Tampereen ammattikorkeakoulu

Pehmenemispiste- ja tunkeuma-laitteiston validointi ja työohjeiden tekeminen

Jussi Lehtonen

OPINNÄYTETYÖ
Tammikuu 2021

Laboratoriotekniikka

TIIVISTELMÄ

Tampereen ammattikorkeakoulu
Laboratoriotekniikka

LEHTONEN, JUSSI:
Pehmenemispiste- ja tunkeumalaitteiston validointi ja työohjeiden tekeminen

Opinnäytetyö 50 sivua, joista liitteitä 23 sivua
Tammikuu 2021

Opinnäytetyön tavoitteena oli validoida kaksi bitumin perusominaisuuksia mittaavaa testauslaitetta ja laatia laitteille testausohjeet. Validoitavat laitteet olivat tunkeumalaitteisto, PIVOT fully automatic penetrometer, ja pehmenemispistelaitteisto, Automatic ring and ball apparatus. Validoinnin pohjalta oli määrä laatia työohjeet, jotka varmistavat laitteiden oikeaoppisen käyttämisen ja tulosten oikeellisuuden.

Opinnäytetyö tehtiin Tampereen yliopistolla, Hervannan kampuksella sijaitsevan tutkimuskeskus TERRA:n bitumilaboratoriossa. Laitteiden validoinnissa hyödynnettiin SFS-EN 1427, Ring and ball method ja SFS-EN 1426, Determination of needle penetration standardeja. Validoinnissa käytetyt bitumit oli hankittu Nynas Oy:tä. Näytteet oli valmistettu vuonna 2019.

Aluksi testattiin laitteiden ja näytteiden toimivuus esitestein. Pehmenemispistelaitteistolle tehtiin lämmönnousun tarkistus ja tunkeumalaitteistolle tarkastettiin näytteiden tarpeelliset temperointiajat. Sen jälkeen testattiin molempien laitteiden toistojen tasaisuus kolmella eri bitumilaadulla.

Testauksien tuloksia tarkasteltiin standardien pohjalta ja todettiin, että laitteilla saa toistettavia tuloksia. Laitteiden käyttöohjeilla voidaan vakioida laboratorion menettelytavat.

Asiasanat: bitumi, tunkeuma, pehmenemispiste, validointi

ABSTRACT

Tampereen ammattikorkeakoulu
Tampere University of Applied Sciences
Degree Programme in Laboratory Engineering

LEHTONEN, JUSSI:
Validation of softening point and needle penetration equipment and preparation of working instructions

Bachelor's thesis 50 pages, appendices 23 pages
January 2021

The objective of this thesis was to validate two pieces of equipment that measure the basic properties of bitumen, and to make user instructions for both of them. The devices to be validated were 1) PIVOT fully automatic penetrometer, used for penetration measurement, and 2) an automatic ring and ball apparatus, used for measuring the softening point of bitumen. After validation the objective was to prepare working instructions that ensure correct use of the equipment and the correctness of the test results.

The practical phase of the study was carried out at research center TERRA's new bitumen laboratory that is located at the Hervanta campus of Tampere University. Standards SFS-EN 1427 (Ring and ball method) and SFS-EN 1426 (Determination of needle penetration) were used to do the validation of the equipment. The bitumen samples were acquired from Nynas Oy. The bitumen samples were manufactured in the year 2019.

First the performance of the equipment and samples were tested. For the softening point machine, the correct temperature rise was measured. With the penetration machine, the correct tempering times for the different samples were tested. After the preliminary testing the validation was started by doing a set of tests with the three different bitumen.

Standards were used in the analysis of the results. The results showed that the precision of the equipment was at a good level. The working instructions will enable the use of standardized practices at the laboratory.

Key words: bitumen, penetration, softening point, validation

SISÄLLYS

1 JOHDANTO 6
2 TEORIA 7
2.1 Bitumi 7
2.1.1 Tunkeuma 8
2.1.2 Pehmenemispiste 9
2.2 Validointi 10
2.2.1 Tarkkuus 10
2.2.2 Toistettavuus ja uusittavuus 11
2.2.3 Grubbs:n Testi 11
3 TESTAUSMENETELMÄT 13
3.1 Testauslaitteet 13
3.1.1 Pehmenemispisteen määritys 13
3.1.2 Tunkeuman määritys 14
3.2 Bitumin esikäsittely 14
3.3 Pehmenemispisteen määritys 15
3.4 Tunkeuman määritys 17
4 TULOKSET 19
4.1 Pehmenemispiste 19
4.1.1 Lämpötilan nostattamisen tarkastaminen 19
4.1.2 Pehmenemispisteen tulokset 20
4.2 Tunkeumamittausten tulokset 22
5 TULOSTEN TULKINTA JA JOHTOPÄÄTÖKSET 25
5.1 Pehmenemispiste 25
5.2 Tunkeuma 25
LÄHTEET 27
LIITTEET 28
Liite 1. ARBA:N KÄYTTOHJE 28
Liite 2. FAPI:N KÄYTTÖOHJE 39

ERITYISSANASTO

Vakuumitislaus	Tislausta, joka hoidetaan alipaineessa
Elastisuus	Aineen kyky palautua normaaliin olomuotoonsa
Viskositettii	Nestemäisen aineen juoksevuus
Newtoninen neste	Neste, joka noudattaa Newtonin lakeja
FAPI	Fully automatic penetrometer
ARBA	Automatic ring and ball apparatus

1 JOHDANTO

Bitumia saadaan, kun raakaöljyä jalostetaan. Bitumia käytetään teollisuudessa sidosaineena ja eristeenä. Bitumista tutkitaan useita ominaisuuksia, kuten tunkeuma ja pehmenemispiste, joiden avulla se myös luokitellaan.

Tampereen yliopistolla sijaitseva tutkimuskeskus TERRA on perustanut uuden asvalttilaboratorion bitumin tutkimiseen. Uuteen bitumilaboratorioon hankittiin Pivot fully automatic penetrometer tunkeuman mittaamiseen ja Automatic ring and ball apparatus pehmenemispisteen määrittämiseen. Molemmat olivat Controls group:n toimittamia. Laitteiden toiminta ja validointi tehtiin opinnäytetyönä vuoden 2020 aikana. Opinnäytetyön ohjaajina toimivat Pirjo Kuula ja Juha Hurmalainen.

Työn tavoitteena oli ottaa laitteet käyttöön, varmistaa niiden oikea toiminta ja kirjoittaa työskentelyä tukevat työohjeet. Laboratoriossa käytössä olevan työohjeen avulla varmistetaan vakioidut toimintatavat ja tuetaan käyttäjien perehdyttämistä laitteiden käyttöön.

Laitteiden käyttöönottotarkastuksessa varmistettiin laitetoimittajan ohjeiden mukainen toiminta. Laitteiden validoinnissa hyödynnettiin SFS-EN -standardeja. Mittauksia tehtiin kolmella tunkeumaluokaltaan erilaisella bitumilla (50/70, 70/100 ja 160/220). Bitumit hankittiin Nynäs Oy:ltä. Jokaiselle bitumille tehtiin kymmenen testiä tunkeumalaitteella ja yksitoista testiä pehmenemislaitteella.

Kummallakin laitteella tehtiin esitestejä, joilla varmistettiin laitteiden toimivuus. Pehmenemispisteen määrityksessä varmistettiin, että laite pystyy pitämään lämpötilan nostamisen oikeassa nopeudessa. Tunkeumalaitteistolla varmistettiin näytteiden oikeat temperointiajat.

2 TEORIA

2.1 Bitumi

Bitumia saadaan, kun raakaöljyä jalostetaan öljynjalostamoilla. Siellä fraktiotislaamalla öljystä erotellaan sen pääosat:

- Nestekaasut: Metaanin, etaanin, butaanin ja propaanin seos.
- Bensiini: Seos, joka muodostuu 5-8 hiiliatomia sisältävistä hiilivetyketjuista ja jonka kiehumispiste on 40-80 °C.
- Kerosiini: Seos, joka muodostuu 11-12 hiiliatomia sisältävistä hiilivetyketjuista ja jonka kiehumispiste on 160-120 °C
- Diesel öljy: Seos, joka muodostuu 13-25 hiiliatomia sisältävistä hiilivetyketjuista ja jonka kiehumispiste on 220-350 °C.

Jäljelle jäävä sakka muodostuu pitkäketjuisista hiilivedyistä. Nestemäiset komponentit erotellaan vakuumitislaamalla. Kiinteät komponentit erotellaan liuotinuutolla. Lopullista sakkaa - muodoltaan mustaa, tervamaista massaa, joka sisältää myös vapaata hiiltä - kutsutaan bitumiksi. (Rennie 2016)

Bitumi koostuu 300–2000 eri yhdisteestä, keskimäärin erilaisia yhdisteitä on 500–700. Bitumi pääosin muodostuu 95 % hiilivedyistä ja sisältää enimmillään 5 % rikkiä, 1 % typpeä, 1 % happea. (Haseeb 2017) Bitumi myös sisältää pieniä määriä metalleja, kuten nikkeliä, vanadiinia, rautaa, kalsiumia ja magnesiumia. (Hunter 2015, 48)

Bitumin ominaisuudet muuttuvat lämpötilan mukaan. Bitumi käyttäytyy elastisesti matalissa lämpötiloissa. Lämpötilan ollessa korkea, bitumi muuttuu viskoosiseksi nesteeksi ja sen käyttäytyminen on newtoninen. Näiden väliin jää viskoelastinen siirtymäalue, jolloin bitumi osoittaa sekä viskoosista että elastista käyttäytymistä. (PANK 2011, 8)

Bitumin tunkeumaominaisuuden kertoo tunkeumaluku. Tunkeumaluvun perusteella tiedetään, mikä on bitumin kovuus ja sen avulla saadaan tietoa myös muista fysikaalisista ominaisuuksista. Tunkeumaluokan ollessa pieni, bitumi on

jäykempää ja sen pehmenemispiste on suurempi. Bitumin tunkeumaluvulle annetaan ylä- ja alaraja, esim. 70/100 (Taulukko 1), joka kertoo sen mekaanisista ominaisuuksista. (PANK 2011, 5)

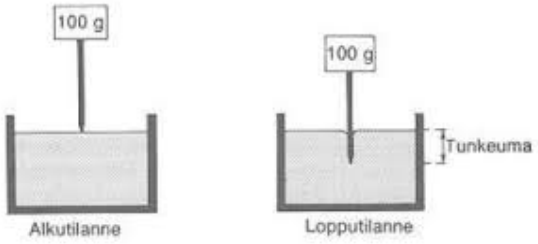
Taulukko 1. Bitumin testausarvoja (SFS-EN 12591 2009,8)

Ominaisuus	Menetelmä	Yksikkö	50/70	70/100	160/220
Tunkeuma 25 °C:ssa	EN 1426	*0,1 mm*	50-70	70-100	160-220
Pehmenemispiste	EN 1427	*°C*	46-54	43-51	35-43

Bitumin lämpötilaherkkyyttä pystytään muokkaamaan puhaltamalla, joka vaikuttaa bitumiin niin, että sen pehmenemispiste nousee ja samalla parannetaan sen ominaisuuksia matalissa lämpötiloissa. (Blomberg 1990, 24). Puhallus tehdään säiliössä, jossa bitumin lämpötila nostetaan noin 250 °C:een. Säiliössä bitumin läpi puhalletaan ilmaa. Tämä aiheuttaa hapettumista, joka johtaa bitumin geelirakenteen muutoksiin, josta seuraa lämpötilaherkkyyden aleneminen. (PANK 2011, 5)

2.1.1 Tunkeuma

Käsitellyn näytteen tunkeuma mitataan käyttäen standardoitua neulaa (Kuva 1). Tunkeuman mittauksessa yleisimmin käytettävät mittausparametrit ovat lämpötila (25 ±0,1) °C, kuormitusmassa (100,00 ±0,10) g ja kuormitusaika 5 s. Näitä arvoja muuttamalla voidaan mitata bitumin käyttäytymistä eri ympäristöissä. (SFS 1426 2015, 4)



Kuva 1. Tunkeuman mittausperiaate (Blomberg 1990)

Matalammissa lämpötiloissa tunkeumia mitataan, jotta saadaan tietoa bitumin käyttäytymisestä matalissa lämpötiloissa. Kun lämpötilaa lasketaan tarpeeksi, tarvitsee kuormitusta tai kuormitusaikaa nostaa, jotta saadaan parannettua tulosten tarkkuutta. (Blomberg 1990, 84)

Standardi SFS-EN 1426 luokittelee tunkeuman mittausten vaihteluvälit. Jos nämä arvot ylittyvät, näyte on hylättävä sarjasta. Sallittu vaihtelu kasvaa tunkeuman kasvaessa. Näytteelle tehdään aina vähintään kolme mittausta. Näytteelle (Taulukko 2) ja sarjalle (Taulukko 3) on omat arvonsa, joiden mukaan näyte tarkastetaan.

Taulukko 2. Näytteen mittaustulosten sallittu vaihteluväli

Tunkeuma 0,1 mm	0-49	50-149	150-249
Max-Min	2	4	6

Taulukko 3. Sarjan välinen sallittu vaihtelu

Tunkeuma 0,1 mm	Toistettavuus	Uusittavuus
<50	2	3
≥50	4% keskiarvosta	6% keskiarvosta

2.1.2 Pehmenemispiste

Bitumia lämmitettäessä, se alkaa pehmetä hiljalleen eikä ilmene selvää sulamispistettä. Tämän takia on kehitetty useita pehmenemispisteen määritysmenetelmiä. Näistä suosituin on rengas ja kuula -menetelmä. (Blomberg 1990, 89)

Mittaus tehdään siten, että kahta olakkeellisiin messinkirenkaisiin horisontaalisti valettua bitumikiekkoa lämmitetään vesihauteessa nopeudella (5,0 ± 0,6) °C/min. Kummankin kiekon päälle asetetaan (3,5 ± 0,05) g:n teräskuula. Pehmenemispiste raportoidaan lämpötilana, jossa bitumikiekot pehmenevät sen verran, että teräskuulat venyttävät bitumia (25,0 ±0,4) mm matkan verran (Kuva 2). (SFS 1427 2015, 4-5)

Kuva 2. Pehmenemispisteen mittausperiaate (Blomberg 1990)

Standardi, SFS-EN 1427, luokittelee pehmenemispisteelle sallitut vaihteluvälit. Sekä näytteen, että sarjan kesken sallittu vaihtelu on 1 °C:n luokkaa. Jos vaihtelu ylittyy, näyte on hylättävä mittauksesta.

2.2 Validointi

Validoinnilla arvioidaan mittausmenetelmän suorituskykyä ja menetelmän soveltuvuutta käyttötarkoitukseen (Ehder 2005, 25). Vertailumateriaalien avulla tarkastetaan validoinnissa käytetyn menetelmän kyky tuottaa oikeita tuloksia. Useampia toistomittauksia tekemällä parannetaan mittausten ja menetelmän luotettavuutta. (Jaarinen 2008, 30–31)

Menetelmän validointi on tarpeen, kun halutaan varmistaa, että suorituskykyparametrit ovat riittävät analyyttisen ongelman ratkaisemiseksi. Uuden mittalaitteen käyttöönoton yhteydessä tämä on tarpeellista tehdä tai kun tulosten yhtäläisyys halutaan osoittaa standardimenetelmän ja uuden menetelmän välillä. (Jaarinen 2005, 30; Ehder 2005, 26)

2.2.1 Tarkkuus

Tarkkuudella tarkastellaan testien välistä vaihtelua. Tavoitteena on tarkastella toisistaan riippumattomien ja tunnetuissa olosuhteissa saatujen mittaustulosten keskinäistä paikkansapitävyyttä. (Jaarinen 2008, 12)

Oikeellisuus todetaan vertaamalla tuloksia referenssiarvoon, joka on saatu tunnetun menetelmän avulla tai vertailumateriaalista, joka on ennalta tunnettu. Laboratorioiden välisiin vertailumittauksiin osallistumalla voidaan tutkia mittausten paikkansapitävyyttä. (Ehder 2005, 35)

2.2.2 Toistettavuus ja uusittavuus

Toistettavuudella tarkoitetaan mittauksien uusintaa lyhyen aikavälin sisällä muuttumattomissa mittaolosuhteissa. Testaaminen tehdään samalla menetelmällä, laitteella, tekijällä ja samassa ympäristössä. Sisäinen hajonta on aina vähän pienempi kuin mittaussarjojen välinen hajonta. Eron ollessa suuri, sen syy on selvitettävä. (Jaarinen 2008, 12)

Uusittavuudella tarkoitetaan tilannetta, jossa varmistetaan mittaustulosten yhtäpitävyys muuttuneissa olosuhteissa. Uusittavuutta testataan, kun näytettä tutkitaan eri laboratoriossa, eri laitteella, eri henkilöllä tai muutetulla menetelmällä. (Jaarinen 2008, 12).

2.2.3 Grubbs:n Testi

Grubbs:n testi on tilastollinen testi, jolla voidaan arvioida tuloksia. Testi etsii yksittäistä poikkeavaa arvoa normaalista näytesarjasta. Testin avulla arvioidaan, onko pienin vai suurin arvo poikkeava.

Yhtälö (1) on muokattu Grubbs:n testi. Erotus otetaan itseisarvona, jolloin se soveltuu sekä pienimmän että suurimman tuloksen testaamiseen eikä kaavaa tarvitse muutella tarkasteltavan arvon mukaan. Y_i on näytteen keskiarvo, $\overline{Y}$ on sarjan keskiarvo ja s on sarjan keskihajonta.

$$G = \frac{\left|Y_i - \overline{Y}\right|}{s} \tag{1}$$

Yhtälön 1 avulla saatua arvoa verrataan testin kriittisiin arvoihin, jotka löytyvät taulukosta 4, kun näytemäärä on 10-11. Jos saatu arvo ylittää taulukon arvon, se on sarjasta poikkeava. (Stephanie, 2016)

Taulukko 4. Grubbs testin kriittiset arvot (Stephanie, 2016)

N	0,1	0,075	0,05	0,01
10	2,03	2,10	2,18	2,41
11	2,09	2,14	2,23	2,48

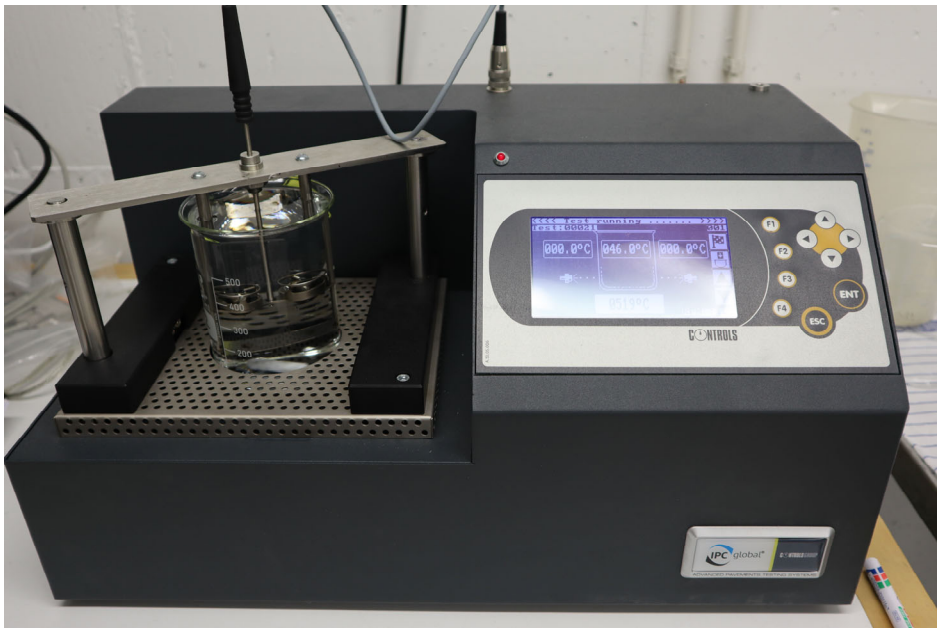
3 TESTAUSMENETELMÄT

3.1 Testauslaitteet

3.1.1 Pehmenemispisteen määritys

Automatic ring and ball apparatus, ARBA (Kuva 3), mittaa bitumin pehmenemispistettä alueella 28-80 °C. Laite nostaa tasaisesti dekantterissa olevan veden lämpötilaa niin kauan, että vesihauteessa olevassa ajokehikossa sijaitsevat bitumikiekot venyvät tietyn matkan.

Laite seuraa veden lämpötilaa PT 100 sensorilla ja samalla ohjaa lämmityslevyn lämpötilaa K-sensorilla. Kummallekin näytteelle on oma sensori kehikon alalevyn korkeudella. Tämä sensori tarkkailee valolähteen kulkua. Kun pehmennyt bitumi estää tämän valolähteen pääsyn sensorille, laite tallentaa sen hetkisen vesihauteen lämpötilan. ARBA:ssa on myös näyttö, josta voi seurata lämmönnousua reaaliajassa. (Controls 2011, 3)



Kuva 3. ARBA laitteisto ajossa

3.1.2 Tunkeuman määritys

Pivot Fully automatic penetrometer, FAPI (Kuva 4), mittaa bitumin tunkeumaa. Laite mittaa neulan kulkeman matkan temperoidussa bituminäytteessä, hyödyntäen kontaktitonta anturia. Mittausajan pituus on viisi sekuntia. Laitetta ohjataan kosketusnäytöllä, johon myös piirtyy tunkeuman kulku mittauksen aikana.

Kuva 4. FAPI tunkeumalaitteisto

Laitteelle on mahdollista ohjelmoida useampi testausmenetelmä, joihin voi ohjelmoida valmiiksi bitumin tietoja tai mahdollisia testausmerkintöjä. Testeihin voi ohjelmoida neulan automaattisen liikkumisen pinnan läheisyyteen, joka nopeuttaa toistojen tekemistä. (Controls 2017, 1)

3.2 Bitumin esikäsittely

Näytebitumit oli hankittu Nynas:lta. Bitumit olivat tuotettu vuoden 2019 aikana. Niitä säilytettiin ilmatiiviissä metalliastioissa huoneenlämmössä.

Aluksi bitumi jaettiin pienempiin astioihin, mikä helpotti valujen tekemistä ajoastioihin. Jakamista edelsi neljän tunnin lämmitys 120 °C:ssa. Bitumi jaettiin neljään pienempään suljettavaan metalliastiaan, jossa Bitumi sai jäähtyä huoneilmassa. Ajopäivänä tutkittavaa bitumia lämmitettiin 120 °C:ssa kahden tunnin ajan. Bitumia sekoitettiin tasaisen koostumuksen varmistamiseksi ennen siirtämistä toiseen astiaan.

3.3 Pehmenemispisteen määritys

Pehmenemispisteen määrityksessä käytettiin standardia SFS-EN 1427 sekä laitteen työohjetta. Näin varmistettiin, että näytteiden valmistus on tasaista ja laitteen käytössä ei tapahdu virheitä.

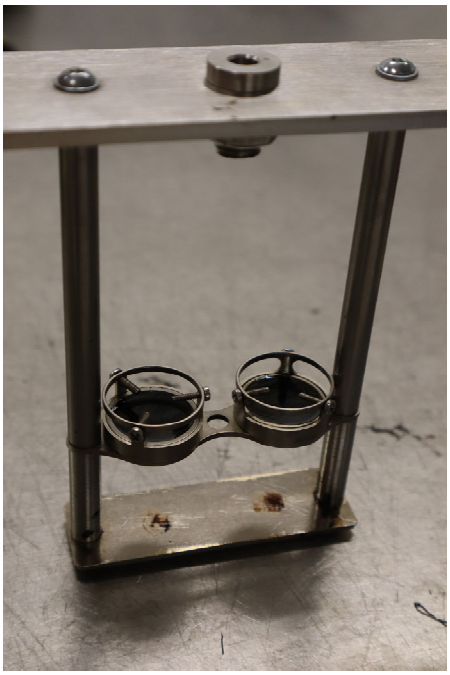
Bitumi ja ajorenkaat lämmitettiin 120 °C asteisessa uunissa kahden tunnin ajan. Valua aloitettaessa renkaat (Kuva 5) asetettiin valualustoille, joihin oli asetettu pala leivinpaperia estämään tarttumista. Bitumia valettiin sen verran, että muodostui kupera taso renkaan ulkopuolelle (Kuva 6). Valujen annettiin jäähtyä noin tunnin verran, ennen ajojen valmistelua.

Kuva 5. Kuulan keskitin, ajorengas ja teräskuula

Kuva 6. Neljä valettua ajorengasta, joista kaksi on jo tasoitettu ajoa varten

Standardista poiketen ionivaihdetusta vedestä poistettiin ilmakuplat käyttäen sekä keittämistä että tyhjiötä. Mittauksissa käytettiin vain samana päivänä valmistettua vettä. Tyhjiö ja keittäminen todettiin yhtä toimiviksi poistamaan ilmakuplat ionivaihdetusta vedestä.

Renkaiden ylimääräinen bitumi leikattiin pois siten, että pinnasta tuli tasainen ja reunojen korkuinen (Kuva 6). Leikkaamisessa hyödynnettiin lämmitettyä puukkoa. Leikkaamisen jälkeen renkaat asetettiin ajokehikkoon (Kuva 7). Renkaiden päälle asetettiin kuulan keskittimet. Koottu ajokehikko laitettiin 600 ml dekantterilasiin, jossa oli valmiiksi 5 °C:ta ajovettä ja dekantterilasi laitettiin takaisin kylmähauteeseen. Laitevalmistajan ohjeesta poiketen hyödynnettiin nokallisia dekantterilaseja. Magneettisekoitin laitettiin samaan ajoastiaan, mutta kuulat laitettiin erilliseen kylmetettyyn vesihauteeseen. Ajokehikon annettiin jäähtyä 15-20 min vesihauteessa. Kuulat asetettiin paikoilleen pinseteillä ja ajokehikon sisältämä dekantteri kuivattiin ulkopuolelta, jonka jälkeen se asetettiin paikoilleen ARBA:aan. Viimeiseksi asetettiin lämpösensori, tasattiin dekantterin vesi muutaman millin päähän yläreunasta ja käynnistettiin ajo.



Kuva 7. Ajokehikko valmiina siirrettäväksi dekantterilasiin

Jokaisella bitumilla tehtiin kolme varmistusajoa, joilla todettiin, että kylmähaude pysyy (5 ±1) °C alueella ja ARBA pystyy pitämään lämpötilan nostamisen annetun parametrin sisällä, (5,0 ±0,6 °C) minuutissa. Varmistusajot tehtiin eri päivänä muuhun testisarjaan nähden.

3.4 Tunkeuman määritys

Tunkeuman määrityksessä käytettiin standardia SFS-EN 1426 sekä laitteen työohjetta. Näin varmistettiin näytteiden tasainen valmistus ja laitteen oikeaoppinen käyttö.

Bitumi valettiin ajoastioihin niin, että pinta jäi muutaman millin päähän reunasta. Ajoastioina käytettiin metallikulhoja, jotka olivat tilavuudeltaan noin 80 ml (Kuva 8). Jäähtymisen ajaksi astioiden päälle asetettiin kevyesti foliovuoka, joka esti näytteiden mahdollisen likaantumisen. Bitumi näytteiden 50/70 ja 70/100 annettiin jäähtyä puolitoista tuntia huoneilmassa ja sen jälkeen temperoitua puolitoista tuntia noin 25 °C asteisessa vesihauteessa. Bitumin 160/220 annettiin jäähtyä ja temperoitua kaksi tuntia.

Kuva 8 Tunkeumavalut: Keskellä epäonnistunut näyte

Ajovuorossa oleva näyte siirrettiin temperoitumishauteesta ajohauteeseen ennen testien aloittamista. Temperointihauteen lämpötilan vaihteluväliksi mitattiin 25,02–24,90 °C. Ajohauteen lämpötilan vaihteluväliksi 24,98–24,89 °C. Tunkeumat mitattiin niin, että mittauspisteiden ja reunojen väliin jäi vähintään 10 mm. Neulan ja painojen kokonaismassaksi punnittiin 99,97 g, joka on standardin antamalla (100 ±0,10) g alueelle. Jokaisesta näytteestä mitattiin kolme tunkeumaarvoa ja jokaisesta bitumista tehtiin 10 testinäytettä.

Jokaiselle bitumille tehtiin esitesti, jonka avulla tarkastettiin, että puolitoista tuntia oli tarpeeksi pitkä jäähtymis- ja temperointiajaksi. Bitumilla 160/220 tämä todettiin liian lyhyeksi ja se nostettiin kahteen tuntiin.

Neula puhdistettiin jokaisen mittauksen välillä. Neulasta puhdistettiin bitumi bioliuottimella ja sitten neula pyyhittiin puhtaalla paperilla. Ajohauteen vesi vaihdettiin jokaisen mittaussarjan jälkeen.

4 TULOKSET

4.1 Pehmenemispiste

4.1.1 Lämpötilan nostattamisen tarkastaminen

Taulukoissa 5–7 on bitumien testiajojen tulokset. Testiajoilla tarkastettiin ARBA:n vesihauteen lämmitysnopeus. Ajon pysähtymisajankohta on merkitty sulkuihin, silloin molemmat sensorit olivat estyneet. Testeistä saadut pehmenemispisteet hyödynnettiin tuloksissa. Ensimmäinen lämpötila on vesihauteen mitattu lämpötila ennen sen siirtämistä ARBA:lle. Aika 0:n lämpötila on se, minkä ARBA oli mitannut, kun se ilmoittaa testin alkaneen.

Taulukko 5. Bitumilla 50/70 tehty lämpötilan nousun tarkistus.

50/70		t	Δ t		t	Δ t		t	Δ t
		°C	°C		°C	°C		°C	°C
Aika[min]		4,9			4,9			4,9	
0		7,4			7,4			7,6	
1		11,9	4,5		12,1	4,7		10,4	2,8
2		15,2	3,3		16,7	4,6		15,0	4,6
3		20,2	5,0		21,3	4,6		19,7	4,7
4		25,2	5,0		26,1	4,8		24,7	5,0
5		30,7	5,5		31,3	5,2		29,9	5,2
6		35,7	5,0		36,4	5,1		34,7	4,8
7		40,8	5,1		41,4	5,0		40,0	5,3
8		46,0	5,2		46,3	4,9		45,4	5,4
9	(9:06)	51,2	5,2	(8:59)	51,0	4,7		50,3	4,9
10							(9:14)	51,6	1,3

Taulukko 6. Bitumilla 70/100 tehty lämpötilan nousun tarkistus.

70/100		t °C	Δ t °C		t °C	Δ t °C		t °C	Δ t °C
Aika[min]		5,0			5,0			5,1	
0		6,9			6,8			7,0	
1		9,3	2,4		9,8	3,0		11,0	4,0
2		12,9	3,6		14,3	4,5		15,3	4,3
3		17,4	4,5		19,0	4,7		19,7	4,4
4		22,0	4,6		24,4	5,4		25,1	5,4
5		27,3	5,3		29,3	4,9		30,0	4,9
6		32,0	4,7		34,3	5,0		35,2	5,2
7		37,3	5,3		39,4	5,1		40,6	5,4
8		42,5	5,2		44,4	5,0		45,1	4,5
9	(8:56)	46,8	4,3	(8:30)	47,1	2,7	(8:23)	47,3	2,2
10									

Taulukko 7. Bitumilla 160/220 tehty lämpötilan nousun tarkistus.

160/220		t °C	Δ t °C		t °C	Δ t °C		t °C	Δ t °C
Aika[min]		5,4			5,1			5,1	
0		7,3			7,0			6,9	
1		10,5	3,2		9,7	2,7		10,4	3,5
2		15,0	4,5		13,8	4,1		15,3	4,9
3		20,1	5,1		18,5	4,7		19,9	4,6
4		24,9	4,8		23,4	4,9		24,7	4,8
5		30,1	5,2		28,3	4,9		29,5	4,8
6		34,9	4,8		33,7	5,4		34,9	5,4
7	(6:59)	39,9	5,0		38,8	5,1	(7:00)	40,2	5,3
8				(7:22)	40,4	1,6			

4.1.2 Pehmenemispisteen tulokset

Taulukoihin 8–10 on kerätty bitumien pehmenemispistemittausten tulokset. Taulukossa on esitetty näytekohtaiset maksimi- ja minimiarvojen erotukset, tulosten keskiarvo ja näytesarjan keskiarvo sekä keskihajonta, jota hyödynnettiin Grubbs:n testisuureen laskemisessa. Bitumin 160/220 ensimmäisen näytteen tulokset on hylätty liian suuren poikkeaman aiheuttamisesta sarjaan.

Taulukko 8. Bitumin 50/70 pehmenemispisteen tulokset ja laskennalliset arvot

Näyte 50/70	A °C	B °C	Keskiarvo °C	Max-Min °C	Grubbs	K.hajonta °C
1	51,3	51,5	51,4	0,2		
2	51,0	50,8	50,9	0,2	2,4	
3	51,5	51,6	51,6	0,1		
4	51,3	51,3	51,3	0,0		
5	51,8	51,8	51,8	0,0		
6	51,6	51,6	51,6	0,0		
7	51,3	51,5	51,4	0,2		
8	51,6	51,5	51,6	0,1		
9	52,0	51,7	51,9	0,3		
10	51,6	51,6	51,6	0,0		
11	51,6	51,9	51,8	0,3		
Koko			51,5	1,0		0,3

Kun tarkastellaan Taulukko 8:n tuloksia Grubbs:n testillä, niin näyte 2 antaa suurimman tuloksen. Taulukko 8:sta on otettu näytteen 2 keskiarvo, sarjan keskiarvo ja keskihajonta ja sijoitettu yhtälöön (1), jolloin on saatu painoarvo 2,4. Tätä arvoa verrataan Taulukko 2:n sarakkeen N 11/0,05 arvoon 2,23. Saatu arvo ylittää kriittisen arvon ja on poikkeava.

$$2{,}4 = \frac{|50{,}9 - 51{,}5|}{0{,}3}$$

Taulukko 9. Bitumin 70/100 pehmenemispisteen tulokset ja laskennalliset arvot

Näyte 70/100	A °C	B °C	Keskiarvo °C	Max-Min °C	Grubbs	K.hajonta °C
1	46,8	46,8	46,8	0		
2	47,1	46,9	47,0	0,2		
3	47,3	47,1	47,2	0,2		
4	47,1	47,2	47,2	0,1		
5	47,0	47,0	47,0	0,0		
6	47,6	47,6	47,6	0,0	2,0	
7	47,4	47,4	47,4	0,0		
8	47,2	47,2	47,2	0,0		
9	46,8	47,1	47,0	0,3		
10	47,2	47,4	47,3	0,2		
11	47,2	47,4	47,3	0,2		
Koko			47,2	0,8		0,2

Taulukko 10. Bitumin 160/220 pehmenemispisteen tulokset ja laskennalliset arvot

Näyte 160/220	A °C	B °C	Keskiarvo °C	Max-Min °C	Grubbs	K.hajonta °C
1	*39,7*	*39,4*	*39,6*	*0,3*		
2	40,4	40,2	40,3	0,2		
3	40,0	40,1	40,1	0,1		
4	39,9	40,0	40,0	0,1		
5	40,0	40,2	40,1	0,2		
6	40,4	40,4	40,4	0,0		
7	40,8	40,8	40,8	0,0	1,9	
8	40,4	40,5	40,5	0,1		
9	40,4	40,1	40,3	0,3		
10	40,4	40,5	40,5	0,1		
11	40,6	40,6	40,6	0,0		
Koko			40,3	0,8		0,2

Taulukoissa 9–10 ei ollut poikkeamia. Tulokset olivat standardin antamien vaihteluvälien sisällä.

4.2 Tunkeumamittausten tulokset

Taulukkoihin 11–14 on koottu tunkeumamittausten tulokset. Taulukossa on esitetty näytekohtaiset maksimi- ja minimiarvojen erotukset, tulosten keskiarvo ja näytesarjan keskiarvo sekä keskihajonta, jota hyödynnettiin Grubbs:n testisuureen laskemisessa.

Taulukko 11. Bitumin 50/70 tunkeuman tulokset ja tuloksista lasketut arvot

Näyte 50/70	1. *0,1 mm*	2. *0,1 mm*	3. *0,1 mm*	Keskiarvo *0,1 mm*	Max-Min *0,1 mm*	Grubbs	Keskihajonta *0,1 mm*
1	49	49	49	49,0	0		
2	49	48	49	48,7	1	1,4	
3	48	50	48	48,7	2	1,4	
4	50	50	49	49,7	1		
5	50	49	49	49,3	1		
6	50	50	50	50,0	0		
7	50	50	50	50,0	0		
8	50	50	50	50,0	0		
9	49	50	50	49,7	1		
10	49	49	49	49,0	0		
Koko				49	1		0,5

Taulukko 12. Bitumin 70/100 tunkeuman tulokset ja tuloksista lasketut arvot

Näyte 70/100	1. *0,1 mm*	2. *0,1 mm*	3. *0,1 mm*	Keskiarvo *0,1 mm*	Max-Min *0,1 mm*	Grubbs	Keskihajonta *0,1 mm*
1	74	74	74	74,0	0	2	
2	74	73	74	73,7	1		
3	73	74	74	73,7	1		
4	74	73	73	73,3	1		
5	73	74	73	73,3	1		
6	73	73	73	73,0	0		
7	73	73	73	73,0	0		
8	73	74	73	73,3	1		
9	73	73	73	73,0	0		
10	73	72	74	73,0	2		
Koko				73	1		0,3

Taulukko 13. Bitumin 160/220 tunkeuman tulokset ja tuloksista lasketut arvot

Näyte 160/220	1. *0,1 mm*	2. *0,1 mm*	3. *0,1 mm*	Keskiarvo *0,1 mm*	max-min *0,1 mm*	Grubbs	Keskihajonta *0,1 mm*
1	160	160	160	160,0	0	1,5	
2	161	160	159	160,0	2	1,5	
3	160	159	159	159,3	1		
4	160	159	158	159,0	2		
5	159	159	160	159,3	1		
6	158	158	158	158,0	0		
7	159	159	158	158,7	1		
8	159	158	158	158,3	1		
9	158	159	158	158,3	1		
10	158	158	158	158,0	0		
Koko				159	2		0,7

Tunkeuman tuloksissa ei ollut yhtään poikkeavaa arvoa. Tulokset eivät ylittäneet standardissa annettuja vaihteluvälejä.

5 TULOSTEN TULKINTA JA JOHTOPÄÄTÖKSET

Opinnäytetyön tavoitteena oli validoida bitumin tunkeuman ja pehmenemispisteen mittauslaitteet. Molemmilla laitteilla saatiin hyvä toistettavuus. Pehmenemispisteen määrityksessä oli muutama poikkeama sarjoissa.

5.1 Pehmenemispiste

ARBA:n lämpötilan nostattamisen tarkastaminen onnistui. Lämpötila nousi oikein ja mahdollisti tulosten paikkansa pitävyyden.

Toistojen testaaminen onnistui ARBA:lla hyvin. Vain yksi näyte jouduttiin hylkäämään, koska se aiheutti sarjassa 1 °C:n ylityksen.

Grubbs:n testillä bitumin 50/70 sarjassa oli huomattavissa poikkeama. Näytteen poistaminen olisi pienentänyt hajontaa. Tulosta ei kuitenkaan hylätty sarjasta, koska vaihteluväli pysyi tarpeeksi pienenä

ARBA:n tulosten pohjalta todettiin, että laitteen toimivuus on menetelmän tasolla. Laitteelle kirjoitettiin työohje, joka löytyy liitteenä (Liite 1).

5.2 Tunkeuma

Tunkeumamääritysten vaihtelu oli pientä eikä yhtään tulosta tarvinnut hylätä. Grubbs:n testi ei antanut yhtään poikkeavaa tulosta. Bitumin 50/70 ja bitumin 160/220 tulokset olivat kuitenkin luokitukseensa nähden pieniä.

Bitumin 50/70 ja 160/220 tulokset olivat liian pieniä, jotta ne voitaisiin luokitella kyseiseen luokkaan. Tämä on voinut johtua käytetystä lämpötilamittarista, jonka kalibrointi oli puutteellinen. Mittari oli ainoa, jonka tarkkuus oli riittävä mittaamaan vesihauteiden lämpötilaa tarpeeksi tarkasti. Bitumin 70/100 laadun on oletettu

olevan kauempana luokittelunsa alaosasta, ja sen takia mittaukset olivat luokittelun alueella. Näytteiden käsittely ja bitumin lämmitys voivat aiheuttaa tunkeumatuloksien pienenemistä.

FAPI:n tulokset ovat menetelmän vaatimalla tasolla. Laitteelle kirjoitettiin työohje, joka löytyy liitteenä (Liite 2).

LÄHTEET

Blomberg, T. 1990. Bitumit. Jyväskylä: Gummers kirjapaino Oy

Controls group 2011. Automatic Ring and Ball Apparatus. Instruction Manual.

Controls group. 2017. Pivot Fully Automatic Penetrometer. Instruction Manual

Ehder, T. 2005. Kemian metrologinen opas. Helsinki: Metrologian neuvottelukunta, Kemian ja mikrobiologian jaosto. Kemian työryhmä

Haseeb, J. 2017. Chemical and Physical composition of Bitumen. Päivitetty 21.4.2017. Luettu 19.11.2020. https://www.aboutcivil.org/Composition%20and%20Properties%20of%20Bitumen.html

Hunter, R, N., Self, A., & Read, J. 2015. The shell bitumen handbook 6. Painos. Lontoo: ICE Publishing

Jaarinen, S & Niiranen, J. 2008. Laboratorion analyysitekniikka. Helsinki: Edita Prima Oy

PANK. 2011, Raaka-aineet. Pdf. Luettu: 19.11.2020. http://www.pank.fi/file/900/b2-raaka-aineet.pdf.

Rennie, R & Law, J. 2016. Petroleum. Oxford Reference. Luettu: 14.11.2020. https://www.oxfordreference.com/view/10.1093/acref/9780198722823.001.0001/acref-9780198722823-e-3146

SFS-EN 12591. 2009. Bitumen and bituminous binders. Specifications for paving grade bitumens. Suomen standardisoimisliitto SFS Ry Luettu 13.11.2020. Vaatii käyttöoikeuden. https://online.sfs.fi/fi/index.html.stx

SFS-EN 1427. 2015. Bitumen and bituminous binders. Determination of softening point. Ring and Ball method. Suomen standardisoimisliitto SFS Ry Luettu 13.11.2020. Vaatii käyttöoikeuden. https://online.sfs.fi/fi/index.html.stx

SFS-EN 1426. 2015. Bitumen and bituminous binders. Determination of needle penetration. Suomen standardisoimisliitto SFS Ry. Luettu 13.11.2020. Vaatii käyttöoikeuden. https://online.sfs.fi/fi/index.html.stx

Stephanie. 2016. Statistics How To. html. Päivitetty 17.5.2016. Luettu 19.11.2020. https://www.statisticshowto.com/grubbs-test/

LIITTEET

Liite 1. ARBA:N KÄYTTOHJE

ARBA:N KÄYTTÖOHJE

Automatic ring and ball apparatus

Jussi Lehtonen

Joulukuu 2020

(Jatkuu)

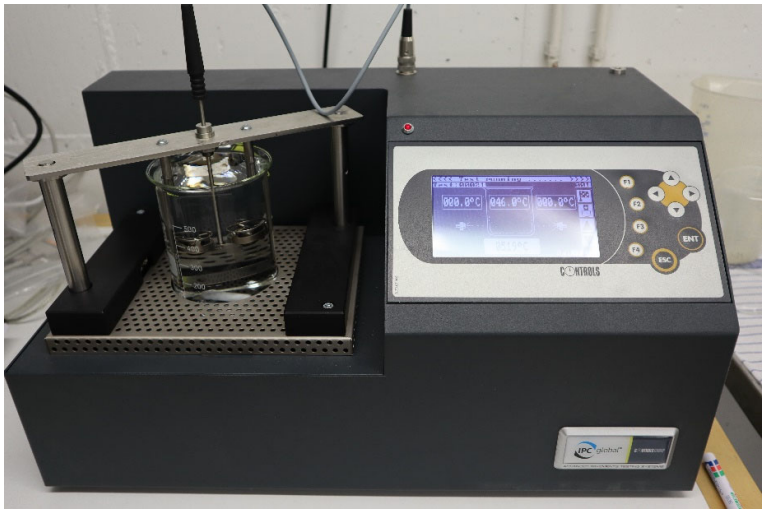
Sisällysluettelo

1. Aloitus 3
2. Näytteen ajaminen 5
3. Ajon tallennus 6
4. Tulokset 7
5. Putty 8
6. Näytteen valmistus 10

Tämä on vain pikaohje. Laitteen manuaali löytyy laboratorion manuaalilaatikosta. Muutoksia tehdessä tarkasta SFS-EN 1427.

1. Aloitus

Käynnistä ARBA (Kuva 1) sen takana sijaitsevasta virtakytkimestä.

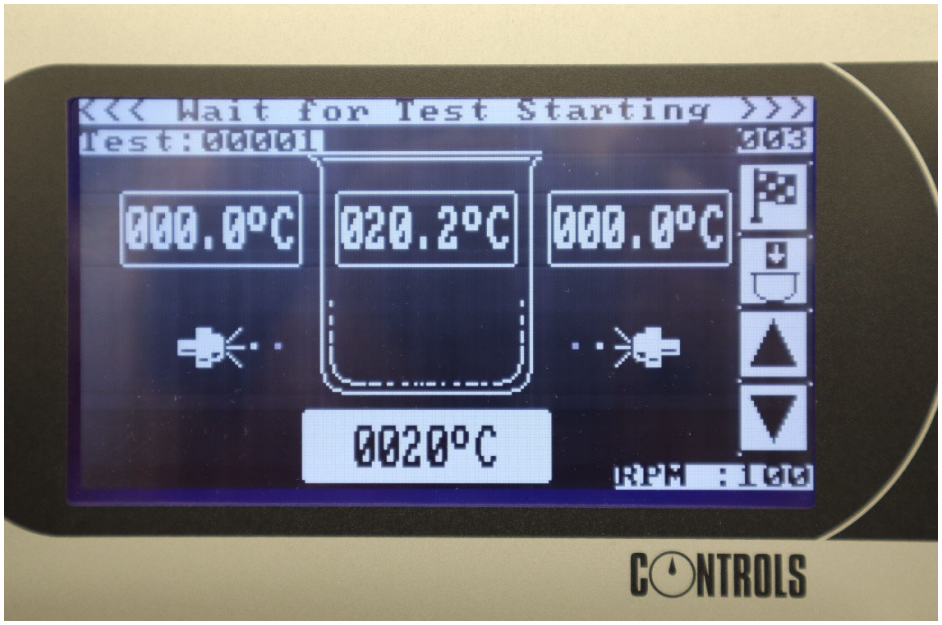


Kuva 1. ARBA ajossa

Valitse alkuvalikosta **Test in Water** (Kuva 2) käyttäen Ent-painiketta ja tarvittaessa nuolinäppäimiä.

Password menu, paina ESC. Test Parameters, paina ESC. Pääset testin aloitusnäyttöön (Kuva 3). Kuva 3:ssa sensoreista lähtevät piste suorat tarkoittavat, että sensorien väli on esteetön.

Kuva 2. Aloitusvalikko



Kuva 3. Ajovalikko

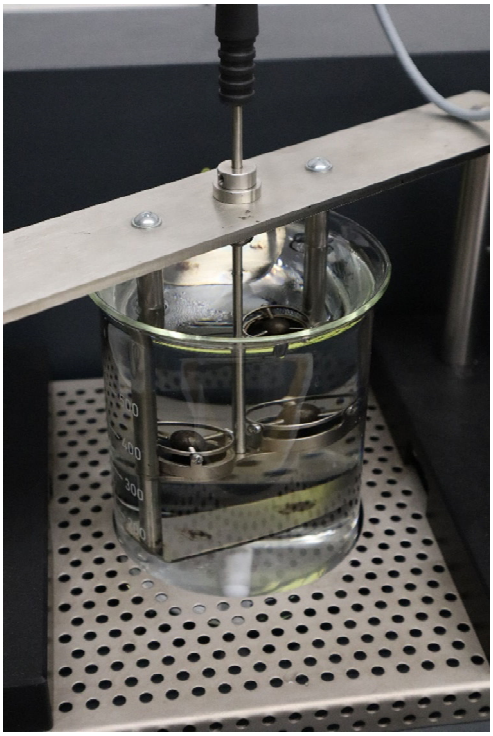
Lippukuvake aloittaa levyn lämmityksen.

Kulhokuvake kertoo laitteelle, että ajo voidaan aloittaa.

Nuolet säätävät magneettisekoittimen nopeutta (Standardi nopeus on 100 rpm).

2. Näytteen ajaminen

Aloita testi painamalla lippukuvaketta (Kuva 3) käyttäen F -nappuloita.
Laite lämmittää levyn sopivaan lämpötilaan ja ilmoittaa milloin ajolaitteiston voi laittaa levylle.

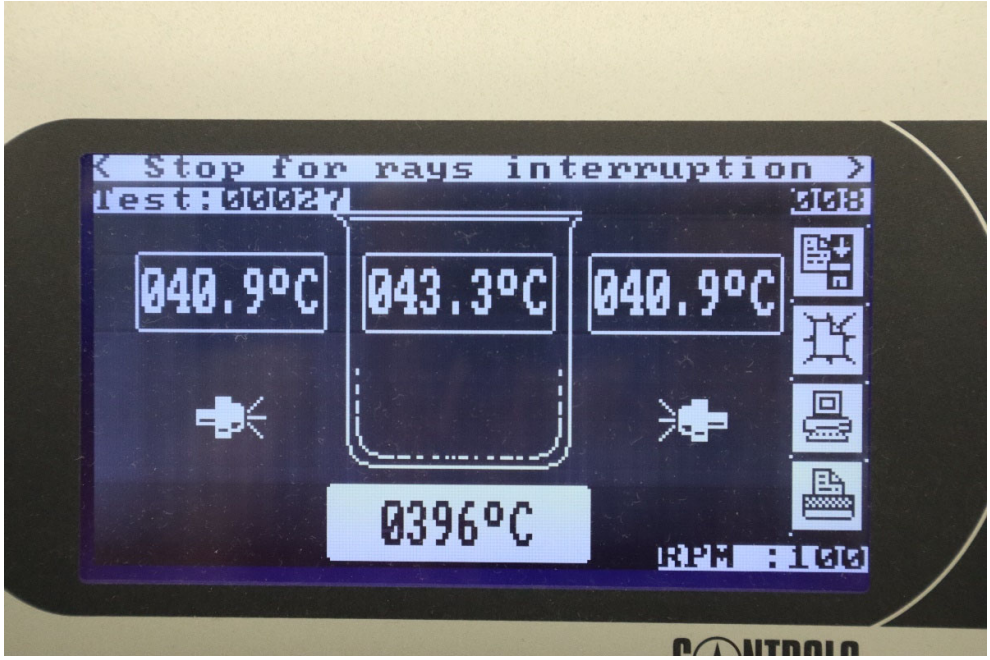


Kuva 4. Ajolaittesto valmiina ajoon

Jos päivän ensimmäinen ajo, anna levyn olla kuumana viisi minuuttia ennen ajolaitteiston asettamista levylle.
Aseta jäähdytetty ajolaitteisto paikalleen laitteeseen. Asetta lämpötilasensori paikalleen viimeisenä (Kuva 4).
Tasaa veden raja niin, että se melkein alkaa valua ulos dekantterin nokasta, 5 mm dekantterin yläreunasta.
Aloita testi painamalla kulhokuvaketta, jossa on nuoli alaspäin, käyttäen F-näppäimiä (Kuva 3).
Ajo pysähtyy automaattisesti, kun sensorit havaitsevat, että teräskuulat ovat venyttäneet bitumia tarvittavan matkan.
Jäähdytä ajokehikkoa näytteineen hetki kylmähauteessa.
Ota keskittimet pois.
Irrota näytteet kehikon alaosasta puukolla ja siivoa isoimmat bitumin jäämät kehikosta.

3. Ajon tallennus

Paina useampi kerta alaspäin, nuolinäppäimillä, jotta uudet kuvakkeet tulevat näkyviin (Kuva 5).
Käyttäen F-nappuloita paina paperikorppukuvaketta, ylin kuvake (Kuva 5) ja ajo tallentuu muistiin.

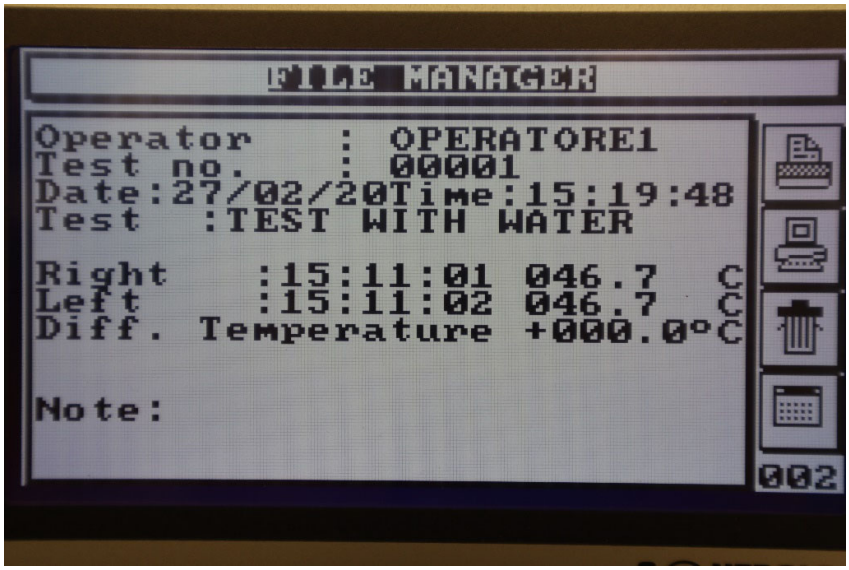


Kuva 5. Lisäkuvakkeet

Kuvakerivin yläpuoleinen numerosarja kasvaa yhdellä onnistuneen tallennuksen tapahduttua.
Uuden testin voi aloittaa painamalla paperikuvaketta tai toimimalla alkuvalikosta asti.
Ajoja voi tallentaa vain yhdeksän. Silloin tallennus estyy ja tallennetut ajot on poistettava tai siirrettävä tietokoneelle.

4. Tulokset

Avaa tietokoneella Putty-ohjelma. Putty:n käyttöohje löytyy kohdasta 5. Aloitusvalikosta, palaaminen ESC-nappulalla muutaman kerran, valitse **FILE MANAGER**.



Kuva 6. Tallennettu ajo

Ajo löytyy tallennusjärjestyksessä. Ajon tallennuksesta löytyy kaikki testin tärkeät aiheet (Kuva 6). Tulokset saadaan tulostettua koneelle painamalla Kuva 6:n tietokonekuvaketta, varmista, että kaapeli on kiinni tietokoneessa sekä ARBA:ssa.

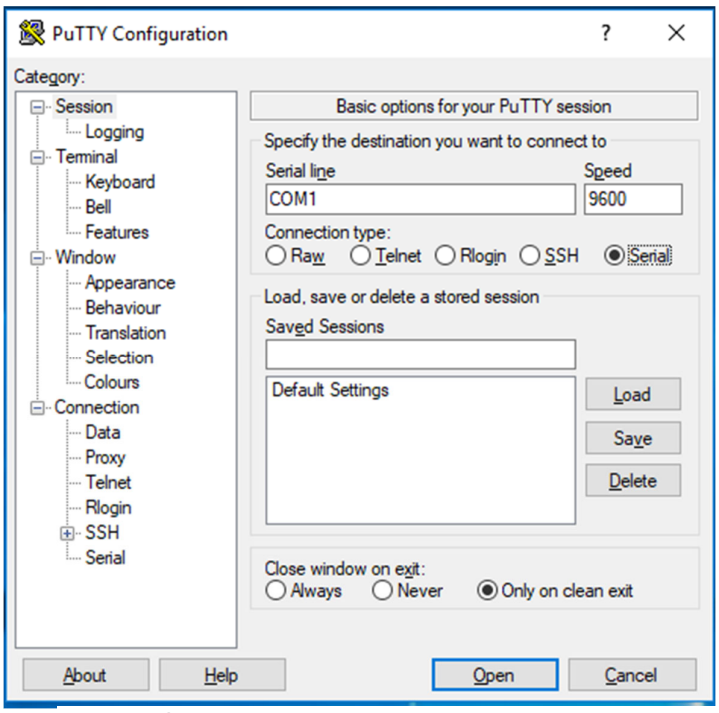
Tulosten poisto onnistuu roskakorikuvakkeella.

Jos haluaa valita kaikki tallennukset samalla aikaa, paina Kuva 6:n alinta kuvaketta.

5. Putty

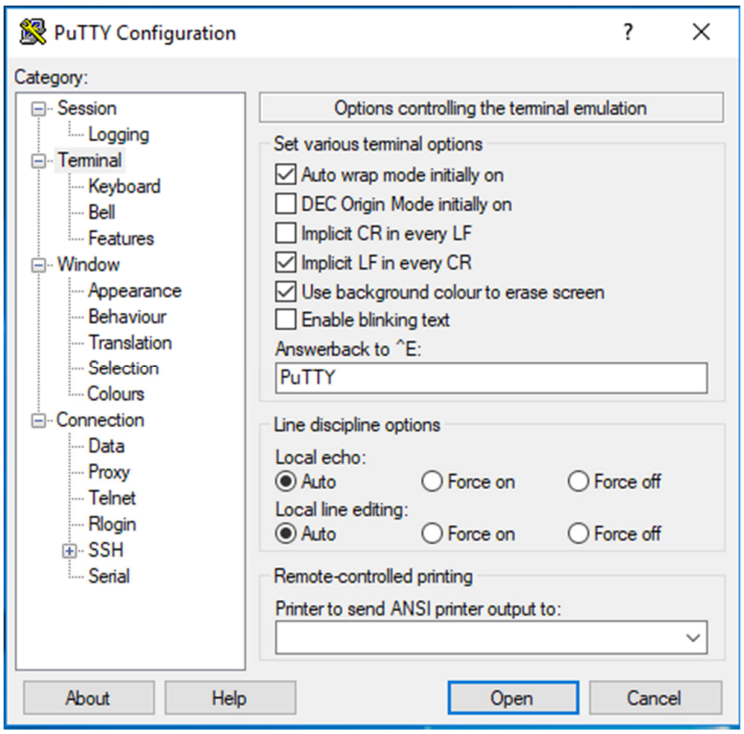
Avaa putty.

Vasemmalla olevasta valikosta valitse **Session**. Session valikosta **Connection type:** valitse **Serial (**Kuva 7).



Kuva 7 Session valikko

Valitse **Terminal** valikko.

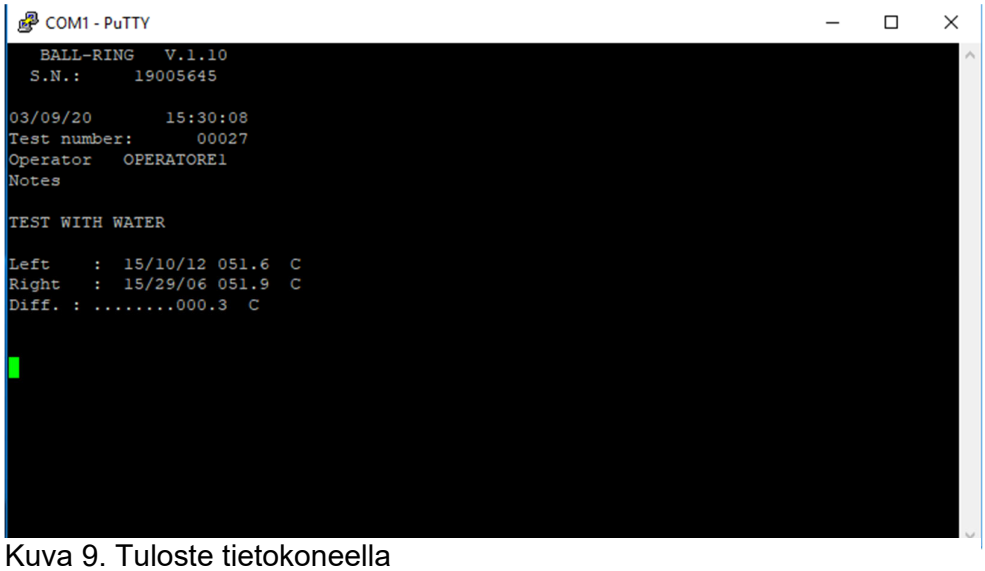


Kuva 8 Terminal valikko

Laita raksi ruutuun **Implicit LF in every CR** (Kuva 8).

Paina **Open**. Yhteys on nyt luotu

Paina tietokone kuvaa ARBA:ssa (Kuva 6). Ota kuva tulosteesta (Kuva 9) hyö-



Kuva 9. Tuloste tietokoneella

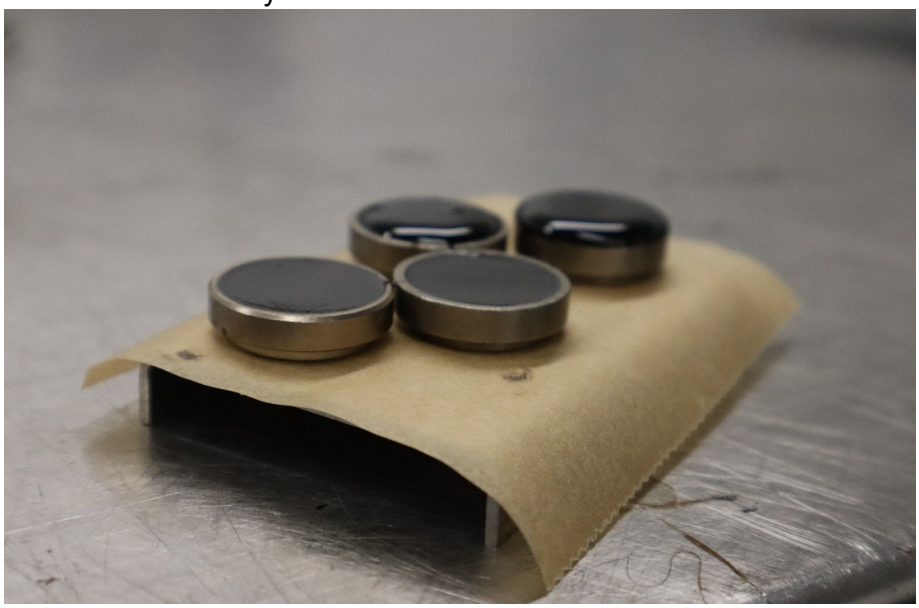
dyntäen snipping tool:ia.

6. Näytteen valmistus

Lämmitä renkaat kolmeen mittaukseen ja muutama varalle (Kuva 10).

Kuva 10. Kuulan keskitin, rengas ja kuula

Lämmitä ajorenkaat ja bitumi 120 °C:ssa. Siirrä bitumi astiaan, joka helpottaa valujen tekoa. Sekoita näytettä ennen sen siirtämistä astiasta toiseen.



Kuva 11. Neljä valua. Kaksi tasattua ja kaksi tasaamatonta

Aseta renkaat ajoalustalle ja siihen leivinpaperi (Kuva 11). Kaada renkaat kuperoiksi (Kuva 11).

Anna jäähtyä vähintään 30 min, enemmän jos ei ole jähmettynyt.

Varmista, että kuulat menevät keskittimien läpi. Löysennä tarvittaessa tasaisesti.

Jäähtymisen jälkeen leikkaa renkaan tasoiseksi hyödyntäen lämmitettyä puukkoa.

Jäähdytä valmiiksi samana päivänä keitettyä tai tyhjiökäytettyä ionivaihdettua vettä, 650 ml näytettä kohden.

Veden pitää olla (5 ±1) °C:ta, kun näytteet ovat jäähtyneet valun jälkeen.

Jaa vesi valmiiksi 600 ml dekanttereihin ja asettele kylmähauteeseen.

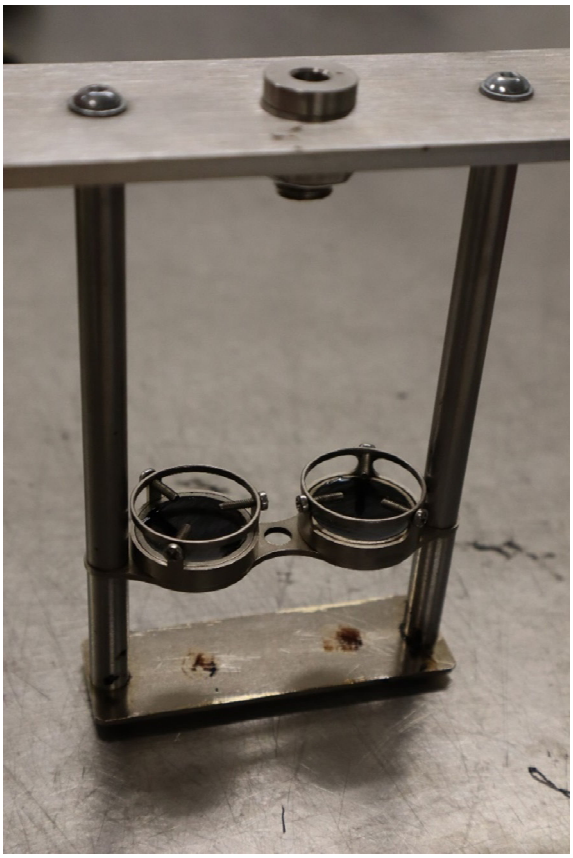
Aseta tasoitetut näytteet ajokehikkoon (Kuva 12).

Aseta kuulan keskittimet paikalleen.

Laita ajokehikko ja magneettisekoitin 600 ml dekantteriin, jossa on valmiiksi kylmää ajovettä (5 ±1) °C.

Laita kokonaisuus takaisin kylmähauteeseen 15-20 min ajaksi.

Laita teräskuulat erilliseen hauteeseen jäähtymään.



Kuva 12. Ajokehikko näytteiden kanssa

Jäähtymisen jälkeen, aseta kuulat paikalleen käyttäen pinsettejä.

Aloita ajo mahdollisimman nopeasti.

FAPI:N KÄYTTÖOHJE

Fully Automatic Penetrometer

Jussi Lehtonen

Joulukuu 2020

(Jatkuu)

Sisällys

1. Valmistelu 3
2. Ajon tekeminen 4
3. Näytteen ajaminen 6
4. Tulosten luku 9
5. Näytteen tekeminen 10
6. Lisälaite 11

Tämä on vain pikaohje. Laitteen manuaali löytyy laboratorion manuaalilaatikosta. Muutoksia tehdessä tarkasta SFS-EN 1426.

1. Valmistelu

Tarkista, että muistitikku on paikallaan, koneen takana olevassa jatkojohdossa. Käynnistä FAPI (Kuva 1) takana sijaitsevasta kytkimestä.

Kuva 1. FAPI laitteisto

Käytä näyttökynää (Kuva 2) kosketusnäytön hyödyntämiseen. Näyttö on vähän huonosti kalibroitu.

Kuva 2. Kosketusnäytön kynä

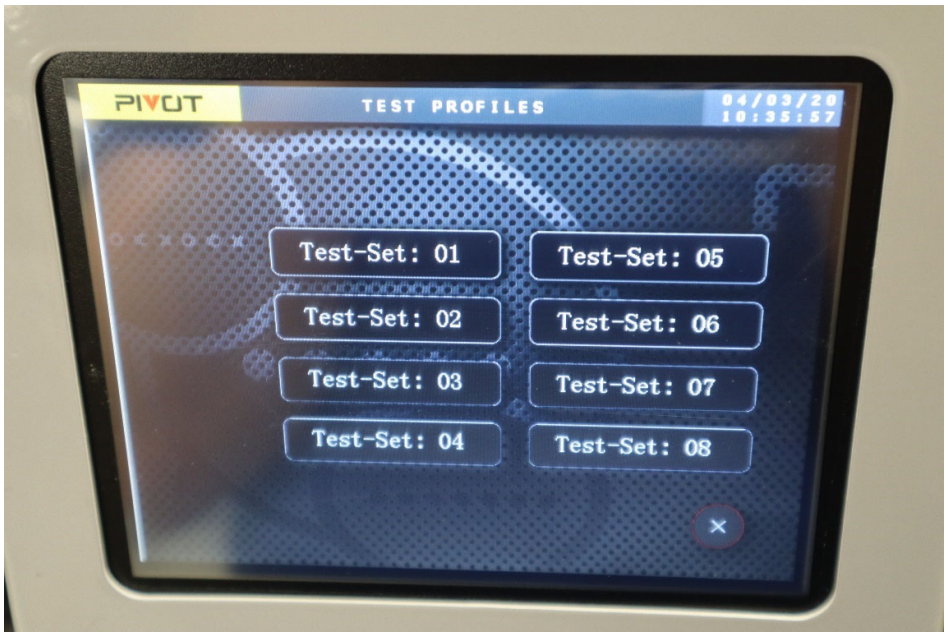
Painikkeiden lukualueet ovat enemmän oikealla kuin näyttävät olevan eli vältä painamasta vasenta reunaa.

2. Ajon tekeminen

Aloitusvalikko (Kuva 3) **Run Test** pääsee ajon luomiseen. **Options**:n kautta

Kuva 3. Alkuvalikko

pääsee katsomaan tuloksia, muut ovat tärkeitä, vain jos FAPI:ssa ilmenee vi-



Kuva 4. Testivalikko

koja tai tarvitsee muuttaa parametrejä.

Painamalla **Run Test** pääsee testivalikkoon (Kuva 4).

Valitse jokin **Test Set** ja pääset asettamaan testin tietoja, ID, käyttäjä, bitumi laatu jne.

Kaikki tähän laittamasi tiedot tallentuvat kyseessä olevaan **Test Set**:iin (Kuva 5).

Kuva 5. Test Set, näytteen tietojen asettaminen

Kun olet asettanut tarvittavat tiedot, paina **Enter** ja pääset aloittamaan ajoa. Ainoa asia mikä on pakollinen muuttaa joka kerta, on Test ID.

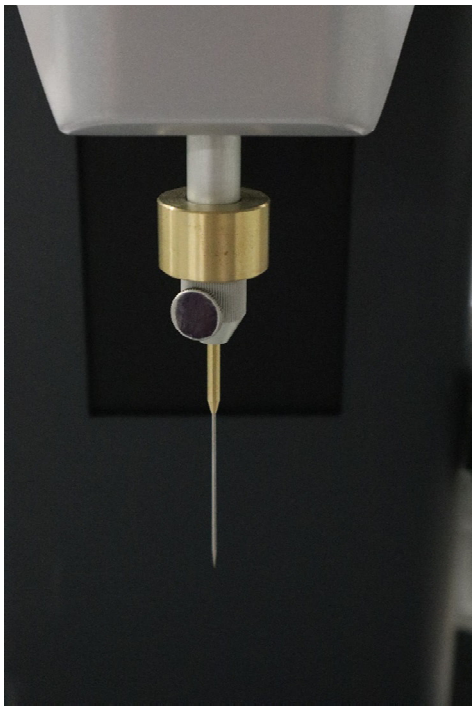
3. Näytteen ajaminen

Ajovalikossa (Kuva 6) on vasemmalla sivulla kuvakkeita, joita hyödyntämällä varmistetaan ajon toistojen samanlaisuus ja nopea toiminta. **View Data** sisältää tietoja ajosta.

Kuva 6. Ajovalikko

Nuolinäppäimet liikuttavat neulanpidikettä vertikaalisesti.
Aurinkokuvake sytyttää valon, joka auttaa korkeuden säädössä.
Kolmiokuvake vapauttaa neula-anturin ajon ulkopuolella.
Talokuvake palauttaa laitteiston mahdollisimman ylös, alkuasentoonsa.
Muistiokuvake tallentaa neulanpidikkeen korkeuden. FAPI siirtää neulanpidikkeen tähän korkeuteen, kun testi aloitetaan.
Tarkista, että neula-anturi on aloitusasennossa, käyttäen kolmiokuvaketta.
Nosta toisella kädellä kevyesti neula-anturia, neulan ruuvin korkeudelta pitäen (Kuva 7) ja paina kolmiokuvaketta.

Laite varmistaa, että haluat vapauttaa lukitsimen, paina **confirm** ja nosta pidike mahdollisimman korkealle.



Kuva 7. Neula-anturi ja neulanpidike

Kun et saa liikutettua pidikettä enää korkeammalle, paina uudestaan lukitusnäppäintä tai odota 5 s, että laite lukitsee sen automaattisesti.

Ota valmisteltu näyte ja aseta se vesiastiassa FAPI:n alustalle niin, että näyte on neula-anturin alapuolella.

Voi myös hyödyntää ajohaudetta, Kohta 6.Lisälaite.

Laita neula paikalleen ja kiristä kevyesti.

Laske neulanpidikettä käyttäen nuolinäppäimiä.

Jätä neula muutaman millin päähän näytteen pinnasta ja paina muistiokuvaketta. Laite tasaa loppumatkan ajon alettua. (Rapid approach)

Paina talokuvaketta.

Odota, että neulanpidike palaa alkuasentoonsa.

Aloita mittaaminen painamalla **START**.

Mittauskohtien pitää olla vähintään 10 mm etäisyydellä reunoista ja 10 mm etäisyydellä toisistaan. Painamalla **Stop** ajo keskeytyy.

Mittauksen jälkeen avaa neulan ruuvi ja paina talokuvaketta.

Pidä näyte vesihauteessa.

Irrota neula näytteestä varovasti nostaen ja samalla tehden pyörivää liikettä.

Puhdista neula paperilla, joka on kostutettu bioliuottimella, ja kuivaa puhtaalla paperilla.

Nosta neula-anturi takaisin aloitusasentoon.

Aseta neula paikalleen.

Aseta seuraava tunkeumakohta ja suorita seuraava mittaus.

Yhdelle näytteelle voi tehdä 1-6 mittausta.

Kun mittauksia on tehty haluttu määrä, paina X-nappia näytön alareunassa.

Laite varmistaa **save data anyway**.

Paina **confirm**.

Muista nostaa neulanpidike ja neula-anturi aloitusasentoon ennen kuin lopetat testaamisen.

4. Tulosten luku

Aloitusnäytöstä paina **Options** -> **USB Memory**.

Valitse listasta käyttämäsi ID, Kuva 8.

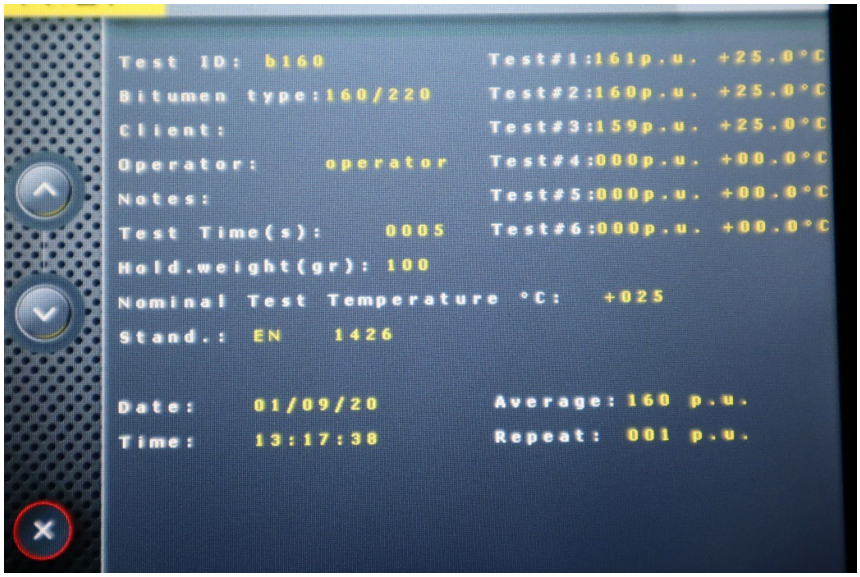
Jos tallenteita on paljon, seuraavalle sivulle pääsee käyttämällä vasemmalla olevia nuoli näppäimiä.

Kuva 8. Tallenetut testit

Ota näytöstä kuva kameralla (Kuva 9) ja vie kuva tietokoneelle.

Tikulta otettuna saa vain tulosten keskiarvon notepad-tiedostona, jossa on tunkeuman kulkema matka ajon aikana.

Laitteella on tapana hukata keltaisella kirjattuja testistä (Kuva 9). Pari kertaa palamaalla kyseiseen testiin korjaa asian.



Kuva 9. Testin tallenne

5. Näytteen tekeminen

Varmista, että temperointi- ja ajohaude ovat oikeassa lämpötilassa (25 ± 0,1) °C.

Lämmitä bitumi 120 °C:ssa juoksevaksi, 1-2 tuntia.

Sekoita ennen siirtämistä toiseen astiaan.

Vala näytteet astioihin.

Vala noin 5 mm näyteastian reunasta (Kuva 10).

Peitä kevyesti foliovuolla ja anna jäähtyä 1-2 tuntia.

Temperoi (25 ±0,1) °C:ssa vesihauteessa yhtä kauan kuin jäähtyi huoneilmassa.

Kuva 10. Valetut näytteet. Keskellä epäonnistunut

6. Lisälaite

Ajohaudetta voi hyödyntää ajon helpottamiseksi (Kuva 11).
Kytke kontrollerin johto vesihauteeseen ja aseta sensori hauteeseen.
Laita alusta hauteeseen. Pyöreä, reiällinen kolmijalka.
Kaada haudeastia melkein täyteen vettä niin, että näytteen asettaminen ei aiheuta ylivuotoa.
Aseta kontrollerin lämpötila-anturi hauteeseen.
Kytke kontrolleri päälle.
Varmista, että lämpötila on asetettu oikeaksi.
Lämpötilaa voi muuttaa/tarkistaa painamalla P-nappulaa ja nuolinäppäimillä muutetaan lämpötilaa.
Kun oikea lämpötila on asetettu, paina uudestaan P-nappulaa tai odota 15 s.
Anna lämmön nousta oikeaksi. Muista sekoitella vettä, koska laitteessa ei ole erillistä sekoitinta.
Aseta näyte vain mittauksen ajaksi ajohauteeseen.
Kytke hauteen virtajohto vain kontrolleriin.

Kuva 11. Kontrolleri ja ajohaude