



Riikka Hyttinen

# Bitumiemulsiomyllyn käyttöönotto laboratoriomittakaavassa

Metropolia Ammattikorkeakoulu

Bio- ja kemiantekniikka

Materiaali- ja pinnoitetekniikka koulutusohjelma

Insinöörityö

10.4.2022

## Tiivistelmä

Tekijä:	Riikka Hyttinen
Otsikko:	Bitumiemulsiomyllyn käyttöönotto laboratoriomittakaavassa
Sivumäärä:	26 sivua + 3 liitettä
Aika:	10.4.2022
Tutkinto:	Insinööri (AMK)
Tutkinto-ohjelma:	Bio- ja kemiantekniikka
Suuntautumisvaihtoehto:	Materiaali- ja pinnoitetekniikka
Ohjaaja(t):	yliopettaja Kai Laitinen tuotekehityspäällikkö Nina Orttenvuori tutkimusinsinööri Jarno Schmidt

---

Tämän opinnäytetyön tarkoitus on kuvata bitumiemulsion valmistamista ja bitumiemulsiomyllyn käyttöönottoa laboratoriomittakaavassa. Opinnäytetyön tilaaja on Peab Industri Oy. Rakennustuotteeksi luokiteltava bitumiemulsio on veden ja bitumin välinen seos. Bitumiemulsiota käytetään teiden päällystys tuotteissa kiviaineksen sideaineena. Opinnäytetyö on toteutettu tekemällä kirjallisuuskatsaus, jota seurasi bitumiemulsionmyllyn koekäyttöönotto ja koebitumiemulsioiden analysointi. Opinnäytetyön teoriaosuudessa käsitellään bitumeja, bitumiemulsioita, bitumiemulsionmyllyn toimintaa, validointia ja laitekvalifiointia.

Käytännönsuudessa kuvataan bitumiemulsiomyllyn koekäyttö, riskienarviointi, käyttöönoton suunnitelma ja suunnitelman päivitys, koebitumiemulsioiden valmistus ja tulosten analysointi. Koebitumiemulsiosta arvioitiin niiden ulkoisia ominaisuuksia, pH:ta, haihdutusjäännöstä ja rotaatioviskositeettiä. Näillä menetelmillä saadaan tietoa valmistetusta tuotteesta sekä laitteen toiminnasta. Tämän lisäksi toteutettiin bitumiemulsiomyllyn lämpötilan hallintaa.

Opinnäytetyössä saatuja tuloksia voidaan pitää hyvänä ja voidaan todeta, että näiden tulosten perusteella bitumiemulsiomyllillä valmistettiin syötetyn reseptin mukaista bitumiemulsiota. Otanta jäi kuitenkin pieneksi ja tämän pohjalta ei voida tehdä lopullisia johtopäätöksiä myllyn toimivuudesta. Bitumiemulsiomyllyn lämpötila-anturit näyttivät totuudenmukaista lämpötilaa tehtyjen rinnakkaismittausten perusteella. Jatkotoimenpiteenä bitumiemulsiomyllillä on suositeltavaa suorittaa tässä opinnäytetyössä esitetty koekäyttöönottoon tehty alkuperäinen suunnitelma. Suunnitelma voitaisiin toteuttaa sellaisenaan tai suunnitelmaa voitaisiin täydentää vielä erilaisilla koeajoilla. Toinen jatkotoimenpide ehdotus on bitumiemulsion laatu- ja tuotekehitys bitumiemulsiomyllillä. Myllillä voitaisiin optimoida bitumiemulsion reseptiikkaa ja optimoida tuotantoa.

Avainsanat: bitumi, bitumiemulsio, bitumiemulsiomylly

## Abstract

Author(s):	Riikka Hyttinen
Title:	Bitumen Emulsion and Its Production on a Laboratory Scale
Number of Pages:	26 pages + 3 appendices
Date:	10 April 2022
Degree:	Bachelor of engineering
Degree Programme:	Materials technology and surface engineering
Specialisation option:	Biotechnology and Chemical engineering
Instructor(s):	Kai Laitinen, Principal Lecturer Nina Orttenvuori, Product development manager Jarno Schmidt, Research engineer

---

The purpose of this thesis was to describe the production of a bitumen emulsion and the commissioning of a bitumen emulsion mill on a laboratory scale. A bitumen emulsion classified as a construction product is a mixture between water and bitumen. Bitumen emulsion is used in road paving products as a binder for aggregates. The thesis was executed by conducting a literature review, which was followed by the commissioning of a bitumen emulsion mill and the analysis of test bitumen emulsions. The theoretical part of the thesis consists of information on bitumens, bitumen emulsions, bitumen emulsion mill operation, validation, and equipment qualification.

The practical part describes the trial operation of the bitumen emulsion mill, the risk assessment, the implementation plan and plan update, the preparation of the test bitumen emulsions and the analysis of the results. The test properties were evaluated for their visual properties, pH value, evaporation residue and rotational viscosity. These methods provide information about the manufactured product and the operation of the device. Temperature control of the bitumen emulsion mill was implemented.

The results obtained in the thesis can be considered good. On the basis of on these results, a bitumen emulsion according to the set recipe was produced in a bitumen emulsion mill. However, the sample remained small, and no definitive conclusions can be drawn from the operation of the mill. The temperature sensors of the bitumen emulsion mill showed a true temperature based on the parallel measurements made. As a follow-up to the bitumen emulsion mill, it is recommended to execute the original plan for commissioning presented in this thesis. The plan could be implemented as it is, or the plan could be supplemented with various test runs. Another follow-up proposal is the quality and product development of a bitumen emulsion with a bitumen emulsion mill. The mill could be used to optimize the recipe for the bitumen emulsion and optimize production.

Keywords: bitumen, emulsion, emulsion mill

## Sisällys

1	Johdanto	1
2	Raakaöljy ja bitumi	1
2.1	Bitumin rakenne ja koostumus	2
2.2	Bitumituotteet	3
2.3	Bitumien testimenetelmät ja luokittelu	4
3	Bitumiemulsio	5
3.1	Emulgaattori	7
3.2	Bitumin suolatasapaino ja happotasapaino	8
3.3	Bitumiemulsion testimenetelmät	8
4	Bitumiemulsiomyllyn toimintaperiaate	10
5	Validointi	12
6	Laitekvalifointi	13
7	Bitumiemulsiomyllyn riskienarviointi	15
8	Bitumiemulsiomyllyn asennus ja koekäyttö	15
8.1	Suunnitelman päivitys	18
9	Bitumiemulsioiden testaaminen	19
9.1	Tutkittavat bitumiemulsiot	19
9.2	pH:n mitta	19
9.3	Haihdotusjäännöksen mitta	20
9.4	Rotaatioviskositeetin mitta	21
10	Tulokset ja tulosten analysointi	22
11	Pohdinta	25
	Lähteet	27
	Liitteet	1

Suoritetut mittaustulokset

1

Kalibrointitodistus

2

## 1 Johdanto

Peab Industri Oy on yksi suurimmista Pohjoismaiden rakennusyhtiöistä. Peab työllistää Pohjoismaissa 16 000 henkilöä, joista Suomessa yli 2 000. Peab-konsernin toiminta voidaan jakaa neljään eri osa-alueeseen: rakentamiseen, kiinteistökehitykseen, infrarakentamiseen ja teollisuuteen. Peabin liikevaihto on 5,5 miljardia euroa ja Peab-konsernin osake on listattu Tukholman pörssiin. Peabin arvot ovat luotettavuus, henkilökohtaisuus, käytännönläheisyys ja kehittyvyys. [1.]

Tämän opinnäytetyön tarkoituksena on bitumiemulsiomyllyn käyttöönotto Peab Industri Oy:n Vantaan keskuslaboratoriossa. Keskuslaboratoriossa tehdään muun muassa bitumien ja bitumiemulsioiden laadunvalvontaa ja tuotekehitystä. Bitumiemulsiomyllly hankittiin keskuslaboratorioon bitumiemulsion tuotekehitystä varten. Keskuslaboratorio toimii osana Peab Asfaltia. Peab Asfalt on Suomessa suurin asfaltoija, ja Peab Asfaltin toimintaa ohjaa ympäristöystävällinen sekä kestävä tulevaisuutta tavoitteleva toimintaperiaate. [2.]

Bitumiemulsio on veden ja bitumin välinen seos, jota käytetään tienpäällystys-tuotteissa kiviaineksen sideaineena. Opinnäytetyössä kuvataan bitumiemulsiomyllyn käyttöönotto. Bitumiemulsiomyllyllä valmistetaan koebitumiemulsioita ja analysoidaan saatuja tuloksia.

## 2 Raakaöljy ja bitumi

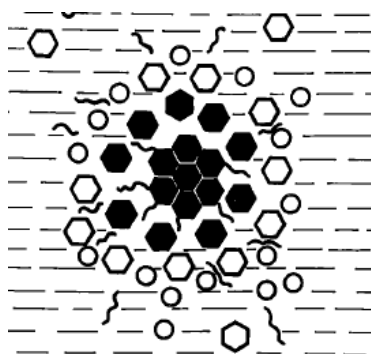
Bitumi on raakaöljyn tislauustuote. Raakaöljy on seos, joka on syntynyt maaperässä muinaisista eliölajeista, jotka ovat hautautuneet sedimenttikerroksen hapestamaan ympäristöön. Ajansaatossa hapeton tila ja paine ovat muovannet jäännökset nestemäisiksi sekä kaasumaisiksi hiilivedyiksi. Raakaöljy on nestemäinen hiilivetyseos. Raakaöljyä saadaan pumppaamalla sitä maaperästä. Raakaöljystä poistetaan ensiksi kevyemmät tuotteet kuten nesteet, maakaasu, bensiini ja diesel. Jäljelle jää lopulta bitumi. [3, s.4–5.]

Raskaimpia raakaöljyjä käytetään tyypillisesti bitumin valmistukseen, koska ne sisältävät suurimolekyylisiä asfalteeneja, jotka ovat bitumin valmistuksen kannalta keskeisempiä komponentteja. Raakaöljyn asfaltenipitoisuus on suoraan yhteydessä saatuun bitumin määrään. [4, s.13.]

## 2.1 Bitumin rakenne ja koostumus

Bitumi koostuu raskaista ja monimutkaisista hiilivetyketjuista. Bitumista on 80–85-massaprosenttia hiiltä ja noin 10-massaprosenttia vetyä. Hiilivedyt pitävät sisällään myös pieniä määriä rikkiä, typpeä, happea, nikkeliä, vanadiinia, kuparia ja rautaa.

Bitumin ja raakaöljyn kemiallista rakennetta kuvataan tyypillisesti misellimallilla, koska suurimmat asfaltenimolekyylit ovat tyypiltään niin erilaisia verrattuna kaikista pienimolekyylisempiin öljymolekyyleihin. Misellimallissa (kuva 1) ytimen muodostaa suurimmat sekä aromaattisimmat asfaltenimolekyylit. Ydintä ympäröi hartsikerros. Hartsikerros on pienimolekyylisempää ja sen tehtävänä on saada asfaltenimolekyylit liukenemaan ympäröivään öljyfaasiin [4, s.35.]



Kuva 1. Misellimalli. Mustat kuusikulmiot edustavat asfalteeneja ja valkoiset kuusikulmiot edustavat hartseja öljyssä [4, s.35].

Misellimallilla voidaan bitumit jakaa geeli- ja soolityyppeihin. Geelityyppisessä bitumissa misellirakenteet vaikuttavat toisiinsa ja synnyttävät jatkuvan rakenteen. Soolityyppisissä bitumeissa misellit voivat liikkua vapaasti toistensa suhteen, ja tällaisia bitumeja ovat lähes kaikki tislattut bitumit [4, s.35.]

Misellimalli on riippuvainen ympäristöstään, lämpötilasta, asfalteenien laadusta sekä määrästä ja ei-asfalteenisten öljyjen aromaattisuudesta. Misellimallista on kyse liukoisuudesta, joten lämpötilamuutokset vaikuttavat oleellisesti misellien kokoon. Lämpötilan noustessa, bitumi muuttuu enemmän newtonin kaltaiseksi nesteeksi, ja lämpötilan laskiessa misellikoko kasvaa ja sen käytös muuttuu ei-newtonin kaltaiseksi. [4, s.36.]

Bitumia voidaan luokitella liukoisuuden mukaan, ja tätä varten on kehitetty erilaisia fraktiointimenetelmiä. Fraktiointimenetelmät pohjautuvat siihen, että bitumissa on eri komponentteja ja niillä on erilainen liukoisuus. Fraktiointimenetelmä pääperiaate on, että asfalteenit saostetaan hiilivetyliuottimella. Liukoista osaa, jossa asfalteenit on saostettu, kutsutaan malteeniksi. Malteenia edelleen saostetaan erilaisilla liuottimilla, niin kauan kunnes kaikki öljy on saatu jaoteltua eri liukoisuuden mukaan. [4, s.36.]

## 2.2 Bitumituotteet

Bitumituotteet jaetaan tyypillisesti käyttösovelluksen tai valmistustavan perusteella. Käyttösovelluksen mukaan ne voidaan jakaa bitumiliuoksiin, bitumiöljyihin, bitumiemulsioihin ja fluksattuihin bitumeihin. Valmistustavan mukaan puolestaan ne voidaan jakaa puhallettuihin ja tislattuihin bitumeihin. Tislattuja bitumeja kuvataan tyypillisesti tunkeumaluokalla. Bitumi on sitä kovempaa, mitä pienempi tunkeumatulos siitä saadaan. Tunkeuma kuvaa bitumin kovuutta ja kertoo myös samalla bitumin muista fysikaalisista ominaisuuksista. [4, s.129.]

Bitumia voidaan käsitellä myös puhaltamalla happea sen läpi korotetussa lämpötilassa, tämänlaista tuotetta kutsutaan puhalletuksi bitumiksi. Puhalluksella pyritään vaikuttamaan bitumin kaupallisiin ominaisuuksiin. [3, s.16.]



## 2.3 Bitumien testimenetelmät ja luokittelu

Bitumituotteet luokitellaan tyypillisesti joko tunkeuma-arvon tai bitumin viskositeetin mukaisesti. Bitumista voidaan määrittellä erilaisia laadullisia ja määrällisiä ominaisuuksia. Tehtävät testimenetelmät perustuvat eurooppalaisiin standardeihin (EN). Taulukossa 1. on esitetty bitumille tehtäviä testimenetelmiä.

**Taulukko 1. Bitumien testimenetelmät [5].**

Testi	Standardi	Mitä testaa?
Tunkeuma	EN 1426	Tunkeuman tulos mittaa bitumin kovuutta ja sideaineen jäykkyyttä.
Pehmenemispiste	EN 1427	Pehmenemispiste mittaa deformaatiovastusta, viskositeettia ja valuvuutta.
Kinemaattinen viskositeetti	EN 12595	Kinemaattinen viskositeetti mittaa 135-asteessa bitumimassan valmistuksen aikaista käyttäytymistä.
Dynaaminen viskositeetti	EN 12596	Dynaaminen viskositeetti mittaa 60-asteessa bitumimassan pysyvää deformaatiota ja jyräyksen aikaista käyttäytymistä.
Leimahduspiste	EN ISO 2592/2719	Leimahduspisteellä tutkitaan bitumin turvallisuutta ja kevyitä hiilivetyjä.
Liukoisuus	EN 12592	Tolueeniin liukoisuudella tutkitaan bitumin puhtautta.
Fraass	EN 12593	Fraassilla tutkitaan bitumin kylmäominaisuuksia.

RTFOT	EN 12607-1	RTFOT simuloi massan valmistusta ja kuljetusta työmaalle, kärynmuodostusta/VOC-päästöjä ja bitumin kovettumista. Tämä testi toimii myös työturvallisuus- ja ympäristötestinä.
TFOT	EN 12607-2	TFOT simuloi nopeutetusti bitumin vanhennusta tien päällä. TFOT:in vanhenuksen on tarkoitus kuvata bitumin muutokset 7–8 vuoden aikana.
PAV	EN 14769	PAV simuloi nopeutetusti bitumin painevanhentumista.

### 3 Bitumiemulsio

Bitumi ja bitumiemulsio määritellään rakennustuotteeksi. Rakennustuotteen tulee olla turvallinen, terveellinen ja ominaisuuksiltaan sellainen, että rakennuskohde täyttää maankäyttö- ja rakennuslaissa säädetyt olennaiset tekniset vaatimukset, kun rakennus on suunniteltu, huollettu ja rakennettu oikein. Rakennustuotteiden kelpoisuutta ja turvallisuutta voidaan osoittaa CE-merkinnällä tai kansallisella tuotehyväksynnällä. [6.]

CE-merkintä tulee olla niillä rakennustuotteilla, joilla on käytössä yhdenmukainen standardi. Mikäli tuotteella ei ole CE-merkintää, toimitaan kansallisten ja valmistajilleen vapaaehtoisen hyväksyntämenettelyjen mukaan. [6.] Bitumiemulsion tulee täyttää SFS-EN 13808 standardin laatuvaatimukset, ja Suomessa suositellaan käytettäväksi bitumiemulsion osalta omia laatuvaatimuksia. [7.]

Emulsion määritelmä on kahden toisiinsa liukenemattoman nesteiden hienojakoinen dispersio. Dispersiossa toinen muodostaa jatkuvan faasin ja toinen epäjatkuvan faasin. Epäjatkuvuus faasi on jatkuvassa faasissa pieninä pisaroina. [4, s.127.]

Bitumiemulsion tarkoitus on toimia kiviaineksen sideaineena ja se on teknista-  
loudellisesti edullisempi kuin pelkkä bitumi [7 s.102]. Bitumiemulsion teknista-  
loudellinen toiminta perustuu siihen, että bitumista tehdään bitumiemulsiota ve-  
den kanssa. Vesi haihtuu levitettäessä tielle, mutta halutut bitumin ominaisuudet  
saadaan käyttöön. Bitumiemulsio on bitumin ja veden sekä apuaineiden muo-  
dostama seos, jossa bitumipisaroiden koko vaihtelee 0,1–20 µm. Bitumiemulsi-  
oita käytetään tienpäällystystuotteiden sideaineena. Bitumiemulsiossa käyte-  
tään tyypillisesti tislattua pehmeätä sekä viskositeetiltään matalaa bitumia. Oh-  
jeena on, että emulsiossa käytetyn bitumin viskositeetin tulisi olla alle 200  
mm<sup>2</sup>/s. Tyypillisesti käytetty kaupallinen bitumilaatu on 160/220. [4, s.127.] Vis-  
kositeetti vaikuttaa emulsion virtauskykyyn sekä vaikuttaa suoraan siihen, miten  
se käyttäytyy, kun se levitetään tielle. Mikäli emulsion viskositeetti on liian alhai-  
nen, emulsio valuu tienpinnalta pois ja puolestaan ollessaan liian korkea se  
muodostaa tielle harjanteita ja tasaisen asfaltin levittäminen vaikeutuu. [8.]

Bitumiemulsio valmistetaan emulsiomyllässä niin, että kuuma bitumi ja vesiliuos  
saatetaan emulsiomyllään roottorin ja staattorin välistä. Emulsiomyllän virtaus-  
nopeus ja leikkausnopeus ovat suuret, mikä saa aikaiseksi pisaran muodostu-  
misen. Vesiliuokseen on lisätty emulgaattoria, suolaa sekä happoa. Emulgaatto-  
rin tehtävä on stabilisoida syntyvä emulsio. [4, s.127.] Taulukossa 2. on esitetty  
bitumiemulsion tyypillisimmät komponentit.

**Taulukko 2. Bitumiemulsion raaka-aineet [5].**

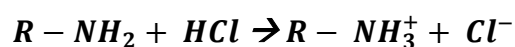
Bitumiemulsio	
Bitumi	
Vesi	
Happo	(HCl)
Suola	(CaCl <sub>2</sub> )
Emulgaattori	

Bitumiemulsiot voidaan jakaa kolmeen ryhmään: anioniseen emulsioon, kationiseen emulsioon ja non-ioniseen emulsioon. Kationisen emulsion nimi tulee positiivisesti varautuneista bitumihiukkasista bitumiemulsiossa ja puolestaan anioninen emulsion nimi tulee negatiivisesti varautuneista bitumihiukkasista. Non-ioninen emulsio on ulospäin varaukseton. Kationista bitumiemulsiota käytetään kuitenkin Suomessa tiepäällysteissä, koska sillä saadaan paras tartunta suomalaiseseen kiviainekseen. Kationiset emulsiot ovat happamia, eli niiden pH on alle 7. [5.]

### 3.1 Emulgaattori

Emulgaattorilla on merkitsevä tehtävä emulsion synnyssä. Emulgaattorin tehtävä on vähentää pintajännitystä sekä stabilisoida syntyvä emulsio. Emulgointiaineiden toiminta perustuu kahteen erilliseen osaan, eli emulgaattorin ”pään” ja ”hännän” toimintaan. Emulgaattorin pään osa koostuu ryhmästä atomeja, joilla on kemiallisesti positiivisia ja negatiivisia latausalueita. Nämä kaksi varautunutta aluetta saavat aikaan pään muuttumisen pooliseksi. Tämän napaisuuden ja luonteen vuoksi pään atomit liukenevat veteen. Häntä koostuu pitkäketjuisesta orgaanisesta ryhmästä, joka ei liukene veteen, mutta liukenee muihin orgaanisiin aineisiin, kuten öljyihin, eli tässä tapauksessa bitumiin. Näin ollen emulgointiaine on molekyyli, jossa on sekä vesiliukoisia että öljyliukoisia osia. Tämä ainutlaatuinen ominaisuus antaa kemikaalille sen emulgointikyvyn. [3 s. 187.] Kationisissa emulsioissa emulgaattorit ovat orgaanisia pitkäketjuisia amiineja, jotka muodostavat yhdessä suolahapon kanssa ammoniumkloridisuolan ( $\text{NH}_3^+ + \text{Cl}^-$ ). Käytetyimpiä emulgaattoreita ovat kvarternääriset ammoniumsuolat sekä di- tai polyamiidit. Amiinit eivät kuitenkaan kokonaisuudessaan liukene veteen, mutta niiden suolat liukenevat. Amiinit liukenevat parhaiten veteen, veden ollessa 40–50 °C. [4, s.128.]

Kationisen emulgaattorin reaktioyhtälö:



Reaktioyhtälössä amiini reagoi vetykloridin kanssa muodostaen suolaa.

### 3.2 Bitumin suolatasapaino ja happotasapaino

Bitumin suolatasapainon ja happotasapainon mittaamista varten on olemassa tekniset spesifikaatiot. Suolatasapaino ja happotasapaino antavat paljon informaatiota bitumista sekä mahdollisesti valmistettavasta bitumiemulsiosta. Suolatasapaino ja happotasapaino eivät ole siis standardisoituja menetelmiä, mutta voivat antaa merkityksellistä tietoa bitumista ja bitumiemulsioista.

Bitumiemulsiossa bitumipisaroiden ja vesifaasin välillä vaikuttaa osmoottinen paine. Tämän tasapainon ja bitumiemulsion viskositeetin säilymiseksi lisätään happoveteen suolaa ( $\text{CaCl}_2$ ). [3, s.188, 5]. Bitumin suolapitoisuutta voidaan tutkia teknisen spesifikaation CEN/TS 17481:2020:n mukaisesti [5.]

Hapon tehtävä on emulsiossa neutralisoida amiiniryhmiä ja kontrolloida pH-arvoa. Tyypillisesti haluttu bitumiemulsion pH-arvo on 2–5. Bitumiemulsion varastoitus heikkenee, kun pH-arvo nousee, kun puolestaan liian matala pH-arvo ( $< 1,5$ ) heikentää bitumin ja kiviaineksen välistä tartuntaa. On oleellista tarkastella bitumiemulsiossa käytetyn bitumin pH:ta. Happolukua voidaan tutkia teknisen spesifikaation CEN/TS 17482:2020:en mukaisesti. [5.]

### 3.3 Bitumiemulsion testimenetelmät

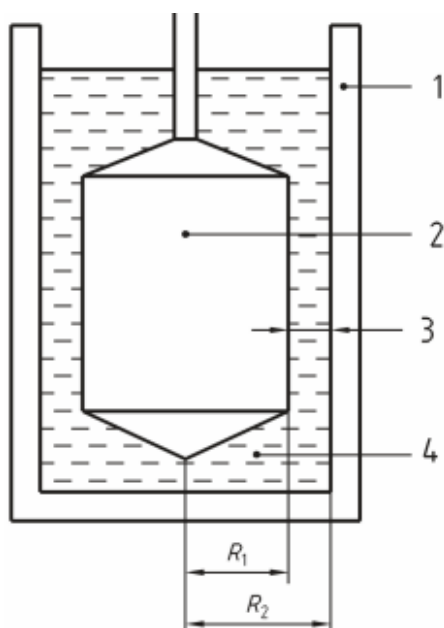
Valmiin bitumiemulsion laatua voidaan arvioida seuraavilla testimenetelmillä. Tehtävät menetelmät perustuvat eurooppalaisiin standardeihin (EN). Taulukossa 3. on esitetty bitumiemulsion testimenetelmät.

**Taulukko 3. Bitumiemulsion testimenetelmät [5].**

Testimenetelmä	Standardi	Menetelmä
Näkyvät ominaisuudet	EN 1431	Tarkastellaan bitumiemulsion aistinvaraisia ominaisuuksia, kuten väriä, kiiltoa ja hajua.

Murtuvuus	EN 13075-1	Lisätään bitumiemulsioon standardoitua hiekkaa, bitumiemulsiota jatkuvasti sekoittaen. Katsotaan missä vaiheessa hiekka ei enää sekoitu, vaan emulsio "murttuu".
Viskositeetti	EN 13302	Mitataan bitumiemulsioon viskositeettiä.
pH	EN 12850	Mitataan bitumiemulsioon pH-arvoa.
Seulontajäännös	EN 1429	Mitataan kuinka paljon seulaan jää bitumia.
Bitumipitoisuus	EN 1431	Voidaan käyttää myös vaihtoehtoisista in-house menetelmää, jos testimenetelmien vastaavuus on määritelty. Esimerkiksi Drying balance -menetelmää EN 16849.
Haihduksen jälkeiset ominaisuudet	EN 13074-1	Tämän jälkeen suoritetaan jäljelle jääneen lopullisen bitumituotteen ominaisuuksia. Esimerkiksi viskositeetti, voimavenymä tai tunkeuma riippuen bitumiemulsioon laadusta.

Bitumin ja bitumisten sideaineiden dynaaminen viskositeetti ja rotaatioviskositeetti määritellään SFS-EN 13302:2018-standardissa. Menetelmä perustuu siihen, että tutkittavaa näytettä kaadetaan näyteastiaan ja pyörivä kara upotetaan näyteastiaan. Näyte, näyteastia ja kara esilämmitetään 40 °C:seen ja annetaan lämmön tasaantua. Rotaatioviskosimetri samoin saatetaan lämpötilaan 40 °C. Kara mittaa siihen kohdistettua näytteen antamaa pyörimisvastusta, viskositeettiä. Karan annetaan pyöriä näytteessä vähintään 2 minuutin ajan, kunnes karan liike pysyy tasalaatuisena. Laite näyttää tuloksen laitteen näyttöpäätteellä. Kuvassa 2. kara upotettuna näytteeseen, joka on näyteastiassa. [9.]



Kuva 2. Numero 1. esittää näyteastian reunaa. Numero 2. on pyörivä kara. Numero 3. on mitattavan näytteen paksuus. 4. on näytteen määrä, joka jää testin ulkopuolelle. [8, 9.]

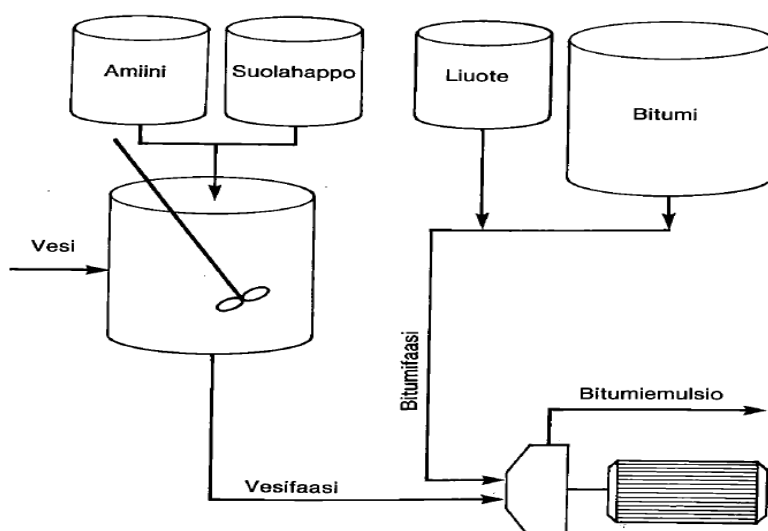
Bitumiemulsisuuden määrittäminen perustuu siihen, että vesi haihdutetaan pois bitumiemulsiosta kuivausvaan avulla. Näyte punnitaan kuivausvaanalla ( $4,0 \text{ g} \pm 0,5 \text{ g}$ ) ja lämmitetään kuivausvaanalla  $150 \text{ °C}$ :seen. Haihdutuksen ollessa valmis ilmoittaa kuivausvaaka haihdutetun veden määrän prosentteina. Haihdutetun veden määrä vähennetään 100 ja vähennyslaskusta syntynyt luku ilmaisee bitumin määrää prosentteina. [10.]

pH-mittari ja elektrodi kalibroidaan käyttämällä standardipuskuriliuoksia. Kalibroinnin jälkeen suoritetaan näytteestä varsinainen mittaus [11].

## 4 Bitumiemulsiomyllyn toimintaperiaate

Bitumiemulsio valmistetaan emulsiomyllässä, joka on tyypillisesti kolloidimylly. Kolloidimyllyn toimintaperiaate perustuu roottorin ja staattorin toimintaan. Roottori on moottorin pyörivä osa ja se pyörii suurilla nopeuksilla jopa 2000–12 000 rpm. Staattori on puolestaan moottorin kiinteä osa. Roottorin ja staattorin välinen välilyönti on tyypillisesti 0,25–0,50 mm ja on yleensä säädettävissä. [3, s.190.]

Bitumi ja vesiliuos johdetaan roottorin ja staattorin jyräpintojen kapeaan väliin samanaikaisesti. Roottorin ja staattorin pinta koostuu pienistä metallihampaista, jotka leikkaavat bitumia ja vesiliuosta. Näin bitumiin ja vesiliuokseen saadaan kohdistettua suuri leikkausjännitys ja virtausnopeus, mikä johtaa rakenteen rikkoutumiseen ja hajoamiseen. Kolloidimyllyä käytetään usein lisäämään suspensioiden ja emulsioiden stabiilisuutta sekä suspensioiden kiinteiden aineiden hiukkaskoon pienentämiseen. Vesiliuoksessa oleva emulgaattori estää bitumia ja vettä erkanemaan omaksi faasiksi. [4, s. 127–128.] Kuva 3. on esitetty kationisen bitumiemulsion valmistusperiaate.



Kuva 3. Kationisen bitumiemulsion valmistusperiaate [4].

Vesiliuoksen ja bitumin lämpötilat ovat kriittiset ja vaikuttavat koko prosessiin. Kolloidimyllyyn tulevan bitumin viskositeetti ei saa ylittää 0,2 Pa·s. Bitumin lämpötila tulisi säilyä 100–140 °C:ssa, jotta haluttu viskositeetti säilyisi läpi prosessin. Bitumiemulsioon käytettävien bitumien dynaamisen sekä kinemaattisen viskositeetin tutkiminen on näin perusteltua [3, s.190.]

Veden kiehumisen välttämiseksi vesifaasin lämpötila säädetään niin, että vesifaasin lämpötila on sellainen, että ulostulevan emulsion lämpötila on alle 90 °C. [3, s.190]. Emulsion uloslämpötilan säätelyyn käytetään veden lämpötilan optimoimisen lisäksi bitumiemulsiomyllyssä olevaa jäähdytintä.



## 5 Validointi

Validoinnilla tarkoitetaan sitä, että osoitetaan menetelmän soveltuvuus suunniteltuun käyttötarkoitukseen. Suorituskykyparametrit selvitetään suunniteltujen mittaussarjojen avulla [12, s.11].

Validoinnista laaditaan raportti, jossa käy ilmi, miten menetelmä soveltuu aiotuun käyttötarkoitukseen sekä miten menetelmän luotettavuuskriteerit täyttyvät suorituskykyä kuvaavien parametrien avulla. Validointiraportin tulee pitää sisällään:

- menetelmän tavoite ja menetelmän toteutus (testimittausten suorittaminen)
- kriittiset reagenssit ja vertailumateriaalit (tunnistetiedot, toimitukset, valmistuserätiedot)
- valmistajan sertifikaatti, omat testaukset ja havainnot)
- laitteen toimintakunto (laitteparametrit ja kalibroinnit)
- määritellyt suorituskykyparametrit (mittausalue ja toistettavuus)
- mittausepävarmuuden arviointi (mittaustulosten todennäköinen vaihteluväli) vertailumittaukset (koejärjestelyt, osallistuneet tahot ja käytetyt materiaalit)
- poikkeustilanteet
- kirjallisuutta ja vaihtoehtoiset menetelmät. [12, s.15.]

Validoinnin pohjalta tehdään menetelmäohje. Menetelmäohjeeseen liitetään tunnustiedot, kuka vastaa ohjeen laatimisesta ja milloin ohje on laadittu. Menetelmäohjeen tulee sisältää ainakin seuraavat tiedot:

- periaate
- sovellusalue
- näytekohtaiset tiedot
- välineistö
- kemikaalit
- analyysilaitteisto
- suorituskohtaiset seikat
- tulosten laskeminen ja käsittely
- työsuojelunäkökohdat
- jätteiden käsittely [12, s.15.]

## 6 Laitekvalifiointi

Laitekvalifioinnilla tarkoitetaan sitä, että osoitetaan laitteen tai laitteiston toiminnan olevan toivotunlaista. Laitekvalifiointi jaetaan neljään vaiheeseen: suunnittelun kvalifiointiin, asennuskvalifiointiin, toiminnan kvalifiointiin ja suorituskyvyn kvalifiointiin. [13.]

Suunnittelukvalifiointi on tärkein osa laitekvalifiointia. Suunnittelu aloitetaan siitä, miksi laite halutaan hankkia yritykselle. Laitteen hankkijan tulisi varmistua, että ostettavassa laitteessa on kaikki tarvittavat ja halutut ominaisuudet, jotka kohtaavat liiketoiminnan vaatimukset. Tyypillisesti suoritetaan laitteiden välillä vertailua sekä kilpailutetaan laitteelle hinta. Laitteen hankkijan on pidettävä huoli, että saa myyjältä tarvittavaa tukea laitteen asennuksessa sekä käyttöönotossa. Laitteen hankintaan tulee varata riittävästi resursseja sekä myyjän tukea tai se

saattaa vaikuttaa laitteen käyttöasteeseen negatiivisesti [13, s.63.] Laitteelle tulee katsoa etukäteen sopiva sijoituspaikka, mikä on valmistajan ohjeiden mukainen. [13, s.65.]

Asennuskvalifiointi pitää sisällään laitteen tarkistuksen, kun laite saapuu. Laite tarkistetaan ulkoisesti, että se on kuljetuksen jäljiltä ehjä. Tässä vaiheessa on syytä tehdä tarvittavat oheisliitännät, joita voivat olla esimerkiksi oikeanlainen ilmastointi, viemärointi tai sähkötyöt. Tämän jälkeen laitteisto kootaan ja kytetään laitteeseen virta. Ladataan tarvittavat ohjelmistot ja apuohjelmistot sekä suoritetaan asennus. Konfiguroidaan oheislaitteet kuten esimerkiksi tulostimet sekä muut moduulit. Tässä vaiheessa tehdään laitteistolle laitekortti ja laitekansio. Laitekortista tulee pitää sisällään vähintään laitteen ja ohjelmiston tunnistetiedot: valmistajan nimi, tyyppitunnus ja sarjanumero. Tämän lisäksi on suotavaa, että kortti pitäisi sisällään kopiot raporteista, kopiot kalibrointitodistuksista, tulevat huoltosuunnitelmat ja laitteen vikatoiminnot [13, s.71–74.]

Toiminnan kvalifioinnilla tarkoitetaan dokumentoitua vahvistusta laitteiston toiminnalle. Toiminnalla tarkoitetaan sitä, että se toimii odotetusti koko oletetulla toiminta-alueella sille asetetussa ympäristössä [13, s.82]. Laitteen toiminnan kvalifioinnin voi tehdä laboratorion henkilökunta tai laitetoimittajan edustaja. Mallia voidaan hakea laitteentoimittajan testeistä. Toiminnan kvalifioinnissa suoritetaan laitteelle suunnitelmassa laaditut testit ja tulokset hyväksytään tai ei hyväksytä. Siinä tapauksessa, jos tuloksia ei hyväksytä, laite korjataan ja mahdollisesti määritellään laitteelle uudet käyttöönottokriteerit. Toiminnan kvalifiointia on esimerkiksi vaakojen toiminnan seuranta seurantapunnuksilla. Taajuus on oltava, jotta varmistutaan siitä, että laite on kunnossa kvalifiointien välissä [13, s.81–82.]

Suorituskyvyn kvalifiointi määritetään dokumentoimalla, että laite on käyttöominaisuuksiltaan riittävä. Tämä pitää sisällään, että laitteella saadaan toistettavia ja täsmällisiä tuloksia, jotka ovat laitteelle sekä menetelmille asetetuissa rajoissa. Laitetoimittaja määrittää laitteelle rajat ja asiakkaan kanssa määritetään

menetelmälle asetetut rajat. Suorituskyvyn kvalifiointiin kuuluu myös ennaltaehkäisevät huollot, kalibroinnit, säännölliset turvallisuustarkistukset, sisäinen auditointi ja laitteiston suorituskyvyn säännöllinen testaus [13, s.94.]

## **7 Bitumiemulsiomyllyn riskienarviointi**

Emulsionmyllyhuoneen työturvallisuuden riskienarviointi suoritettiin 16.11.2021. Riskienarvioinnissa käytiin läpi tarvittavia henkilösuojaimia, tavarankuljetusta, emulsiomyllyn huoneen siisteyttä, mahdollisia riskitilanteita, oikeanlaisia työskentelyasentoja, tutkimuskemikaalien turvallista käsittelyä ja turvallisten yhteisten työtoimintatapojen noudattamista [14.]

Emulsiomyllyhuoneessa haitallisten ja vaarallisten aineiden vuoksi iho on suojeltava pitkähihaisella paidalla sekä soveltuvilla käsineillä. Emulsiomyllyn tyhjennyksen aikana on käytettävä koko kasvon peittävää visiiriä. Tavarankuljetuksessa huomioitiin, että kannettavat kemikaalit kannetaan aina niin, että kemikaaliastian kansi on aina kunnolla kiinni. Yleinen siisteys helpottaa työskentelyä ja vähentää riskien mahdollisuutta. Työskentelyasennot ovat huomioitava eri työvaiheessa, erityisesti kun emulsiomylly tyhjennetään. Kasvoja ei saa laittaa tyhjennyshanan eteen, koska kuuma bitumi voi tulla kovalla paineella putkistosta. Käytettäviä kemikaaleja bitumiemulsion valmistuksessa ovat suolahappo ja emulgaattori. Suolahappo on voimakkaasti iho syövyttävä ja ihoa vaurioittava kemikaali [15]. Emulgaattori on tappavan myrkyllistä nieltynä tai joutuessaan hengitysteihin. [16]. Kemikaalien käytössä noudettava asianmukaisia suojavarusteita sekä erityistä varovaisuutta. Tässä riskienhallinnan arviossa on sovittu, että työskentely tapahtuu turvallisuussyistä aluksi pareittain. Riskienhallinnassa määriteltiin lähimmät hätäsuihkun ja ensiapukaapin sijainnit [14.]

## **8 Bitumiemulsiomyllyn asennus ja koekäyttö**

Bitumiemulsiomyllyn koekäyttöönotto suoritettiin 12–13.10.2021. Bitumiemulsiomylly on tanskalaisen DenimoTechin valmistama mylly. Mylly on tarkoitettu

käytettäväksi laboratoriossa bitumiemulsioiden tuotantoon sekä niiden testaamiseen, bitumiemulsiomylly on esitetty kuvassa 4.



Kuva 4. Bitumiemulsiomylly.

Kaksipäiväinen perehdytys piti sisällään teoriaa sekä käytännön opetusta. Teoriaosuudessa käsiteltiin bitumia, bitumiemulsiota, bitumiemulsiomyllyä sekä bitumituotteita. Käytännön osuudessa tarkasteltiin myllyn toimintaperiaatetta ja asetuksia sekä ennen kaikkea sitä, että mylly toimi halutulla tavalla. Ensimmäisessä käyttöönotossa ei havaittu laitteen käytössä poikkeavuuksia.

Ensimmäisen käyttöönoton jälkeen tehtiin myllylle käyttöönoton hyväksymistä varten suunnitelma. Käyttöönotosuunnitelma on esitetty taulukossa 4.

Taulukko 4. Bitumiemulsiomyllyn käyttöönoton suunnitelma.

<b>Bitumiemulsiomyllyn käyttöönoton suunnitelma</b>
<p><u>Lämpötilojen mittaus</u> Lämpötilojen tarkistus suoritetaan kalibroidulla lämpötilamittarilla. Mitataan lämpötila valmistetusta emulsiosta, vesiliuoksesta sekä bitumista. Verrataan, ovatko tulokset samanlaiset laitteen antaman tuloksien kanssa.</p> <p><u>Rinnakkaisnäytteet</u> Valmistetaan 5x2 rinnakkaista näytettä samasta pohjabitumista samalla</p>

reseptillä. Mittausolosuhteet pidetään samanlaisina. Suoritetaan

Rinnakkaisnäytteille suoritetaan seuraavat laadunvalvontaan kuuluvat testimenetelmät: pH:n määrittäminen, viskositeetti ja bitumipitoisuuden määrittäminen. Testimenetelmät suoritetaan kansainvälisen standardin mukaisesti.

**pH:n määrittäminen** EN 12850

**viskositeetin määrittäminen** EN 13302

**bitumipitoisuuden määrittäminen** EN 16849

Valmistetaan 1x2 rinnakkaisnäyte. Suoritetaan toiselle rinnakkaisnäytteelle seuraavat laadunvalvontaan kuuluvat testimenetelmät: pH:n määrittäminen, viskositeetti ja bitumipitoisuuden määrittäminen. Lähetetään toinen rinnakkaisnäyte Ruotsiin tutkittavaksi.

Käyttöönoton suunnitelmaan valikoitui lämpötilojen tarkistus kalibroidulla lämpötilamittarilla sekä rinnakkaisten näytteiden valmistus. Bitumiemulsion valmistus on erityisen herkkä lämpötilan muutoksille. Näin ollen on perusteltua, että käyttöönotossa varmistetaan, että myllyn lämpötila-anturit antavat totuudenmukaista dataa saippuavesiliuoksen, bitumin ja bitumiemulsion lämpötilasta. Lämpötilan seuranta toteutetaan taulukon 5. mukaisesti.

Taulukko 5. Lämpötilojen mittaustaulukko.

<b>Lämpötilojen mittaus</b>						
<b>Mitattu arvo</b>	1	2	3	4	5	Ka
Saippuavesiliuoksen lämpötila						
Bitumin lämpötila						
<b>Myllyn näyttämä arvo</b>	1	2	3	4	5	Ka
Saippuavesiliuoksen lämpötila						
Bitumin lämpötila						

Lämpötilan tarkastuksen lisäksi valittiin valmistaa 5x2 rinnakkaista bitumiemulsi-onäytettä. Rinnakkaisnäytteenotolla varmistutaan, että satunnaisvirheitä ei ilmene analysoinnin ja näytteenoton aikana [17]. Näytteistä määritetään pH standardin EN 12850 mukaisesti, viskositeetti EN 13302:n mukaisesti ja bitumipitoisuus EN 16849:n mukaisesti. Nämä valikoituivat mitattaviksi suureiksi, koska näillä menetelmillä saadaan tietoa valmistetusta tuotteesta sekä laitteen toiminnasta. pH:n mittaaminen antaa tietoa bitumiemulsion varastointikestävyydestä sekä sen tartunnasta kiviainekseen.

Viskositeetin tulos kertoo, että vesi ja bitumi ovat yhdessä muodostaneet faasin, eivätkä ole jakautuneet erilliseksi faasiksi (vesi ja bitumi). Tällä tavoin saadaan myös selville, että mylly toimii halutulla tavalla. Bitumipitoisuuden määrittämisellä saadaan tietoa siitä, että myllyllä voidaan valmistaa syötetyn reseptin mukaista emulsiota. Viimeiseksi käyttöönoton suunnitelman vaiheeksi päädyttiin valmistamaan rinnakkaisnäytteet. Toisesta rinnakkaisnäytteestä tutkitaan pH, viskositeetti ja bitumipitoisuus. Toinen rinnakkaisnäyte lähetetään yhteistyökumppanille toisen laboratorioon tutkittavaksi. Käyttöönotossa suoritettavat laadunvalvontamenetelmät suoritetaan kalibroiduilla mittausrakenteilla ja standardoiduilla menetelmillä. Kalibrointi on jäljitettävissä laboratorion toimintajärjestelmään perustuen.

## 8.1 Suunnitelman päivitys

Alkuperäistä käyttöönoton suunnitelmaa ei pystytty toteuttamaan prosessissa eteen tulleiden haasteiden vuoksi. Opinnäytetyöhön käytännön osuuteen sisällytetään kolmen koe-emulsioiden tutkiminen, jotka valmistettiin koekäyttöönoton aikana. Koe-emulsiot tutkitaan ja tulokset analysoidaan. Saatuja tuloksia verrataan kirjallisuuteen sekä pohditaan niiden pohjalta laitteen toimintaa. Emulsiomyllyllä valmistettavalle emulsiolle asetetaan myös teoreettiset ylä- ja alarajat haihdutusjäännöksen tuloksille. Näin voidaan arvioida, että emulsiomylly valmistaa emulsiomyllyn asetuksien mukaista bitumiemulsiota. Lämpötilojen mittaaminen suoritetaan bitumiemulsion ja saippuavesiliuoksen säiliöistä ja näitä tuloksia verrataan bitumiemulsiomyllyn näytepäänteen tuloksiin.

## 9 Bitumiemulsioiden testaaminen

Valmiit tuotteet arvioitiin kolme kuukautta valmistuksen jälkeen. Tämä on hyvä ottaa huomioon tuloksia analysoidessa. Mittaukset suoritettiin laadukkailla ja kalibroituilla laboratorion laitteistoilla. Bitumiemulsiot valmistettiin tähän soveltuvalla 160/220-bitumista sekä saippuavesiliuoksesta, joka valmistettiin reseptin laatimien ohjeiden mukaisesti. Valmistuksen aikana mitattiin saippuavesiliuoksen lämpötilaa ja sekä pH:ta. Saippuavesiliuoksen tavoitelämpötila saavutettiin ja lämpötila on sidonnainen emulgaattorin ominaisuuksiin. Emulgaattori toimii parhaiten lämpötilan ollessa 40–50 °C. Saippuavesiliuoksen ohjeellinen lämpötila saatiin valmistajan laatimista ohjeista. Saippuavesiliuoksen lämpötilaan vaikuttavat myös bitumiemulsiomyllyn kyky jäähdyttää valmistettavaa bitumiemulsiota sekä käytettävän bitumin lämpötila. pH-arvot olivat myös valmistuksen aikana tavoitetasolla. Valmistuksen aikainen saippuavesiliuoksen pH:n tavoitetaso on 2,0–2,5. Valmiin bitumiemulsion pH sijoittuu tasoon 4,4–4,5.

### 9.1 Tutkittavat bitumiemulsiot

Tutkittavaksi bitumiemulsioiksi valittiin kahdella eri reseptillä valmistettua bitumiemulsiota. Pohjabitumi käytetyissä bitumiemulsioissa on samanlaista, ominaisuuksiltaan sellaista, joka soveltuu bitumiemulsion valmistukseen. Bitumi on laadultaan eli siis tunkeuma-alueeltaan 160/220 [0.1 mm]. Tämän tyylinen bitumi luokitellaan tiebitumiksi [7, s.94].

### 9.2 pH:n mittaus

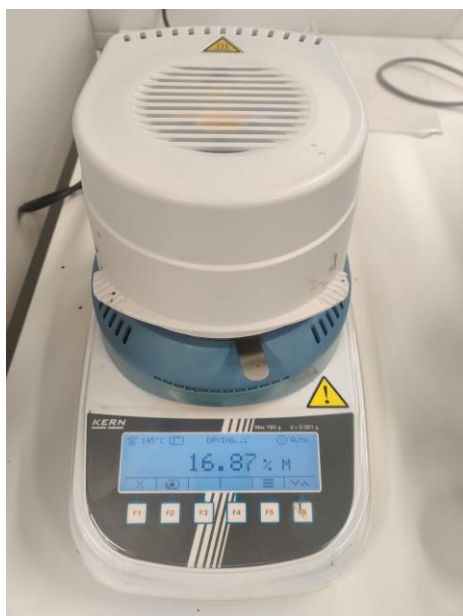
Tutkittava bitumiemulsio homogenisointiin sekoittamalla sitä spaattelilla. Tämän jälkeen tutkittiin bitumiemulsion ulkoisia ominaisuuksia kuten hajua, väriä ja koostumusta. Tämän jälkeen bitumiemulsiota kaadettiin 100 ml:n dekantterilasiin, jotta näytettä on helpompi käsitellä. Ensimmäiseksi valmiista bitumiemulsiosta suoritettiin pH:n mittaus. pH:n mittaus suoritettiin laboratorion löytyvällä Metrohm 848 Titrino plus -mittarilla. Ensiksi laite kalibroitiin kalibroitiliuoksilla pH 4 ja pH 7. Tämän jälkeen asetettiin laitteelle seuraavat mittausparametrit:



lämpötila 21 °C ja sekoittajan nopeudeksi valittiin 15. Dekanterilasiin lasiin laitettiin magneettisekoittaja ja dekanterilasi asetettiin magneettialustalle. Solvotrode pH-anturi asetettiin näytteeseen ja suoritettiin pH:n mittaus.

### 9.3 Haihdutusjäännöksen mittaus

Tutkittava bitumiemulsio homogenisointiin sekoittamalla sitä spaattelilla. Tämän jälkeen bitumiemulsiota kaadettiin 100 ml:n dekanterilasiin. Haihdutusjäännöksen mittaus suoritettiin Kernin kosteusanalysointilaitteella. Laite esilämmitettiin 150 °C:een, jonka jälkeen laite on käyttövalmis. Laite itsessään pitää sisällään vaa'an joka taarataan aluksi. Sen jälkeen asetetaan metallinen näyteastia vaa'alle, johon punnitaan tutkittavaa näytettä 4 g. Tämän jälkeen suljetaan laitteen kansi ja mittaus alkaa automaattisesti. Mittaus kestää noin 10 minuuttia ja se ilmoittaa tuloksen prosentteina, kuinka monta prosenttia se on haihduttanut näytteen massasta vettä. Laite ilmoittaa haihdutuksen jälkeen, kuinka paljon vettä on haihtunut sekä haihdutusjäännöksen. Kuvassa 5. haihdutusjäännöksen mittaus käynnissä.



Kuva 5. Haihdutusjäännösmittaus käynnissä.

## 9.4 Rotaatioviskositeetin mittaus

Tutkittava bitumiemulsio homogenisointiin sekoittamalla sitä spaattelilla. Tämän jälkeen bitumiemulsiota kaadettiin 100 ml dekanterilasiin, joka peitettiin foliolla. Bitumiemulsioon lisäksi viskositeetissa käytettävä kara sekä näyteputki lämmitettiin 30 minuutin ajan 40 °C:ssa uunissa. Viskositeetti mitattiin laitteella Brookfieldin DV1 -viskosimetrillä. Viskositeetti laite lämmitettiin myös vastaamaan 40 °C. Bitumiemulsiota kaadettiin näyteputkeen noin 2/3, jonka jälkeen näyteputki asetettiin laitteen lämmityshauteeseen. Laite kalibroitiin, minkä jälkeen kara kiinnitettiin laitteeseen ja asetettiin näyteputkeen. Pyörimisnopeudeksi valittiin 50 rps. Karan pyörimisliikkeen annettiin tasaantua 5 minuutin ajan, minkä jälkeen tulos näyttöpäätteeltä kirjattiin ylös. Koe suoritettiin samalle näytteelle kaksi kertaa ja tuloksista laskettiin keskiarvo. Kuvassa 6. rotaatioviskosimetri.



Kuva 6. Rotaatioviskosimetri

Tutkittava bitumiemulsio homogenisoitiin sekoittamalla sitä spaattelilla. Aistinvaraisista ominaisuuksista tutkittiin bitumiemulsiota kiiltoa ja väriä, epäpuhtauksia, tasalaatuisuutta sekä hajua.

Bitumiemulsiomyllyn lämpötila-antureiden tarkistusmittaukset suoritettiin Finansin kalibroidulla digitaalisella puikkoanturilämpötilamittarilla. Mittauksia suoritettiin viisi kappaletta ja lämpötiloista laskettiin keskiarvo. Mittaukset lämpötilamittarilla suoritettiin tekemällä mittaukset mahdollisimman lähellä laitteen lämpötila-antureita, kuitenkin niin että mittausaluetta vaihdettiin mittausten välissä.

## 10 Tulokset ja tulosten analysointi

Testattavaksi bitumiemulsioiksi valikoitui 3 erilaista bitumiemulsiota, jotka valmistettiin bitumiemulsion koekäytön aikana. Taulukossa 6. on esitetty koe-emulsioiden testitulokset.

**Taulukko 6. Koe-emulsioiden testitulokset.**

Valmistuksen aikainen arviointi	1. näyte	2.näyte	3.näyte
Bitumilaatu	160/220	160/220	160/220
Tekijä	RH & JS	RH & JS	RH & JS
Resepti	Bitumipitoisuus 65%	Bitumipitoisuus 65%	Bitumipitoisuus 60%
Valmistuspäivämäärä	13.10.2021	13.10.2021	13.10.2021
Saippuaveden lämpötila	38.8 °C	39.1 °C	38.4 °C
Saippuaveden pH valmistuksen aikana	2.2	2.3	2.2
Valmiin tuotteen arviointi			
Päivämäärä	14.1.2022	14.1.2022	14.1.2022
pH (EN 12850)	4.4	4.5	4.4
Viskositeetin keskiarvo (EN 13302)	270 cp/mPa*s	410 cp/ mPa*s	65 cp/ mPa*s
Haihdutusjäännös (EN 16849)	65.20%	65.51%	60.95%
Haihdutusjäännöksen erotus kahden mittauksen välillä	0.18 prosenttiyksikköä	0.29 prosenttiyksikköä	1.5 prosenttiyksikköä
Näkyvät ominaisuudet (EN 1425)	ok	ok	ok

Taulukko on jaettu kahteen osioon: valmistuksen aikana tehtyihin havaintoihin sekä valmiin tuotteen arviointiin. Valmistuksen aikana kirjattiin seuraavat tiedot: bitumiemulsioiden laatu, tekijä, resepti eli bituminpitoisuus, valmistuspäivämäärä sekä vesiliuoksen lämpötila pH valmistuksen aikana. Valmista tuotteesta kirjattiin tutkimuspäivämäärä, pH, viskositeetti, bitumipitoisuuden määrittäminen ja bitumiemulsion näkyvät ominaisuudet. Liitteessä 1. on esitetty mittaustulokset kokonaisuudessaan. Taulukossa 7. on esitetty lämpötilamittauksien tulokset.

**Taulukko 7. Lämpötilojen mittaus.**

Lämpötilojen mittaus	Mylly	Tarkistusmittaukset
Saippuavesiliuoksen lämpötila Ka	39 °C	39.1 °C
Bitumin lämpötila Ka	155.8 °C	154.5 °C

Vasemmassa sarakkeessa on ilmoitettu myllyn ilmoittamat lämpötilat ja oikeassa sarakkeessa on ilmoitettu kalibroidulla lämpötilamittarilla mitatut arvot.

Valmiin bitumiemulsion pH asettui 4,4–4,5 alueelle. Tavoiteltu pH on saatua tulosta matalampi: 3,00–3,5. pH:n arvon kasvaessa noustessa emulsion varastointikestävyyden ominaisuudet heikkenevät sekä kiviaineksen ja bitumin tarttuvuus heikkenevät. Lopullisen pH-arvoon vaikuttaa pohjabitumin happamuus ja ja saippuavesiliuoksen pH. Käytetyn saippuavesiliuoksen pH:ta pystytään säätämään suolahapon määrällä. Tässä tapauksessa suolahappoa voitaisiin lisätä valmistuksen aikana saippuavesiliuokseen.

Saadut rotaatioviskositeetin tulokset olivat 270, 410 ja 65 cp/mPa\*s. Bitumiemulsion viskositeetti riippuu bitumin määrästä, eli massaprosentista. Asfalttinormien mukaan viskositeetin tulisi asettua 20–300 mPa\*s välille, mutta valmistaja pystyy itse valitsemaan viskositeettiluokan käyttötarkoituksen mukaan [7 s. 101]. Näyte 2 viskositeettituloksella on yli suositeltujen arvojen, mutta ei ole itsessään este tuotteen valmistamiselle tai käyttämiseksi, mikäli tuote sopii käyttötar-

koitukseen. Syynä korkeaan viskositeetin tulokseen on suurempi massapro-senttimäärä bitumia verrattuna näytteeseen 3 sekä mahdollisesti veden haihtu-minen säilytyksen aikana. Viskositeettiin vaikuttaa myös käytetyn bitumin suola-pitoisuus ja siitä syntynyt turpoaminen. Näytteiden 1 ja 3 viskositeettien tulokset ovat normaalit.

Mitatut haihdutusjäännöksen tulokset ylittävät asetetun reseptin tulokset 0,20–0,95 prosenttiyksiköllä. Standardin EN16849 mukaan sallittu mittapoikkeama kahden rinnakkaisnäytteiden välillä on 0,6 prosenttiyksikköä. Mittapoikkeamaa havaittiin ensimmäisessä näytteessä 0,18 prosenttiyksikköä, toisessa näyt-teessä 0,29 prosenttiyksikköä ja kolmannessa näytteessä 1,5 prosenttiyksikköä. Korkeampi haihdutusjäännöksen tulos johtuu todennäköisesti normaalista ve-den haihtumisesta. Näyteastia tulisi sulkea aina tiivisti, sekä välttää näytteen turhaa olemista ilman näyteastian kantta. Korkeampia haihdutustuloksia voi-daan pitää parempana kuin matalampia tuloksia, koska tavoiteltu bitumipitoisuu-den taso on ollut reseptiikan mukaan 60,00 ja 65,00. Emulsiomylly saavutti ase-tetut reseptiikan tulokset, ja mittapoikkeama ylöspäin voidaan selittää normaa-lilla veden haihtumisella. Toki haihdutustuloksen mittauksia tulisi koekäytössä seurata pidemmän aikaa, jotta otanta olisi tarpeeksi suuri. Mittapoikkeamat ovat sallituissa rajoissa näytteessä 1 ja 2. Näytteessä 3. sallittu mittapoikkeama ylit-tyy 0,7 prosenttiyksiköllä. Syynä rinnakkaisnäytteiden mittapoikkeaman eroon voi olla heterogeeninen näyte, mittaajasta johtuvat virheet ja näytteen säilyttä-misestä johtuvat muutokset.

Bitumiemulsionäytteet olivat väriltään tummanruskeita ja kiiltäviä. Näytteissä ei havaittu epäpuhtauksia kuten pölyä, ruostetta tai vierasesineitä. Näytteet olivat tasalaatuisia, ja näytteet pysyivät hyvin yhdessä faasissa. Haju oli näytteissä normaali ja mieto. Näytteissä ei havaittu voimakasta tai pistävää normaalista poikkeavaa hajua.

Saadut tarkistusmittaustulokset olivat lähellä bitumiemulsiomyllyn lämpötila-an-tureiden antamaa lukemaa. Liitteessä 2. on esitetty lämpötilamittarin kalibrointi-

todistus, jossa on ilmoitettu korjauslukeman arvot. Saippuavesiliuoksella käytetään korjauslukemaa +0,1 °C, jolloin saatu mittaustulos vastaa bitumiemulsiomyllyn lämpötila-anturin tulosta. Puolestaan käyttämällä bitumisäiliöllä korjauslukemaa +1,3 °C saatu mittaustulos vastaa bitumiemulsionmyllyn lämpötila-anturin tulosta.

## 11 Pohdinta

Opinnäytetyön teoriaosuuden on tarkoitus lisätä ja koota tietoa bitumista, bitumiemulsiosta ja bitumiemulsiomyllystä sekä kuvailla bitumiemulsiomyllyn käyttöönottoa laboratorio-olosuhteissa. Teoriaosuudessa käsiteltiin bitumeja ja niiden rakennetta, bitumiemulsioita ja bitumiemulsiomyllyn toimintaa. Teoriaosuutta voitaisiin laajentaa erilaisiin bitumiemulsiotyyppeihin ja bitumiemulsion suhteesta kiviainekseen.

Ennen bitumiemulsiomyllyn käyttöönottoa oli järjestetty laitekoulutus. Laitekoulutuksen aiheita olivat bitumiemulsiomyllyn toimintaperiaate, ja tarkoituksena oli opastaa henkilökuntaa laitteen käytössä. Laitekoulutuksen jälkeen bitumiemulsiomyllulle tehtiin koekäyttöönottosuunnitelma. Alkuperäistä suunnitelmaa ei päästy toteuttamaan, vaan koekäyttöönottosuunnitelmaa muokattiin projektin tilanteeseen nähden sopivaksi.

Opinnäytetyössä tarkasteltiin kolmea eri bitumiemulsiota, jotka valmistettiin koekäyttöönotton aikana. Bitumiemulsioille suoritettiin käyttöönotton suunnitelmassa valikoidut testimenetelmät. Valikoidut testimenetelmät olivat sellaisia, joiden perusteella pystyttiin arvioimaan valmistetun bitumiemulsion laatua ja bitumiemulsiomyllyn toimintaa. Valikoidut testimenetelmät olivat pH:n mittaus (EN 12850), viskositeetin mittaus (EN 13302), haihdutusjäännöksen mittaus (EN 16849) ja bitumiemulsion näkyvien ominaisuuksien arviointi (EN 1425). Saadut tulokset olivat kokonaisuudessaan hyviä, joukossa oli yksi mittapoikkeuma: yksi mittapoikkeuma rotaatioviskositeettimittauksessa ja yksi haihdutusjäännöksen mittauksessa. Näiden tutkittujen näytteiden perusteella bitumiemulsiomyllyllä pys-

tyttiin valmistamaan syötetyn reseptin mukaista bitumiemulsiota. Otanta jäi kuitenkin pieneksi, ja tämän pohjalta ei voida lopullista käyttöönoton hyväksyntää. Bitumiemulsiomyllyllä tulee valmistaa lisää testinäytteitä ja testinäytteet tulee analysoida, jotta saadaan riittävästi näyttöä bitumiemulsiomyllyllä tuotetun emulsion toistettavuudesta.

Jatkotoimenpiteenä bitumiemulsiomyllyllä on suositeltavaa suorittaa tässä opinnäytetyössä esitetty, koekäyttöönottoon tehty alkuperäinen suunnitelma. Suunnitelma voitaisiin toteuttaa sinällään tai suunnitelmaa voitaisiin täydentää vielä erilaisia koeajoilla. Bitumiemulsiomyllyllä valmistetuista bitumiemulsioista voitaisiin tutkia myös murtuvuutta standardin EN 13075-1 mukaisesti. Murtuvuuden testaaminen voisi antaa lisää tietoa bitumiemulsion säilyvyydestä ja tartunnasta kiviainekseen. Testimenetelmä jätettiin tässä opinnäytetyössä pois testin tulkinvaraisuuden ja testimenetelmän haastavan toistettavuuden vuoksi.

Toinen jatkotoimenpide-ehdotus on bitumiemulsion laatu- ja tuotekehitys bitumiemulsiomyllyllä. Myllyllä voitaisiin optimoida bitumiemulsion reseptiikkaa ja optimoida tuotantoa. Reseptin optimoinnissa voitaisiin kokeilla käytetylle vesiliuokselle eri lämpötila-arvoja sekä kokeilla, miten hapon (HCl) sekä suolan (CaCl<sub>2</sub>) eri pitoisuudet vaikuttavat lopputuotteeseen. Bitumiemulsiomyllyllä voitaisiin myös suorittaa testiajoja ja kokeilla erilaisia ajoparametreja. Kokeilemalla erilaisia ajoparametreja voitaisiin arvioida esimerkiksi, millä arvoilla bitumiemulsiota pystyttäisiin valmistamaan kaikista kustannustehokkaimmin. Optimaalisten ajoparametrien ja reseptiikan tutkimuksen seurauksena voitaisiin suorittaa myös kustannuslaskentaa tuotannon näkökulmasta. Näihin teemoihin voitaisiin etsiä kirjallisuutta ja aiheesta voitaisiin tehdä uusi tutkimus esimerkiksi opinnäytetyön muodossa.

## Lähteet

1. PEAB - Pohjoismainen yhteiskuntarakentaja. PEAB. Verkkoaineisto. <<https://peab.fi/>>Luettu 1.11.2021.
2. Asfalttoinnin kumppanisi. PEAB. Verkkoaineisto. <<https://peabasfalt.fi/tietoja-peab-asfaltista/>>Luettu 1.11.2021.
3. Dr. Robert N. Hunter, Andy Self and Professor John Read. The Shell Bitumen handbook. Sixth edition. ICE Publishing, London. Luettu 15.11.2021.
4. Blomberg, Juha.1990. Bitumit. Jyväskylä. Neste Oy ja Rakentajain Kustannus Oy. Luettu 15.11.2021.
5. Orttenvuori, Nina. 2021. Omat materiaalit. Luettu 15.11.2021.
6. Rakennustuotteet. Verkkoaineisto. Ympäristöministeriö. <<https://ym.fi/rakennustuotteet>>. Luettu 19.12.2021.
7. Asfalttinormit. 2017. Päällystealan neuvottelukunta. Luettu 30.1.2022.
8. J. Keith Davidson P. INTRODUCTION TO ASPHALT EMULSIONS s. 9. 1995. Verkkoaineisto. <<https://mcasphalt.com/wp-content/uploads/RESEARCH-PAPERS/1995-Introduction-to-Asphalt-Emulsions-J.-Keith-Davidson.pdf>>. Luettu 20.11.2021.
9. Bitumen and bituminous binders. Determination of dynamic viscosity of bituminous binder using a rotating spindle apparatus. SUOMEN STANDARDISOIMISLIITTO SFS. SFS EN 13302:2018. Luettu 3.12.2021.
10. Bitumen and bituminous binders. Determination of water content in bituminous emulsions. Method using a drying balance. SUOMEN STANDARDISOIMISLIITTO SFS. 16849:2016:en. Luettu 29.3.2022



11. Bitumen and bituminous binders - Determination of the pH value of bituminous emulsions. EUROPEAN STANDARD. EN 12850. Luettu 3.12.2021.
12. Laboratorion analyysitekniikka. Niiranen, Jukka ja Jaarinen Soili. 2008. Edita Publishing Oy.
13. Validation and Qualification in Analytical Laboratories. Second edition. 2007. Huber, Ludwig, Dr. Agilent Technologies Waldbronn, Germany. Viitattu 21.2.2021.
14. Schmidt, Jarno ja Valjakka, Tommi. Emulsiomyllyhuoneen riskienarviointi. 2021. Luettu 2.12.2021.
15. OVA-ohje: KLOORIVETY JA SUOLAHAPPO. Käyttöturvallisuustiedote. Verkkoaineisto. <<https://www.ttl.fi/ova/kloovety.html> > Luettu 4.4.2022
16. Al Fakem. Käyttöturvallisuustiedote. OPA 1 E liuotinpesuaine emulgaattorilla. Verkkoaineisto. <[https://alfa-tuotteet.webnode.fi/\\_files/200000441-95e8f96e68/K%C3%A4ytt%C3%B6turvallisuustiedote%20-OPA%201%20E%20-%20liuotinpesuaine%20emulgaattorilla-.pdf](https://alfa-tuotteet.webnode.fi/_files/200000441-95e8f96e68/K%C3%A4ytt%C3%B6turvallisuustiedote%20-OPA%201%20E%20-%20liuotinpesuaine%20emulgaattorilla-.pdf)> Luettu 4.4.2022
17. Laaduntarkkailunäytteet. 2016. SYKE. Verkkoaineisto. <[https://www.syke.fi/fi-FI/Tutkimus\\_\\_kehittaminen/Vesi/Mallit\\_ja\\_tyokalut/Pohjaveden\\_naytteenotto/Laaduntarkkailunaytteet\(41646\)](https://www.syke.fi/fi-FI/Tutkimus__kehittaminen/Vesi/Mallit_ja_tyokalut/Pohjaveden_naytteenotto/Laaduntarkkailunaytteet(41646))>. Luettu 20.11.2021.

## Liitteet

### Suoritetut mittaustulokset

	1. näyte	2. näyte	3. näyte
Saippuaveden lämpötila	38.8 °C	39.1 °C	38.4 °C
pH	4,365	4,455	4,415
Viskositeetin keskiarvo			
mittaus 1	250 cp/mPa*s	340 cp/mPa*s	60 cp/mPa*s
mittaus 2	290 cp/mPa*s	480 cp/mPa*s	70 cp/mPa*s
Haihdutusjäännöksen keskiarvo			
mittaus 1	65,20 %	65,51 %	60,95 %
mittaus 2	65,38 %	65,80 %	62,45 %
Haihdutusjäännöksen erotus	0,18	0,29	1,5
	prosenttiyksikköä	prosenttiyksikköä	prosenttiyksikköä
Näkyvät ominaisuudet	ok	ok	ok

## Kalibrointitodistus

KALIBROINTITODISTUS nro  
Kalibreringsbevis nrCertificate of calibration no.  
K004-21L140AKKREDITOITU KALIBROINTILABORATORIO  
Ackrediterat Kalibreringslaboratorium  
Accredited Calibration Laboratory

<b>Tilaja – Uppdragsgivare</b> Customer	Peab Asfalt Keskuslaboratorio Puusepätie 5 04360 TUUSULA
<b>Kalibroitu laite - Kalibrerat objekt</b> Item	Digitaalinen lämpömittari Puikkoanturi
<b>Valmistaja – Tillverkare</b> Manufactured by	WVR Frio
<b>Tyyppi – Typ</b> Model	EU 620-0918 NA 82021-170
<b>Sarjanumero – Serienummer</b> Serial number	Näyttölaite: H157220 Anturi: 04-L4355
<b>Laitetunnus – Apparat ID</b> Item ID	
<b>Päiväys – Datum</b> Date	<b>24.03.2021</b>
<b>Allekirjoitukset – Underskrifter</b> Signatures	 <b>Mikko Laakkonen</b> Mittausasiantuntija Measuring Expert
<b>Sivu – Sida</b> 1(2) Page	
<b>Litteitä – Bilagor</b> Documents attached	

Tämän todistuksen osittainen julkaiseminen on sallittu vain asianomaisen kalibrointilaboratorion antaman kirjallisen luvan perusteella. Todistuksessa annetut tulokset ovat jäljitettävissä kansallisiin tai kansainvälisiin mittanormaaleihin.  
FINAS on EA:n (European co-operation for Accreditation) monenkeskisen tunnustamissopimusryhmän jäsen.

Detta bevis får endast publiceras i sin helhet - i annat fall behövs skriftligt tillstånd av kalibreringslaboratoriet.  
Mätresultat i detta kalibreringsbevis är spårbara till nationella eller internationella mätnormaler.  
FINAS är en av dem som har undertecknat EA:s (European co-operation for Accreditation) avtal om ömsesidigt erkännande

This certificate may only be reproduced in full, except with the prior written permission by the issuing Laboratory.  
The measurement results issued in this certificate are traceable to national or international measurement standards.  
FINAS is a member of the EA (European co-operation for Accreditation) Multilateral Agreement Group.

**Inspecta Tarkastus Oy**  
PL 1000  
00581 Helsinki, Finland  
Tel. 010 521 600  
asiakaspalvelu@inspecta.com

**Käyntiosoite**  
Sörnäistenkatu 2  
00580 Helsinki, Finland  
www.inspecta.fi

**Y-tunnus**  
2047308-3



## Kalibrointitodistus

Kalibrointitodistus

K004-21L140

2 (2)

Mittaaja: Mikko Laakkonen

Kal. pvm: 24.03.2021

## 1. Kalibrointipaikka

Inspecta Tarkastus Oy  
Robert Huberin tie 2  
01510 Vantaa

## 2. Kalibrointitulokset

Näyttölaite: VWR Frio EU 620-0918 NA 82021-170 s/n H157220 Anturi: VWR Frio s/n 04-L4355				
Lämpötila $t_{90}$ [°C]	Mittarin näyttämä [°C]	Korjaus $t_{90}$ -näyttämä [°C]	Kalibroinnin epävarmuus ±[°C]	Upotussyvyys [mm]
-10,1	-9,9	-0,2	0,3	120
50,0	49,0	+1,0	0,3	120
100,0	99,0	+1,0	0,4	120
130,0	128,7	+1,3	0,5	120
163,0	161,7	+1,3	0,5	120
200,1	199,3	+0,8	0,5	120

## 3. Kalibrointimenetelmä

Lämpömittarin annettiin tasaantua mittaushuoneessa vallitseviin olosuhteisiin. Sen jälkeen lämpömittari kalibroidiin vertaamalla sen näyttämää lämpötilanormaalien osoitukseen. Taulukossa annettu lämpötila  $t_{90}$  on lämpötila-asteikon ITS-90 mukainen.

## 4. Kalibrointilaitteisto

Mittanormaalit:

Laitte	Valmistaja ja malli	Sarjanumero	Todistus	Kalibroitu
Vastusanturi	Fluke 5628	3354	M-20T070	20.11.2020
Vastussilta	ASL F17A	689-6/117	K004-19L217	28.06.2019
Resistanssinormaali	Tinsley 5685A 25	246669	M-21E052	02.03.2021

Muut laitteet:

Laitte	Valmistaja ja malli	Sarjanumero
Sprii/vesihaude	Heto KB 23-1	466303-B
Sprii/vesihaude	Heto KB 22	474229A
Öljyhaude	Heto KB 11	8503

## 5. Kalibroinnin epävarmuus

Kalibrointitulosten yhteydessä annettu laajennettu mittausepävarmuus on saatu kertomalla standardiepävarmuus kattavuuskertoimella  $k = 2$ , mikä normaalijakaumalle vastaa noin 95% kattavuustodennäköisyyttä. Standardiepävarmuus on arvioitu ja laskettu julkaisun EA-4/02 (European Co-operation for Accreditation) mukaisesti seuraavista tekijöistä: käytetyt normaalit, mittaussaitteet ja -menetelmät sekä kalibroitava laite. Kalibrointiepävarmuus perustuu mittaushetkellä saatuihin tuloksiin. Se ei sisällä arvioita kalibroidun laitteen pitkäaikaisesta stabiiliudesta.

## 6. Kalibrointiolosuhteet

Kalibrointi suoritettiin vakioilmastoidussa huoneessa, jossa lämpötila oli  $(23 \pm 2)$  °C ja ilman suhteellinen kosteus  $(40 \pm 20)$  %RH.

**Inspecta Tarkastus Oy**  
PL 1000  
00581 Helsinki, Finland  
Tel. 010 521 600  
asiakaspalvelu@inspecta.com

**Käyntiosoite**  
Sörnäistenkatu 2  
00580 Helsinki, Finland  
www.inspecta.fi

**Y-tunnus**  
2047308-3

