E+06	3,68E+07	1,83E+08	5,08E+08	7,48E+08
1	1,16E+05	9,01E+05	7,69E+06	5,39E+07	2,29E+08	5,63E+08	7,86E+08
2,15	2,26E+05	1,66E+06	1,28E+07	7,63E+07	2,78E+08	6,14E+08	8,19E+08
4,64	4,32E+05	2,99E+06	2,05E+07	1,04E+08	3,31E+08	6,60E+08	8,46E+08
10	8,17E+05	5,28E+06	3,18E+07	1,38E+08	3,85E+08	7,03E+08	8,72E+08
21,5	1,53E+06	9,05E+06	4,77E+07	1,78E+08	4,40E+08	7,41E+08	8,94E+08
46,4	2,79E+06	1,51E+07	6,88E+07	2,23E+08	4,94E+08	7,75E+08	9,12E+08
100	4,98E+06	2,42E+07	9,58E+07	2,73E+08	5,46E+08	8,06E+08	9,30E+08
	Fasvinkel, δ, °						
0,1	83,9	78,0	70,3	55,9	35,0	17,8	9,5
0,215	82,0	75,9	67,4	51,6	31,1	15,2	7,8
0,464	80,6	74,3	64,7	47,4	27,8	13,1	6,5
1	78,8	72,2	61,2	43,1	24,6	11,3	5,5
2,15	77,2	70,2	57,6	39,0	21,9	9,6	4,6
4,64	75,6	67,6	53,5	35,1	19,3	8,2	3,8
10	73,8	64,6	49,4	31,6	17,0	7,0	3,3
21,5	71,7	61,2	45,2	28,3	14,9	6,0	2,8
46,4	69,4	57,5	41,1	25,3	13,0	5,1	2,5
100	66,7	53,4	37,2	22,5	11,3	4,5	2,3

70/100 med 20 vol% lignin 2							
PP25 svep							
	Temperatur, °C						
Vinkelfrekvens	20	30	40	50	60	70	80
rad/s	Komplex skjuvmodul, G*, Pa						
0,1	9,18E+04	9,75E+03	1,30E+03	2,22E+02	4,89E+01	1,35E+01	4,48E+00
0,215	1,77E+05	1,98E+04	2,74E+03	4,75E+02	1,05E+02	2,89E+01	9,62E+00
0,464	3,36E+05	3,96E+04	5,70E+03	1,01E+03	2,26E+02	6,23E+01	2,07E+01
1	6,33E+05	7,80E+04	1,17E+04	2,15E+03	4,84E+02	1,34E+02	4,45E+01
2,15	1,17E+06	1,52E+05	2,38E+04	4,51E+03	1,03E+03	2,88E+02	9,57E+01
4,64	2,14E+06	2,92E+05	4,76E+04	9,35E+03	2,20E+03	6,17E+02	2,05E+02
10	3,84E+06	5,57E+05	9,43E+04	1,91E+04	4,62E+03	1,32E+03	4,40E+02
21,5	6,70E+06	1,05E+06	1,85E+05	3,88E+04	9,59E+03	2,79E+03	9,44E+02
46,4	1,13E+07	1,94E+06	3,58E+05	7,76E+04	1,97E+04	5,86E+03	2,01E+03
100	1,84E+07	3,54E+06	6,87E+05	1,54E+05	4,02E+04	1,21E+04	4,24E+03
	Fasvinkel, δ, °						
0,1	77,8	84,1	87,9	89,7	90,0	90,0	90,0
0,215	76,2	82,0	86,4	88,8	89,5	89,7	89,6
0,464	74,9	80,7	85,3	88,2	89,5	89,8	89,8
1	73,2	79,0	83,7	87,0	88,9	89,5	89,6
2,15	71,4	77,6	82,3	86,0	88,3	89,4	89,7
4,64	69,3	76,2	80,9	84,7	87,4	89,0	89,6
10	67,0	74,7	79,6	83,4	86,4	88,4	89,6
21,5	64,3	73,1	78,3	82,2	85,3	87,7	89,7
46,4	61,1	71,2	77,0	81,0	84,3	87,1	90,0
100	57,3	69,0	75,5	80,0	83,6	86,9	90,0

70/100 med 15 vol% lignin 2							
PP25 svep							
	Temperatur, °C						
Vinkelfrekvens	20	30	40	50	60	70	80
rad/s	Komplex skjuvmodul, G*, Pa						
0,1	7,76E+04	8,40E+03	1,13E+03	1,95E+02	4,32E+01	1,19E+01	3,97E+00
0,215	1,50E+05	1,71E+04	2,39E+03	4,19E+02	9,30E+01	2,57E+01	8,53E+00
0,464	2,85E+05	3,41E+04	4,98E+03	8,95E+02	2,00E+02	5,53E+01	1,83E+01
1	5,35E+05	6,72E+04	1,02E+04	1,90E+03	4,30E+02	1,19E+02	3,95E+01
2,15	9,93E+05	1,31E+05	2,08E+04	3,97E+03	9,19E+02	2,56E+02	8,50E+01
4,64	1,81E+06	2,52E+05	4,15E+04	8,26E+03	1,95E+03	5,49E+02	1,83E+02
10	3,24E+06	4,79E+05	8,20E+04	1,69E+04	4,10E+03	1,17E+03	3,92E+02
21,5	5,67E+06	8,99E+05	1,60E+05	3,43E+04	8,52E+03	2,49E+03	8,42E+02
46,4	9,66E+06	1,66E+06	3,10E+05	6,87E+04	1,75E+04	5,21E+03	1,79E+03
100	1,59E+07	3,02E+06	5,92E+05	1,36E+05	3,56E+04	1,08E+04	3,77E+03
	Fasvinkel, δ, °						
0,1	77,9	84,1	88,0	89,8	90,0	90,0	90,0
0,215	76,3	82,1	86,4	88,8	89,6	89,8	89,7
0,464	74,9	80,7	85,3	88,3	89,6	90,0	89,9
1	73,1	79,0	83,7	87,1	89,0	89,6	89,8
2,15	71,4	77,6	82,3	86,0	88,4	89,5	89,8
4,64	69,3	76,1	80,8	84,7	87,4	89,0	89,7
10	67,0	74,6	79,5	83,4	86,3	88,4	89,6
21,5	64,5	72,9	78,1	82,1	85,2	87,6	89,5
46,4	61,8	71,0	76,8	80,9	84,2	86,9	89,9
100	59,1	69,0	75,3	79,8	83,3	86,5	90,0

70/100 med 20 vol% lignin 2							
PP08 svep							
	Temperatur, °C						
Vinkelfrekvens	30	20	10	0	-10	-20	-30
rad/s	Komplex skjuvmodul, G*, Pa						
0,1	9,38E+03	8,87E+04	1,01E+06	1,20E+07	9,36E+07	3,56E+08	5,99E+08
0,215	1,90E+04	1,72E+05	1,85E+06	1,93E+07	1,25E+08	4,12E+08	6,48E+08
0,464	3,83E+04	3,29E+05	3,29E+06	2,99E+07	1,62E+08	4,65E+08	6,91E+08
1	7,55E+04	6,20E+05	5,74E+06	4,46E+07	2,04E+08	5,18E+08	7,28E+08
2,15	1,48E+05	1,15E+06	9,72E+06	6,42E+07	2,50E+08	5,66E+08	7,60E+08
4,64	2,85E+05	2,10E+06	1,59E+07	8,93E+07	3,00E+08	6,11E+08	7,87E+08
10	5,43E+05	3,77E+06	2,52E+07	1,20E+08	3,51E+08	6,52E+08	8,11E+08
21,5	1,02E+06	6,59E+06	3,85E+07	1,57E+08	4,03E+08	6,88E+08	8,31E+08
46,4	1,90E+06	1,12E+07	5,68E+07	1,99E+08	4,54E+08	7,20E+08	8,49E+08
100	3,45E+06	1,84E+07	8,08E+07	2,45E+08	5,03E+08	7,48E+08	8,64E+08
	Fasvinkel, δ, °						
0,1	84,3	78,4	71,3	57,6	36,3	18,1	9,6
0,215	82,3	76,4	68,6	53,4	32,2	15,5	7,9
0,464	80,9	75,0	66,1	49,3	28,7	13,3	6,6
1	79,2	73,2	62,9	44,8	25,4	11,4	5,5
2,15	77,9	71,4	59,5	40,7	22,5	9,7	4,6
4,64	76,4	69,1	55,7	36,7	19,8	8,3	3,9
10	74,9	66,5	51,6	32,9	17,4	7,1	3,3
21,5	73,2	63,4	47,4	29,4	15,2	6,0	2,8
46,4	71,3	60,0	43,2	26,2	13,2	5,1	2,4
100	69,5	56,2	39,1	23,2	11,4	4,4	2,2

70/100 med 15 vol% lignin 2							
PP08 svep							
	Temperatur, °C						
Vinkelfrekvens	30	20	10	0	-10	-20	-30
rad/s	Komplex skjuvmodul, G*, Pa						
0,1	9,38E+03	8,72E+04	9,52E+05	1,06E+07	8,20E+07	3,22E+08	5,50E+08
0,215	1,89E+04	1,67E+05	1,71E+06	1,70E+07	1,10E+08	3,73E+08	5,95E+08
0,464	3,75E+04	3,15E+05	3,01E+06	2,61E+07	1,44E+08	4,23E+08	6,34E+08
1	7,32E+04	5,85E+05	5,16E+06	3,88E+07	1,81E+08	4,71E+08	6,68E+08
2,15	1,41E+05	1,07E+06	8,60E+06	5,58E+07	2,23E+08	5,15E+08	6,97E+08
4,64	2,69E+05	1,93E+06	1,39E+07	7,75E+07	2,67E+08	5,57E+08	7,24E+08
10	5,07E+05	3,39E+06	2,18E+07	1,04E+08	3,14E+08	5,94E+08	7,46E+08
21,5	9,40E+05	5,84E+06	3,31E+07	1,36E+08	3,61E+08	6,28E+08	7,66E+08
46,4	1,72E+06	9,77E+06	4,85E+07	1,73E+08	4,07E+08	6,59E+08	7,84E+08
100	3,07E+06	1,59E+07	6,88E+07	2,14E+08	4,53E+08	6,86E+08	7,98E+08
	Fasvinkel, δ, °						
0,1	83,2	76,9	69,4	56,1	36,8	19,1	10,3
0,215	81,1	74,8	66,7	52,3	32,9	16,3	8,5
0,464	79,6	73,3	64,2	48,6	29,5	14,1	7,0
1	77,8	71,4	61,2	44,6	26,2	12,0	5,9
2,15	76,4	69,5	58,0	40,8	23,3	10,2	4,9
4,64	74,8	67,3	54,5	37,1	20,6	8,7	4,1
10	73,2	64,7	50,9	33,5	18,0	7,4	3,4
21,5	71,5	61,8	47,1	30,2	15,7	6,3	2,9
46,4	69,5	58,6	43,3	26,9	13,6	5,3	2,5
100	67,7	55,2	39,5	23,9	11,8	4,5	2,2

70/100 med 25 vol% granitfiller							
PP25 svep							
	Temperatur, °C						
Vinkelfrekvens	20	30	40	50	60	70	80
rad/s	Komplex skjuvmodul, G*, Pa						
0,1	1,33E+05	1,47E+04	2,01E+03	3,51E+02	7,78E+01	2,17E+01	7,19E+00
0,215	2,54E+05	2,96E+04	4,21E+03	7,50E+02	1,67E+02	4,62E+01	1,51E+01
0,464	4,83E+05	5,88E+04	8,72E+03	1,59E+03	3,58E+02	9,89E+01	3,23E+01
1	9,04E+05	1,15E+05	1,78E+04	3,36E+03	7,67E+02	2,12E+02	6,92E+01
2,15	1,67E+06	2,22E+05	3,61E+04	7,00E+03	1,63E+03	4,54E+02	1,48E+02
4,64	3,05E+06	4,27E+05	7,19E+04	1,44E+04	3,44E+03	9,73E+02	3,19E+02
10	5,43E+06	8,09E+05	1,42E+05	2,93E+04	7,19E+03	2,07E+03	6,84E+02
21,5	9,48E+06	1,52E+06	2,77E+05	5,89E+04	1,48E+04	4,36E+03	1,46E+03
46,4	1,61E+07	2,80E+06	5,31E+05	1,17E+05	3,03E+04	9,11E+03	3,09E+03
100	2,66E+07	5,08E+06	1,01E+06	2,30E+05	6,11E+04	1,88E+04	6,46E+03
	Fasvinkel, δ, °						
0,1	77,3	83,3	87,2	89,1	89,4	88,9	88,5
0,215	75,8	81,6	86,1	88,6	89,4	89,2	89,0
0,464	74,3	80,0	84,7	87,8	89,2	89,3	89,4
1	72,9	78,4	83,3	86,7	88,7	89,3	89,5
2,15	71,3	77,0	81,8	85,5	88,0	89,1	89,5
4,64	69,6	75,6	80,3	84,2	87,0	88,6	89,4
10	67,9	74,2	78,9	82,9	85,8	87,9	89,1
21,5	66,0	72,7	77,6	81,5	84,6	87,0	88,5
46,4	64,0	71,2	76,3	80,2	83,4	86,0	87,8
100	62,7	69,5	75,0	79,0	82,1	85,1	86,8

70/100 med 25 vol% lignin 2							
PP25 svep							
	Temperatur, °C						
Vinkelfrekvens	20	30	40	50	60	70	80
rad/s	Komplex skjuvmodul, G*, Pa						
0,1	1,33E+05	1,42E+04	1,86E+03	3,15E+02	6,86E+01	1,87E+01	6,13E+00
0,215	2,53E+05	2,86E+04	3,91E+03	6,74E+02	1,47E+02	4,02E+01	1,32E+01
0,464	4,76E+05	5,69E+04	8,13E+03	1,44E+03	3,17E+02	8,65E+01	2,84E+01
1	8,81E+05	1,11E+05	1,67E+04	3,04E+03	6,80E+02	1,86E+02	6,11E+01
2,15	1,60E+06	2,15E+05	3,37E+04	6,35E+03	1,45E+03	4,00E+02	1,31E+02
4,64	2,85E+06	4,10E+05	6,71E+04	1,31E+04	3,08E+03	8,58E+02	2,83E+02
10	4,98E+06	7,70E+05	1,32E+05	2,67E+04	6,46E+03	1,83E+03	6,09E+02
21,5	8,50E+06	1,42E+06	2,57E+05	5,37E+04	1,34E+04	3,87E+03	1,30E+03
46,4	1,42E+07	2,57E+06	4,91E+05	1,07E+05	2,74E+04	8,10E+03	2,77E+03
100	2,32E+07	4,57E+06	9,29E+05	2,10E+05	5,55E+04	1,68E+04	5,80E+03
	Fasvinkel, δ, °						
0,1	76,8	83,6	87,8	89,7	90,0	90,0	90,0
0,215	74,9	81,5	86,1	88,7	89,5	89,7	89,7
0,464	73,3	80,0	84,9	88,1	89,5	89,9	90,0
1	71,1	78,1	83,3	86,8	88,9	89,6	89,8
2,15	69,1	76,5	81,8	85,7	88,2	89,4	89,8
4,64	66,8	74,7	80,2	84,3	87,2	88,9	89,7
10	64,5	72,8	78,7	83,0	86,1	88,3	89,6
21,5	62,4	70,8	77,1	81,6	84,9	87,4	89,4
46,4	60,6	68,6	75,4	80,2	83,8	86,6	89,2
100	59,3	66,5	73,5	78,8	82,8	86,0	89,5

70/100 med 25 vol% granitfiller							
PP08 svep							
	Temperatur, °C						
Vinkelfrekvens	30	20	10	0	-10	-20	-30
rad/s	Komplex skjuvmodul, G*, Pa						
0,1	1,70E+04	1,53E+05	1,68E+06	1,89E+07	1,60E+08	6,26E+08	1,09E+09
0,215	3,42E+04	2,92E+05	3,01E+06	3,05E+07	2,18E+08	7,26E+08	1,16E+09
0,464	6,78E+04	5,51E+05	5,31E+06	4,78E+07	2,86E+08	8,19E+08	1,23E+09
1	1,33E+05	1,03E+06	9,16E+06	7,23E+07	3,64E+08	9,08E+08	1,29E+09
2,15	2,56E+05	1,89E+06	1,54E+07	1,06E+08	4,49E+08	9,92E+08	1,33E+09
4,64	4,88E+05	3,41E+06	2,52E+07	1,50E+08	5,39E+08	1,07E+09	1,38E+09
10	9,20E+05	6,06E+06	4,02E+07	2,04E+08	6,31E+08	1,14E+09	1,41E+09
21,5	1,71E+06	1,05E+07	6,20E+07	2,70E+08	7,25E+08	1,20E+09	1,45E+09
46,4	3,14E+06	1,78E+07	9,24E+07	3,46E+08	8,15E+08	1,25E+09	1,48E+09
100	5,65E+06	2,92E+07	1,33E+08	4,31E+08	9,02E+08	1,30E+09	1,50E+09
	Fasvinkel, δ, °						
0,1	82,9	76,8	69,5	57,8	38,3	19,0	9,0
0,215	81,2	75,2	67,4	54,2	34,2	16,1	7,4
0,464	79,6	73,6	65,0	50,5	30,4	13,7	6,1
1	78,0	72,0	62,4	46,6	26,8	11,7	5,1
2,15	76,5	70,2	59,4	42,7	23,5	9,9	4,3
4,64	75,1	68,2	56,1	38,8	20,5	8,3	3,6
10	73,5	65,8	52,6	34,9	17,7	7,0	3,0
21,5	71,9	63,1	48,8	31,2	15,2	5,9	2,4
46,4	69,9	60,0	45,0	27,6	13,1	5,0	2,1
100	67,7	56,6	41,0	24,3	11,2	4,3	2,0

70/100 med 25 vol% lignin 2							
PP08 svep							
	Temperatur, °C						
Vinkelfrekvens	30	20	10	0	-10	-20	-30
rad/s	Komplex skjuvmodul, G*, Pa						
0,1	1,52E+04	1,41E+05	1,50E+06	1,53E+07	1,05E+08	2,68E+08	4,53E+08
0,215	3,03E+04	2,67E+05	2,64E+06	2,37E+07	1,39E+08	3,22E+08	5,11E+08
0,464	5,97E+04	4,99E+05	4,55E+06	3,57E+07	1,78E+08	3,76E+08	5,65E+08
1	1,16E+05	9,15E+05	7,62E+06	5,19E+07	2,21E+08	4,30E+08	6,15E+08
2,15	2,22E+05	1,65E+06	1,24E+07	7,30E+07	2,69E+08	4,84E+08	6,61E+08
4,64	4,20E+05	2,92E+06	1,96E+07	9,96E+07	3,20E+08	5,36E+08	7,02E+08
10	7,82E+05	5,04E+06	3,00E+07	1,32E+08	3,72E+08	5,84E+08	7,38E+08
21,5	1,43E+06	8,48E+06	4,45E+07	1,70E+08	4,25E+08	6,29E+08	7,71E+08
46,4	2,58E+06	1,39E+07	6,41E+07	2,13E+08	4,77E+08	6,69E+08	7,98E+08
100	4,53E+06	2,21E+07	8,94E+07	2,61E+08	5,26E+08	7,06E+08	8,23E+08
	Fasvinkel, δ, °						
0,1	82,5	75,9	67,6	53,5	34,5	22,7	15,1
0,215	80,4	73,8	64,6	49,7	30,8	19,7	12,7
0,464	78,8	72,1	61,9	46,0	27,6	17,2	10,9
1	77,0	70,0	58,7	42,1	24,5	14,9	9,3
2,15	75,5	67,8	55,4	38,5	21,7	12,9	7,8
4,64	73,8	65,2	51,9	34,9	19,2	11,1	6,6
10	72,0	62,4	48,3	31,5	16,8	9,5	5,6
21,5	69,9	59,4	44,6	28,3	14,7	8,1	4,7
46,4	67,7	56,1	40,9	25,2	12,7	6,9	4,0
100	65,3	52,6	37,2	22,4	11,0	5,9	3,4

Bilaga 2 Resultat från MSCR-mätningar

Prov:	70/100		
Temp.:	44 °C	52 °C	60 °C
Skjuv-spänning	Återgång, R %		
	Krypning, Jnr, kPa^{-1}		
R100	7,48	1,79	0,70
$J_{nr}100$	0,402	1,540	4,970
R3200	5,27	0,23	0,06
$J_{nr}3200$	0,416	1,630	5,282

Prov:	70/100 med 15 vol% lignin 1		
Temp.:	50 °C	58 °C	66 °C
Skjuv-spänning	Återgång, R %		
	Krypning, Jnr, kPa^{-1}		
R100	5,73	3,76	2,03
$J_{nr}100$	0,352	0,946	2,700
R3200	2,70	0,67	0,09
$J_{nr}3200$	0,327	1,105	3,291

Prov:	70/100 med 15 vol% lignin 2		
Temp.:	48 °C	56 °C	64 °C
Skjuv-spänning	Återgång, R %		
	Krypning, Jnr, kPa^{-1}		
R100	5,14	0,91	0,65
$J_{nr}100$	0,360	1,200	3,670
R3200	1,94	0,32	0,00
$J_{nr}3200$	0,364	1,284	3,948

Prov:	70/100 med 20 vol% lignin 1		
Temp.:	52 °C	60 °C	68 °C
Skjuv-spänning	Återgång, R %		
	Krypning, Jnr, kPa^{-1}		
R100	6,38	11,97	7,79
$J_{nr}100$	0,289	0,508	1,220
R3200	3,36	2,27	0,61
$J_{nr}3200$	0,207	0,578	1,687

Prov:	70/100 med 20 vol% lignin 2		
Temp.:	50 °C	58 °C	66 °C
Skjuv-spänning	Återgång, R %		
	Krypning, Jnr, kPa^{-1}		
R100	3,36	1,77	1,50
$J_{nr}100$	0,426	1,330	3,880
R3200	1,03	0,24	0,00
$J_{nr}3200$	0,421	1,446	4,254

Prov:	70/100 med 25 vol% lignin 1		
Temp.:	52 °C	60 °C	68 °C
Skjuv-spänning	Återgång, R %		
	Krypning, Jnr, kPa^{-1}		
R100	18,73	23,54	20,68
$J_{nr}100$	0,128	0,231	0,464
R3200	12,05	6,92	2,42
$J_{nr}3200$	0,066	0,157	0,429

Prov:	70/100 med 25 vol% lignin 2		
Temp.:	50 °C	58 °C	66 °C
Skjuv-spänning	Återgång, R %		
	Krypning, Jnr, kPa^{-1}		
R100	6,16	3,35	1,46
$J_{nr}100$	0,247	0,718	2,220
R3200	1,70	0,11	0,00
$J_{nr}3200$	0,235	0,849	2,615

Prov:	70/100 med 25 vol% granitfiller		
Temp.:	44 °C	52 °C	60 °C
Skjuv-spänning	Återgång, R %		
	Krypning, Jnr, kPa^{-1}		
R100	11,26	5,90	2,72
$J_{nr}100$	0,093	0,311	0,966
R3200	8,72	1,61	0,12
$J_{nr}3200$	0,088	0,325	1,064

Bilaga 3 Resultat från RVB-undersökning

Prov:	70-100			Spindel:	27
Viskositet	Temp	Torsion	Skjuvsp.	Skjuvhast.	Rotation
mPa·s	°C	%	Pa	1/s	rpm
360	135,2	29	24	68	200
1548	110,0	62	52	36	107
11362	84,9	65	55	4,9	14,5
195735	60,0	67	57	0,29	0,85
1133929	48,3	64	54	0,05	0,14
1300000:	**47,5**	**C1:**	**7,78**	**C2:**	**103,9**

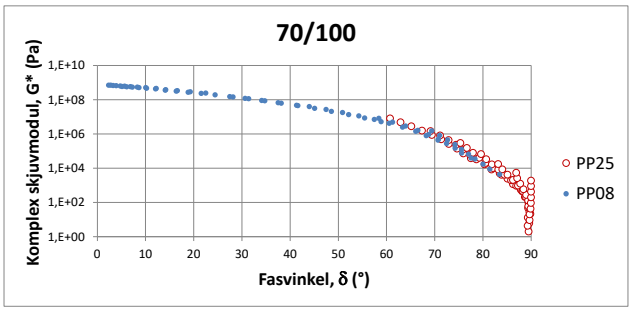
Prov:	70/100 med 15 vol% lignin 1			Spindel:	27	Prov:	70/100 med 15 vol% lignin 2			Spindel:	27
Viskositet	Temp	Torsion	Skjuvsp.	Skjuvhast.	Rotation	Viskositet	Temp	Torsion	Skjuvsp.	Skjuvhast.	Rotation
mPa·s	°C	%	Pa	1/s	rpm	mPa·s	°C	%	Pa	1/s	rpm
1320	135,2	54	46	35	102	765	135,2	50	43	56	164
4114	114,9	54	46	11	33	2377	115,0	49	42	18	52
17564	95,1	55	47	2,7	7,8	10163	95,1	50	42	4,2	12,3
116387	75,0	55	47	0,40	1,19	68717	60,0	52	44	0,64	1,89
1240909	56,0	55	46	0,04	0,11	1279545	52,5	56	48	0,04	0,11
1300000:	**55,7**	**C1:**	**7,30**	**C2:**	**115,0**	**1300000:**	**52,4**	**C1:**	**7,52**	**C2:**	**109,9**

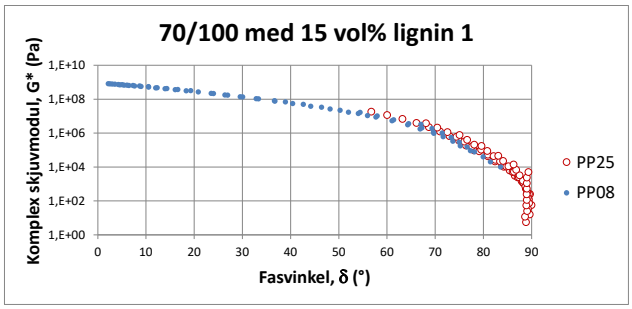
Prov:	70/100 med 20 vol% lignin 1			Spindel:	27	Prov	70/100 med 20 vol% lignin 2			Spindel:	27
Viskositet	Temp	Torsion	Skjuvsp.	Skjuvhast.	Rotation	Viskositet	Temp	Torsion	Skjuvsp.	Skjuvhast.	Rotation
mPa·s	°C	%	Pa	1/s	rpm	mPa·s	°C	%	Pa	1/s	rpm
1996	134,9	69	59	30	87	919	135,1	53	45	49	145
6069	114,9	66	56	9	27	2850	115,0	51	44	15	45
25902	95,1	63	54	2,1	6,1	12284	95,1	51	43	3,5	10,4
172059	75,1	59	50	0,29	0,85	82271	75,1	50	43	0,52	1,53
1214773	59,0	53	45	0,04	0,11	1134091	54,5	50	42	0,04	0,11
1300000:	**58,5**	**C1:**	**7,09**	**C2:**	**115,8**	**1300000:**	**53,6**	**C1:**	**7,47**	**C2:**	**111,5**

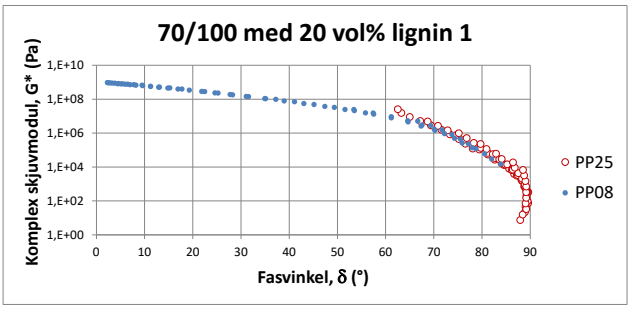
Prov:	70/100 med 25 vol% lignin 1			Spindel:	27	Prov:	70/100 med 25 vol% lignin 2			Spindel:	27
Viskositet	Temp	Torsion	Skjuvsp.	Skjuvhast.	Rotation	Viskositet	Temp	Torsion	Skjuvsp.	Skjuvhast.	Rotation
mPa·s	°C	%	Pa	1/s	rpm	mPa·s	°C	%	Pa	1/s	rpm
3515	135,0	59	50	14	42	1455	135,2	85	72	50	146
10781	114,9	52	44	4	12	4541	115,0	83	71	16	46
31632	100,0	46	39	1,2	3,6	13183	100,1	85	72	5,5	16,1
114971	85,1	40	34	0,30	0,90	79380	80,0	87	74	0,93	2,74
576786	70,0	32	27	0,00	0,10	1566964	56,0	88	75	0,05	0,14
1300000:	**63,7**	**C1:**	**6,64**	**C2:**	**112,8**	**1300000:**	**57,2**	**C1:**	**7,14**	**C2:**	**110,4**

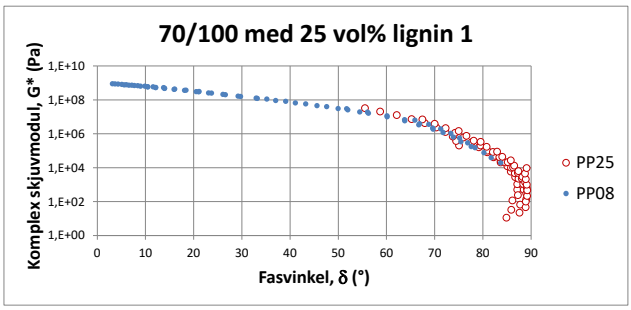
Prov:	70/100 med 25 vol% granitfiller			Spindel:	27
Viskositet	Temp	Torsion	Skjuvsp.	Skjuvhast.	Rotation
mPa·s	°C	%	Pa	1/s	rpm
1360	134,9	72	61	45	132
3138	119,8	70	60	19	56
28893	90,0	71	60	2,1	6,1
811364	60,0	71	61	0,07	0,22
1233036	57,0	69	59	0,05	0,14
1300000:	**56,6**	**C1:**	**7,33**	**C2:**	**114,2**

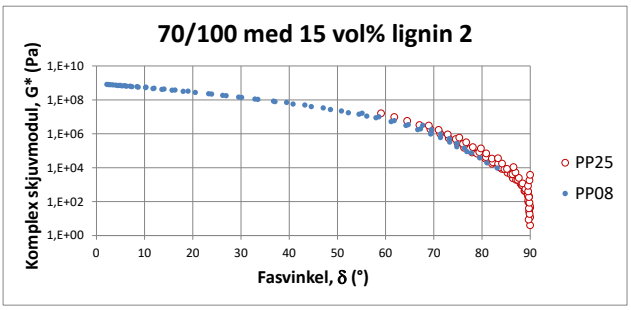
Bilaga 4 Blackdiagram från oscillerande DSR-mätningar

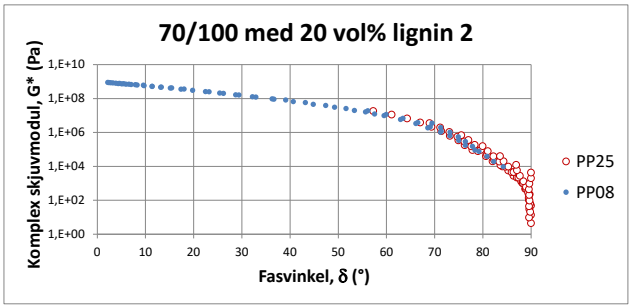


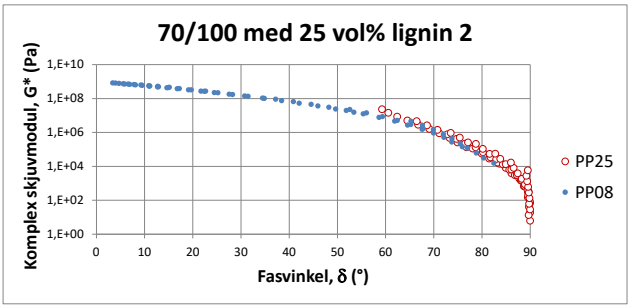


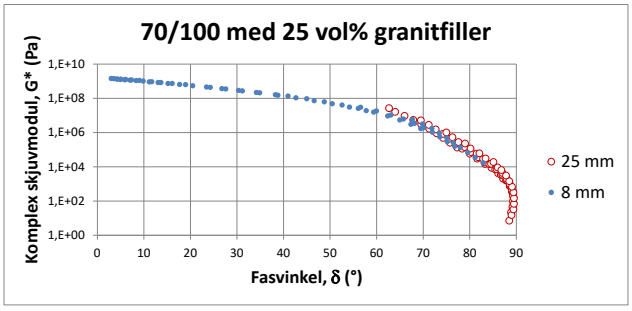




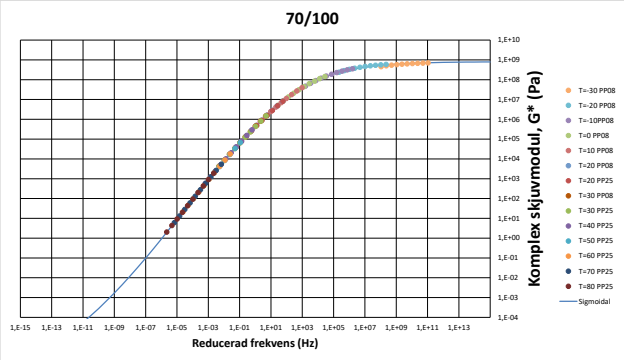


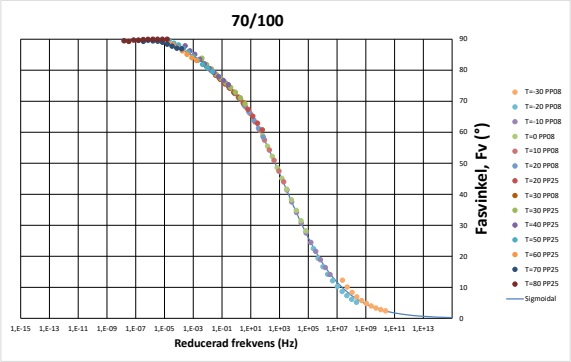


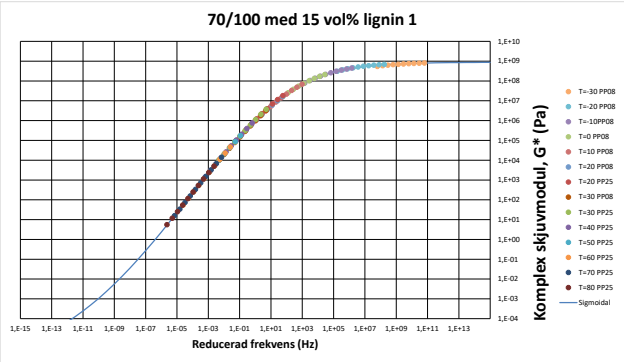


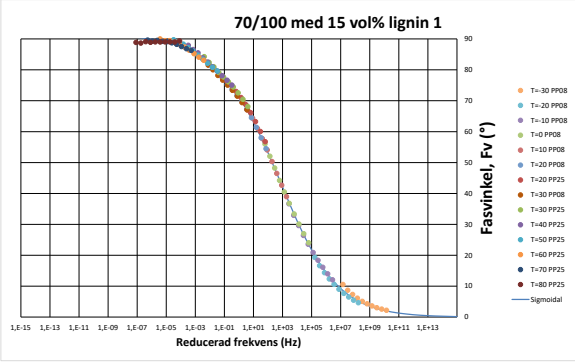


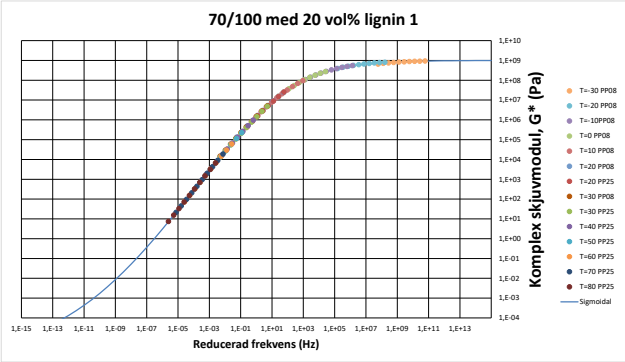
Bilaga 5 Masterkurvor för komplex skjuvmodul och fasvinkel från oscillerande DSR-mätningar

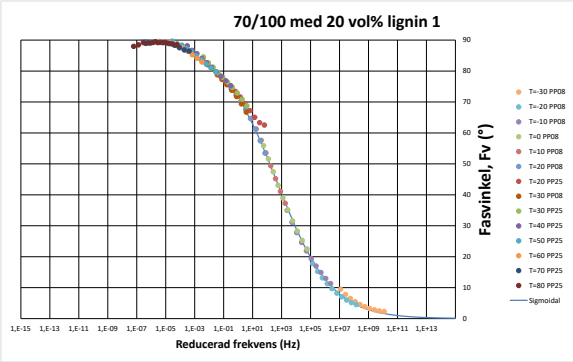


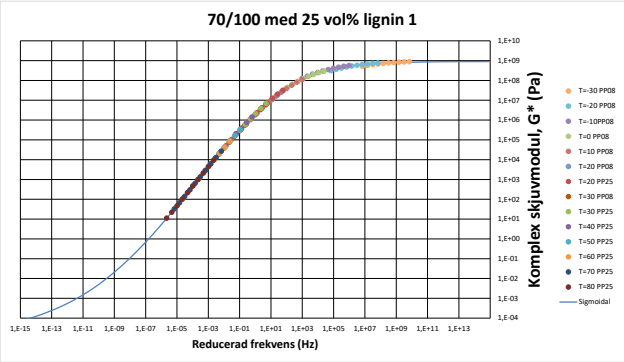


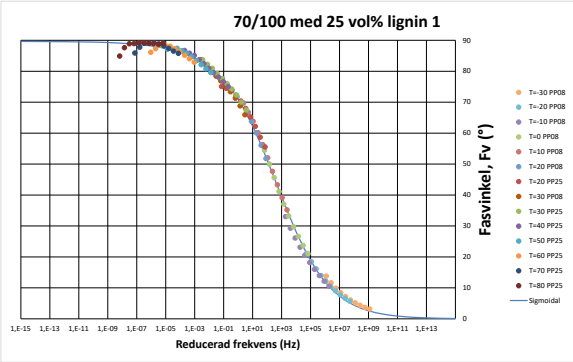


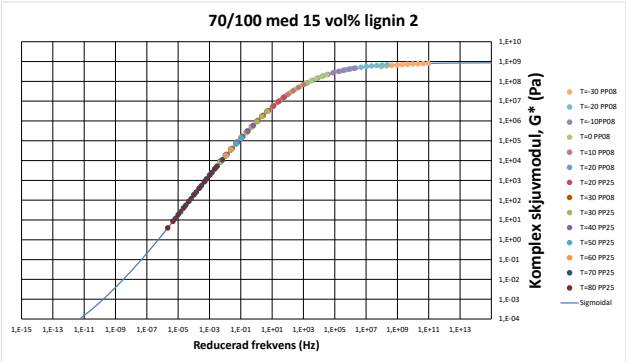


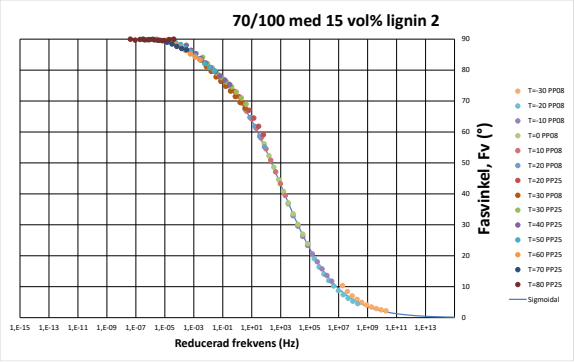


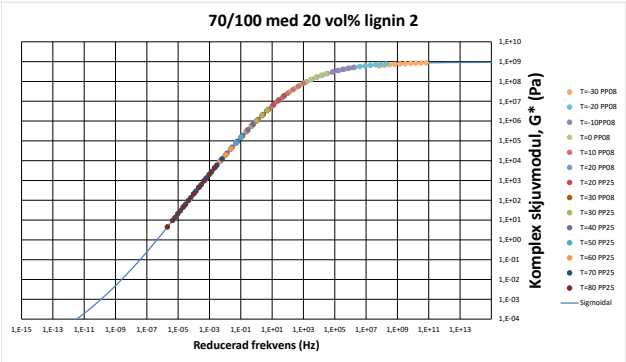


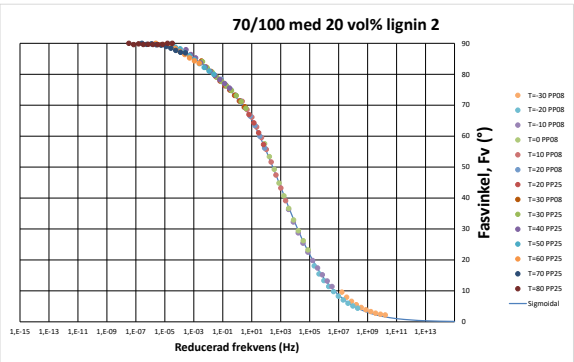


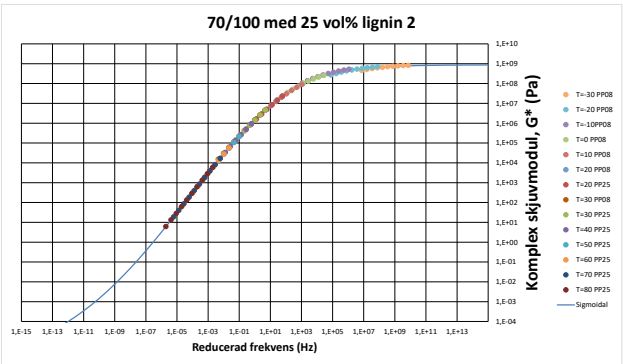


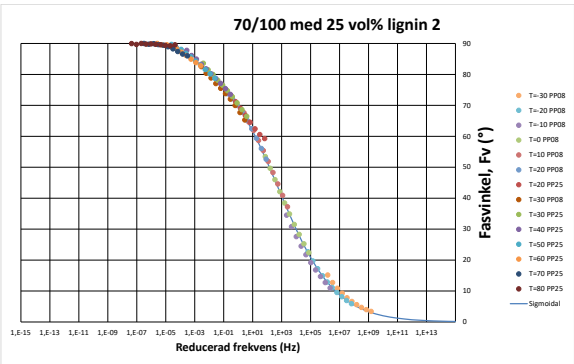

70/100 med 15 vol% lignin 2
Komplex skjuvmodul, G* (Pa)
Reducerad frekvens (Hz)
T=-30 PP08
T=-20 PP08
T=-10PP08
T=0 PP08
T=10 PP08
T=20 PP08
T=20 PP25
T=30 PP08
T=30 PP25
T=40 PP25
T=50 PP25
T=60 PP25
T=70 PP25
T=80 PP25
Sigmoidal

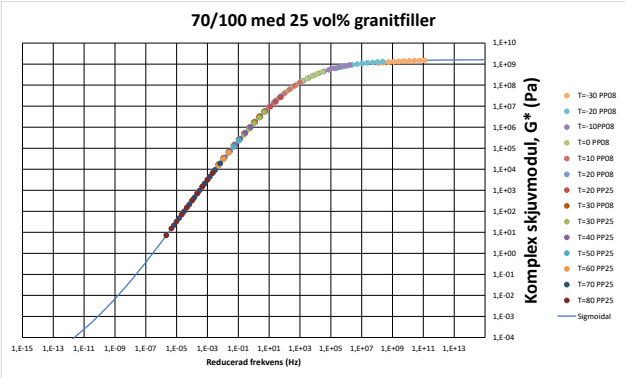

70/100 med 15 vol% lignin 2
Fasvinkel, Fv (°)
Reducerad frekvens (Hz)
T=-30 PP08
T=-20 PP08
T=-10 PP08
T=0 PP08
T=10 PP08
T=20 PP08
T=20 PP25
T=30 PP08
T=30 PP25
T=40 PP25
T=50 PP25
T=60 PP25
T=70 PP25
T=80 PP25
Sigmoidal

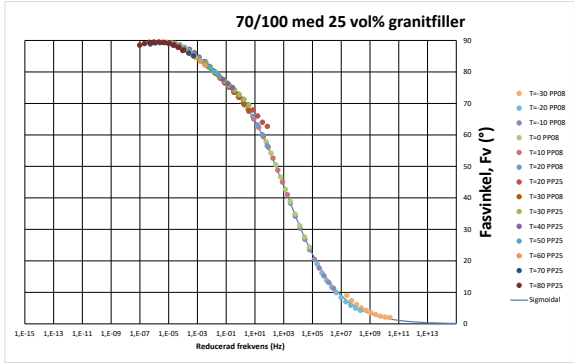

70/100 med 20 vol% lignin 2
Komplex skjuvmodul, G* (Pa)
Reducerad frekvens (Hz)
T=-30 PP08
T=-20 PP08
T=-10PP08
T=0 PP08
T=10 PP08
T=20 PP08
T=20 PP25
T=30 PP08
T=30 PP25
T=40 PP25
T=50 PP25
T=60 PP25
T=70 PP25
T=80 PP25
Sigmoidal


70/100 med 20 vol% lignin 2
Fasvinkel, Fv (°)
Reducerad frekvens (Hz)
T=-30 PP08
T=-20 PP08
T=-10 PP08
T=0 PP08
T=10 PP08
T=20 PP08
T=20 PP25
T=30 PP08
T=30 PP25
T=40 PP25
T=50 PP25
T=60 PP25
T=70 PP25
T=80 PP25
Sigmoidal


70/100 med 25 vol% lignin 2
Komplex skjuvmodul, G* (Pa)
Reducerad frekvens (Hz)
T=-30 PP08
T=-20 PP08
T=-10PP08
T=0 PP08
T=10 PP08
T=20 PP08
T=20 PP25
T=30 PP08
T=30 PP25
T=40 PP25
T=50 PP25
T=60 PP25
T=70 PP25
T=80 PP25
Sigmoidal


70/100 med 25 vol% lignin 2
Fasvinkel, Fv (°)
Reducerad frekvens (Hz)
T=-30 PP08
T=-20 PP08
T=-10 PP08
T=0 PP08
T=10 PP08
T=20 PP08
T=20 PP25
T=30 PP08
T=30 PP25
T=40 PP25
T=50 PP25
T=60 PP25
T=70 PP25
T=80 PP25
Sigmoidal


70/100 med 25 vol% granitfiller
Komplex skjuvmodul, G* (Pa)
Reducerad frekvens (Hz)
T=-30 PP08
T=-20 PP08
T=-10PP08
T=0 PP08
T=10 PP08
T=20 PP08
T=20 PP25
T=30 PP08
T=30 PP25
T=40 PP25
T=50 PP25
T=60 PP25
T=70 PP25
T=80 PP25
Sigmoidal


70/100 med 25 vol% granitfiller
Fasvinkel, Fv (°)
Reducerad frekvens (Hz)
T=-30 PP08
T=-20 PP08
T=-10 PP08
T=0 PP08
T=10 PP08
T=20 PP08
T=20 PP25
T=30 PP08
T=30 PP25
T=40 PP25
T=50 PP25
T=60 PP25
T=70 PP25
T=80 PP25
Sigmoidal

Bilaga 6 Nynas matriser för frekvenser och amplituder vid frekvenssveptest

Frekvenser och amplituder använda vid utförande av frekvenssveptester med PP25.

PP25							
Vinkelfrekvens [rad/s]	Temperatur [°C]						
	20	30	40	50	60	70	80
	Amplituder [%]						
0,1	0,797	1,25	1,93	2,95	4,44	6,60	9,70
0,215	0,630	0,988	1,53	2,33	3,51	5,21	7,67
0,464	0,497	0,78	1,21	1,84	2,77	4,12	6,06
1	0,393	0,617	0,953	1,45	2,19	3,26	4,79
2,15	0,311	0,487	0,753	1,15	1,73	2,57	3,78
4,64	0,245	0,385	0,595	0,907	1,37	2,03	2,99
10	0,194	0,304	0,47	0,717	1,08	1,61	2,36
21,5	0,153	0,24	0,371	0,567	0,853	1,27	1,87
46,4	0,121	0,19	0,294	0,448	0,674	1,00	1,47
100	0,0956	0,15	0,232	0,354	0,532	0,792	1,16

Frekvenser och amplituder använda vid utförande av frekvenssveptester med PP08.

PP08							
Vinkelfrekvens [rad/s]	Temperatur [°C]						
	30	20	10	0	-10	-20	-30
	Amplituder [%]						
0,1	1,25	0,797	0,50	0,309	0,187	0,111	0,0647
0,215	0,988	0,63	0,395	0,244	0,148	0,0878	0,0511
0,464	0,78	0,497	0,312	0,193	0,117	0,0694	0,0404
1	0,617	0,393	0,247	0,152	0,0922	0,0548	0,0319
2,15	0,487	0,311	0,195	0,12	0,0729	0,0433	0,0252
4,64	0,385	0,245	0,154	0,095	0,0576	0,0342	0,0199
10	0,304	0,194	0,122	0,0751	0,0455	0,027	0,0157
21,5	0,24	0,153	0,0961	0,0593	0,0359	0,0214	0,0124
46,4	0,19	0,121	0,0759	0,0469	0,0284	0,0169	0,00983
100	0,15	0,0956	0,06	0,037	0,0224	0,0133	0,00776