

# Točka razmekšanja i indeks penetracije bitumena na uzorcima iz jugozapadne Nigerije

Olugbenga A. Ehinola, Olugbenga A. Falode and G. Jonathan

IZVORNI ZNANSTVENI ČLANAK

Točka razmekšanja (*SP*) i indeks penetracije (*PI*) bitumena na uzorcima iz jugozapadne Nigerije su važna svojstva za bolje projektiranje i optimizaciju procesa unapređenja nigerijskih bitumena. Ova je studija provedena u cilju projektiranja i proizvodnje jeftinog i učinkovitog uređaja za ispitivanje točke razmekšanja kako bi se bitumeni klasificirali po razredima.

Oprema za ispitivanje metodom prstena i kuglice proizvedena je u Nigeriji prema američkim normama za ispitivanje materijala (American Society for Testing and Materials-ASTM) i korištena je za određivanje *SP* uzoraka bitumena prikupljenih s četiri lokacije: Agbabu (AB), Iluburin (IB), Loda (LB) i Ode-Omode (OB). Dvije okrugle ploče bitumena, lijevani brončani prsteni, zagrijavaju se u tekućoj kupki s kontroliranom brzinom dok svaki podržava čeličnu kuglicu. Određeno je da je točka razmekšavanja (*SP*) srednja temperatura ona pri kojoj dva diska omekšaju dovoljno da svaka kuglica, obavijena bitumenom, padne na udaljenost od 25 mm. Vrijednosti točke razmekšavanja korištene su za izračun različiti indeksa penetracije i određivanje razreda bitumena.

Točke razmekšanja (*SP*) za AB, IB, LB i OB su 30, 48, 48.10 i 38.10 °C a indeksi penetracije (*PI*) -3.8, -1.3, -1.1 i -1.6. Predviđeni razredi bitumena za četiri lokacije su: bitumen osjetljiv na temperaturu za AB (razred 250/330) i konvencionalni bitumen za kolnike za OB, IB i LB (razred 50/70 i 160/220). Stoga su uzorci OB, IB i LB pogodni za asfaltiranje prometnica dok uzorak AB može biti modificiran za industrijsku uporabu.

*Ključne riječi:* Nigerija, točka razmekšanja, bitumen, indeks penetracije

## 1. UVOD

Bitumen je nekristalna kruta ili viskozna tvar na bazi nafte koja postoji u prirodi ili kao nusproizvod rafinerskih procesa; ima adhezivna svojstva te je jako topljiv u ugljikovom disulfidu. To je mješavina organskih tekućina koje su vrlo viskozne, crne, ljepljive i uglavnom se sastoje od visoko kondenziranih policikličnih aromatskih ugljikovodika. Bitumen se dobiva odstranjivanjem lakih frakcija destilacije (poput ukapljenog naftnoga plina, benzina i dizela) destilacijom spojeva teške sirove nafte za vrijeme procesa rafiniranja. Velikia većina rafiniranoga bitumena se koristi u građevinarstvu. Bitumen se primarno koristi kao sastavni dio proizvoda koji se koriste za asfaltiranje i pokrivanje krovova. Oko 85% bitumena proizvedenoga u svijetu koristi se kao vezivo u asfaltu za ceste a također se i koristi na drugim asfaltiranim površinama kao što su avionske piste, parkirališta i pješačke staze.

Prirodni bitumen se stvara iz već stvorene nafte koja je migrirala u ležište te je podvrgnuta drugim utjecajima kao i procesu sazrijevanja. Te dodatne promjene se događaju kada kontinuitet ležišnih horizonata omogućuje da plin odozgo ili odozdo dođe u kontakt s akumuliranom naftom, jedan takav proces je poznat kao ispiranje lakih frakcija nafte vodom, koji se događa kada je zamka za naftu u kontaktu s oborinskom vodom. Ovaj proces je jednostavno ispiranje lakih sastojaka ugljikovodika u količini proporcionalnoj njihovim topivostima. Rezultat je veliko smanjenje sadržaja benzina u ugljikovodiku i pad lakih asfaltena i aromata. To pak stvara okruženje

teških komponenti i pad API gustoće, tako da je krajnji rezultat teška nafta bez lake komponente (bitumen).

Drugi proces stvaranja bitumena je poznat kao biodegradacija, koji se događa kada kisikom zasićena oborinska voda prenosi aerobne bakterije s površine do akumulacije u zamci za naftu. U tom slučaju se javlja biodegradacija. Ove aerobne bakterije napadaju uglavnom normalne alkane, iako u manjem opsegu mogu napadati i druge komponente nafte. Sadržaj otopljenoga kisika u oborinskoj vodi mora biti najmanje 0.8 g/l. Mora sadržavati nutrijent i ne smije sadržati sumporovodik ( $H_2S$ ) koji truje bakterije.

U plitkim naftnim akumulacija blizu rubova bazena gdje se ležište najbolje nastavlja na površinske izdanke, kombinacija ispiranja lakih frakcija nafte vodom i biodegradacije bakterijama također mogu promijeniti velike količine teške nafte u teški katran ili bitumen. Primjer za to je talog bitumena u bazenu Dahomey u jugozapadnoj Nigeriji.<sup>10</sup> Pojas izdanaka asfaltnih pijesaka leži u nigerijskome sektoru bazena Benin koji je marginalna izduljena raskomadana struktura<sup>10</sup> ili marginalni uleknuti bazen.<sup>9</sup> Granično istočno krilo bazena Benin poznato je kao Okiti-pupa uzvisina, dok se bazen proteže na zapad u Togo i deltu Volte (Ghana).

Bazen sadrži oko 3 000 m sedimenata a opisana je i statigrafija.<sup>13,2</sup> Omatsola i Adegoke<sup>13</sup> utvrdili su tri formacije koje pripadaju grupi Abeokuta. To su fomacija Ise (neocom-alb) koja se u biti sastoji od kontinentalnih pijesaka, grubozrnatih pješčenjaka i silita koji prekrivaju bazalni kompleks. Formaciju Ise prekriva

formacija Afowo (turon-mastriht) koja se sastoji od grubo do srednje zrnatih pješčenjaka s proslojcima šejla, silita i gline. Formacija Araromi (mastriht-paleocen) skladno prekriva formaciju Afowo i sastoji se od pijesaka prekrivenih tamno sivim šejlovima s proslojcima vapnenca i lapora.

Fizičke i kemijske karakteristike naftnih pješčenjaka opisali su između ostalih Enu.<sup>5,3</sup> Teksturoom pijesci dolaze u rasponu od fino do grubo zrnatih, srednje do dobro sortiranih, pozitivno asimetričnih (krupnije čestice prevladavaju nad finijim) i mesokurtic (Kurtosis - mjera zaobljenosti krivulje raspodjele frekvencija. Mesokurtic -zaobljenost normalne krivulje, Leptokurtic -šiljatija od normalne krivulje, Platokurtic - plosnatija od normalne krivulje) i predstavljaju sedimente s visokom energijom okruženja (npr. obale) koji su prerađeni. Zrna pijeska su poluuglata do poluzaobljena. Sadržaj gline u pijescima je 2-7% a u osnovi je to kaolinit s nešto ilita, smektita i miješanih slojeva gline. Pijesak također sadrži neke teške minerale kao što su opak, staurolit, turmalin, cirkon, rutil, grupa granata i andaluzita od koji neki mogu biti ekonomski iskoristivi.<sup>5</sup>

Utvrđena je prisutnost 22 glavna, minorna i elemenata u tragovima u nigerijskim asfaltnim pijescima s koncentracijom u rasponu od 17 do 35,5 ppm.<sup>12</sup> Udio bitumena u asfaltnim pijescima je 12-14 wt% (weight percent-težinski postotak) i u prednosti je u usporedbi s Athabasca asfaltnim pijescima, izuzev manjega udjela sumpora, nikla i vanadija. Za razliku od nekih supstanci (npr. vode koja se pri 0 °C mijenja iz krute tvari u tekućinu), bituminozni materijali nemaju određenu točku tališta. Umjesto toga porastom temperature materijali se polagano mijenjaju iz krhkih i vrlo gustih i sporo tekućih materijala u mekše i manje viskozne tekućine. Određeni su kinetički parametri i opseg temperature za pirolizu frakcija asfaltna kako bi se iz nigerijskog bitumena naftnog pješčenjaka oslobodilo čim više kapljevine nalik nafti.<sup>14</sup> Ove informacije su potrebne kako bi se bolje osmislio i optimizirao proces prerade nigerijskog bitumena u tekuće gorivo. Temperatura pri kojoj bitumen omekša posebno je važna za materijale koje se koriste za kolnike, punila za spojeve i pukotine i materijala za krovove. Ova studija je fokusirana na određivanje točke razmekšanja i indeksa penetracije bitumena jugozapadne Nigerije kako bi se odredili njihovi razredi.

## 2. MATERIJALI I METODE

Uzorci bitumena su prikupljeni s četiri lokacije jugozapadne Nigerije (Slika 1)

To su:

1. Agbabu (AB), uzorak je uzet iz bušotine s metalnom zaštitnom cijevi.
2. Ode-Omode Mile 2 (OB), uzorak je uzet iz bušotine s metalnom zaštitnom cijevi.
3. Ilubrin (IB) uzorak je uzet iz asfaltnoga pijeska
4. Loda (LB) uzorak je uzet iz asfaltnoga pijeska

## 3. IZRADA UREĐAJA

Uređaj za ispitivanje točke razmekšanja napravljen je prema američkim normama za ispitivanje materijala

(American Society for Testing and Materials-ASTM). Materijal korišten za izradu je bronca a detaljan opis uređaja dan je na slici 2.

### 1. Držać prstena

Brončana pločica od 89 mm (dužina), 30 mm (širina), 25mm (debljina).

(a) Označavanje:- Ovo uključuju korištenje sljedećih alata

(i) Crtača igla: koristi se za pravljenje linija

(ii) Čelični alat: Koristi se za mjerenje.

(iii) Centralno šilo : koristi se za označavanje na mjerenoj liniji

(b) Svrđlo:- 1. svrdlo - 5.6 mm promjera, korišteno za izradu pet (5) rupa izvan duljine.  
2. svrdlo -19 mm promjera, korišteno za proširenje rupe.

(C) Radni stol - uključuje pilu za rezanje metala i turpiju za prilagođavanje rubova na određenu dimenziju.

### 2. Vodilica za centriranje kuglice

Brončana šipka od 23 mm puta 9 mm korištena je za izradu vodilice za centriranje kuglice uz pomoć LATHE MACHINE. Vodilica za centriranje kuglice izbušena je i strojno obrađena na traženu dimenziju.

(I) Cijev/kalup, kalup/ključ, cijev/ ključ, kalup/.

(II) Glodalica/razdjelna glava - korišteno za izradu rupa na vodilici za centriranje i kako bi se osiguralo da su rupe jednake.

(III) Korišteni rezni alati: oštrica noža, svrdlo i nož za bušenje.

### 3. Rameni prsteni

Brončana šipka 23 mm puta 9 mm korištena je za izradu ramenih prstena pri tome su korišteni slijedeći procesi:

(I) Šipka se obrađuje na traženu dimenziju

(II) Šipka se zatim postepeno obrađuje

(III) Prolazi kroz proces bušenja

(IV) Nakon toga prolazi proces bušenja i postepenog bušenja

### 4. Donja ploča

Buši se na isti način kao i držać prstena

### 5. Vijci

Korišteni su 2BA vijak i 2BA narezno svrdlo.

## 4. EKSPERIMENTALNI POSTUPCI

Uzorci su pripremljeni točno kao što je navedeno u ASTM D36-95 u točno dimenzioniranim brončanim prstenima i održavani na temperaturi ne manjoj od 100 °C ispod očekivane točke razmekšanja (SP), najmanje 30 minuta prije testa. Priprema uključuje zagrijavanje uzoraka bitumena dok ne zakipi i može se izliti (temperatura izlivanja). Neki od uzoraka su filtrirani dok se izljevaju, pomoću sita za uklanjanje nečistoća, uzorci se zatim ostavljaju 30 minuta kako bi se skrutili. Prsteni, sklop i dva kuglična ležaja, se onda stavljaju u tekuću kupku ispunjenu do dubine od  $600 \pm 3$  mm, a cijeli sustav održava se 15 minuta na temperaturi od 5

0,5 °C. (Svježe kipuća destilirana voda je korištena za postizanje točke razmekšanja bitumena).

Čelični kuglični ležaj od 9,5 mm (težine  $3,50 \pm 0,05$  g) je centriran na svaki primjerak pa se nakon toga zagrijava posuda kako bi se podigla temperatura za  $5 \pm 0,5$  °C/min. Registrira se temperatura na kojoj svaki primjerak bitumena dotakne osnovnu ploču, najbliža vrijednosti od 0,2 °C. Registrira se i vrijednost temperature izlijevanja i sobna temperatura.

## 5. IZRAČUN INDEKSA PENETRACIJE (PI)

Indeks penetracije predstavlja kvantitativnu mjeru reakcije bitumena na promjene temperature. Poznavajući indeks penetracije pojedinih bitumena, moguće je predvidjeti njegovo ponašanje u primjeni. Stoga, asfaltna veziva s visokim brojevima penetracije (nazvanim "meki") se koriste se za hladne klime, dok se asfaltna veziva s niskim brojevima penetracije (nazvanim "tvrdi") koriste za tople klime. Opis termoplastičnih svojstva bitumena je slijedeći: oni postaju mekši kad se zagriju a otvrdnu kad se ohlade. Postoji nekoliko jednadžbi za definiciju načina promjene viskoznosti (ili postojanosti) s temperaturom. Jedna od najpoznatijih je razvijena od Pfeiffera i Van Doormaala u kojoj se navodi da:

Ako se logaritam penetracije,  $P$ , nanese u odnosu na temperaturu,  $T$ , dobivena je ravna linija tako da je:

$$\log P = AT + K \quad (1)$$

gdje je

$A$  = osjetljivost na temperaturu  
 $P$  = penetracija kod temperature  $T$   
 $K$  = konstant

Vrijednosti za  $A$  se mijenjaju od 0,001 5 do 0,06 što pokazuje da razlika u odzivu na temperaturu može biti značajno različita. Pfeiffer i Van Doormaal razvili su jednadžbu za reakciju na temperaturu koja pretpostavlja vrijednost oko nule za bitumen za ceste. Zbog toga su indeks penetracije ( $PI$ ) definirali kao:

$$\frac{20 - PI}{10 + PI} = 50A \quad (2)$$

ili eksplicitno,

$$PI = \frac{20(1 - 25A)}{1 + 50A} \quad (3)$$

Vrijednosti za  $PI$  se kreću od -3 za bitumene osjetljive na visoke temperature do oko +7 za bitumene vrlo osjetljive na niske temperature (visoki  $PI$ ).  $PI$  je nedvosmislena funkcija od  $A$  pa se stoga može koristiti za istu namjenu.

Vrijednosti za  $A$  i  $PI$  mogu se izvesti iz mjerenja penetracije za temperature  $T_1$  i  $T_2$ , korištenjem jednadžbe:

$$A = \frac{\log pen \text{ at } T_1 - \log pen \text{ at } T_2}{T_1 - T_2} \quad (4)$$

Pfeiffer i Van Doormaal su utvrdili da većina bitumena ima penetraciju od oko 800 dmm (deci-milimetra) na ASTM temperaturi točke razmekšanja. Zamjenom  $T_2$  u gornjoj jednadžbi s ASTM temperaturom točke razmekšanja i penetracijom 800 na  $T_2$ , dobili su jednadžbu (5):

$$A = \frac{\log pen T_1 - \log 800}{T_1 - \text{ASTM softening point}} \quad (5)$$

Uvrštavanjem jednadžbe (5) u jednadžbu 3 i pretpostavkom da je temperatura ispitivanja 25 °C dobivamo:

$$PI = \frac{1952 - 500 \log pen - 20 \text{ softening point}}{50 \log pen - \text{softening point} - 120} \quad (6)$$

Jednadžbe (3) i (5) su primijenjene u ovoj studiji za izračun  $A$  (osjetljivost bitumena na temperaturu) i  $PI$  (indeks penetracije). Oni su izračunati iz izmjerenih temperatura točke razmekšanja i penetracija.

## 6. REZULTATI I DISKUSIJA

Rezultati za točku razmekšanja ( $SP$ ) i indeksa penetracije ( $PI$ ) uzoraka bitumena prikazani su u tablicama 1 i 2. Rezultati za  $SP$  kreću se od 30 - 48,10 °C a  $PI$  u rasponu od 60 - 330 mm (sl. 3 i 4). Sadržaj sumpora je između 0,42 i 0,64 masenog postotka (Tablica 2). Na osnovu rezultata za  $SP$  i  $PI$ , uzorci IL, OB i LB zadovoljavaju zahtjeve koji se postavljaju za konvencionalne bitumene za kolnik. Uzorak AB mogao bi se kategorizirati kao bitumen osjetljiv na temperaturu. Tri od četiri prikupljena uzoraka mogu uspješno primijeniti za izgradnju cesta u tropima, ali to se može postići samo nakon njihovog poboljšanja. U stvari, rezultat ispitivanja na sadržaj sumpora pokazuje da svi uzorci imaju niski sadržaj sumpora. Međutim, za bitumen koji se koristi materijal za izgradnju kolnika sadržaj sumpora treba biti između 4-6%. Sumpor obično smanjuje viskoznost bitumena kod visokih temperatura, poboljšava obradivost na vrućini i otpornost na deformacije kada je hladno, na način da ga čini kompaktnim.

Razredi bitumena prikazani su u tablici 3. Agbabu (AB) uzorak je tekuć na sobnoj temperaturi i najbolje ga je primijeniti za pločnike u umjerenim regijama svijeta, ali ne u tropskih područjima poput Nigerije. Bitumeni niskog razreda također se primjenjuju u industrijskim procesima, a te rezerve bitumena se mogu krekirati i tako dobiti druge produkte nafte.<sup>14</sup>

Penetracija bituminoznih materijala je najčešće korištena metoda mjerenja konzistentnosti bituminoznih materijala kod određene temperature. To je više sredstvo klasifikacije nego mjerilo kvalitete (inženjerski termin konzistentnost je empirijska mjera otpora fluida kada su izloženi smičnom naprezanju). Konzistentnost je funkcija kemijskih sastojaka bitumena, tj. relativnog udjela asfaltna (velike molekularne težine, odgovornih za čvrstoću i krutost), smola (odgovoran za adheziju i rastezljivost) i ulja (niske molekularne težine, odgovoran za viskoznost i fluidnost). Vrsta i količina tih sastojaka su određeni izvorom nafte i načinom obrade u rafineriji.

**Tablica 1. Rezultati za točke razmekšanja za proučavano područje**

Podrijetlo uzorka	Temperatura omekšavanja (°C)	Temperatura izlivanja (°C)	Sobna temperatura (°C)	Tekućina u kupki	Vrijeme (min.)
AGBABU (AB)	30	104	30	Voda	1
ILUBIRIN (IB)	48	110	30	Voda	8
ODE-OMODE (OB)	38,10	102	30	Voda	4
LODA (LB)	48,10	110	30	Voda	8

**Tablica 2. Rezultati za penetraciju i sadržaj sumpora za proučavano područje**

Lokacija	Penetracija (decimilimetara)	Sadržaj sumpor (težin. %)	Omjer kobalt/nikal (težin. %)
Ilubirin (IB)	60	0,45	0,040
Loda (LB)	65	0,52	0,106
Ode-Omode (OB)	170	0,42	0,046
Agbabu (AB)	330	0,64	0,392

**Tablica 3. Predviđeni razred bitumena**

Lokacija bitumena	Razred	Indeks penetracije	Najbolje moguće korištenje
Agbabu (AB)	250/330	-3.8	Bitumen osjetljiv na temperaturu
Ode-Omode Mile 2(OB)	160/220	-1.6	Konvenc. bitumen za asfaltiranje
Loda (LB)	50/70	-1.1	Konvenc. bitumen za asfaltiranje
Ilubirin (IB)	50/70	-1.3	Konvenc. bitumen za asfaltiranje

## 7. ZAKLJUČAK

Uređaj s prstenom i kuglicom je pokazao da uzorci bitumena iz proučavanog područja nisu isti već spadaju u dva razreda. Uzorci OB, IL i LB su konvencionalni razredi bitumena za asfaltiranje a uzorci AB spadaju u razred bitumena osjetljivih na temperaturu. Posebni razred je vrsta koja se primjenjuje u gradnji cesta sa specifičnim uvjetima kako bi se utvrdila trajnost ili propusti na cesti. Niski sadržaj sumpora će definitivno utjecati na SP i PI bitumena i studija sulfurizacije nigerijskih bitumena možda će pomoći unapređenju.



Autori:

**Olugbenga A. Ehinola**, Energy and Environmental Research Group, Department of Geology, University of Ibadan, Ibadan, 200284, Oyo State, Nigeria, ehinola01@yahoo.com

**Olugbenga A. Falode**, Energy and Environmental Research Group, Department of Petroleum Engineering, University of Ibadan, Ibadan, 200284, Oyo State, Nigeria

**George Jonathan**, Energy and Environmental Research Group, Department of Geology, University of Ibadan, Ibadan, 200284, Oyo State, Nigeria, ehinola01@yahoo.com

UDK : 665.637.8 : 54.03/4 (669)

665.637.8 bitumen  
54.03/4 fizičko kemijska svojstva  
(669) Nigerija