

Inverkan på provförberedning på DSR prover av polymermodifierade bitumen



Innehåll

Förord	3
Sammanfattning	4
Bakgrund	5
Syfte	5
Metod	5
MSCR.....	9
Penetration och mjukpunkt	9
Resultat	10
MSCR.....	10
Frekvenssvep	12
Diskussion och slutsatser	26
Vidare studier	27
Bilagor	28

Förord

Jag vill tacka SBUF som har möjliggjort projektet genom att finansiera en stor del utav dess budget. Övrig finansiering utgjordes av egeninsatser från de deltagande organisationerna i form av det arbete som de utfört.

Tack till medlemmarna i referensgruppen som hjälpt till med att vägleda projektet. Nynäs och TotalEnergies ställde upp med material för blandningarna som användes.

Referensgrupp

Michael Langfjell – PEAB

Linus Persson – NCC

Carl Hultin – Nynäs

Arbetsgrupp

Eric Gardner

Madeleine Mattson

Hassan Abedini

Sammanfattning

Projektets syfte är att undersöka om det finns en mätbar påverkan utifrån val av metod för förberedning och applicering utav ett prov i en Dynamic shear rheometer (DSR) utrustning vid mätning utav polymermodifierade bitumen (PMB) Försök har gjorts på ett antal olika polymermodifierade bitumen med två olika metoder och utförda av två olika operatörer på olika laboratorier. Resultaten har sedan jämförts för att se om en konsekvent skillnad kan ses mellan metoderna och om denna skillnad även är konsekvent mellan olika operatörer. Den data som tagits fram i projektet ger ingen helt konsekvent bild på huruvida mätmetoden påverkas av prepareringsmetoden. Ett av de tre bitumen sorterna tycks uppvisa klara skillnader mellan metoderna, medans de andra två visar på större skillnad mellan operatör. Detta överensstämmer visserligen med den observation från praktiska mätningar att olika polymermodifierade bitumen uppvisar olika typer av egenskaper baserat på hur de behandlas innan provningen som projektet baserats på. Däremot blir det svårt att dra någon definitiv slutsats ifrån resultatet om provresultaten skulle vara generella eller bara ett sammanträffande på grund av detta.

Bakgrund

Dynamic shear rheometer (DSR) är en teknik för att studera egenskaperna hos viskoelastiska material så som bitumen. Termen viskoelastisk innebär att materialet innehar egenskaper som påminner både om en vätska och ett fast material. En viktig egenskap som denna klass av material uppvisar är att de påverkas av både temperatur och belastningsfrekvens. Vid mätningar med bitumen i DSR kan man observera att när frekvensen ökas så ökar även materialets styvhet och materialet blir mer elastiskt och mindre visköst. Dessa egenskaper brukar anges med ett mått kallat komplex modul och betecknas med G^* . Detta är en vektor med dels materialets styvhet som då är vektors absolutvärde $|G^*|$, och förhållandet mellan viskositet och elasticitet som kallas fasvinkel med beteckningen δ . Fasvinkeln har ett spann från 0 till 90 grader där ett material med fasvinkel 0 är idealelastiskt och vid 90 grader är det helt flytande som vatten.

Praktisk erfarenhet av mätningar utav polymermodifierade bitumen (PMB) med DSR har påvisat att de uppmätta egenskaperna för materialet kan variera kraftigt beroende på hur prover hanteras innan mätningen. Gällande standarder lämnar idag en del utrymme för hur man hanterar denna förberedelse utav prover, vilket potentiellt skulle kunna leda till att prover gjorda på samma material och enligt samma standard skulle ge mycket olika resultat.

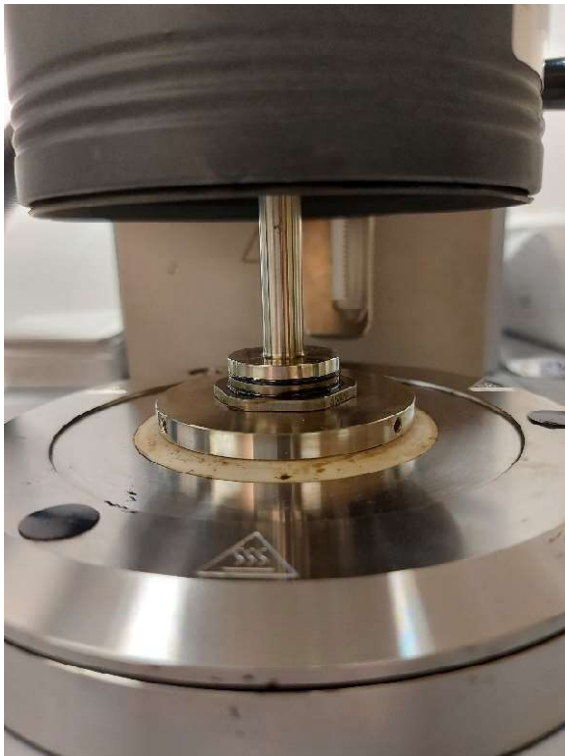
Syfte

Projektet utförs i syfte att försöka kvantifiera hur stor påverkan på resultatet provförberedning kan ha i praktiken. För praktiska tillämpningar utav mätdata som tas fram för till exempel dimensionering är det givetvis viktigt att den är så träffsäker som möjligt, och om en märkbar skillnad kan konsekvent ses mellan metoderna kan det vara nyttigt att antingen kontinuerligt använda sig utav en metod eller att ta hänsyn till hur mätningar har gjorts i beräkningsstadiet.

Metod

För att kunna studera variationen av halten av polymerer på provresultatet i detalj bestämdes att man skulle tillverka polymermodifierat bitumen på laboratorium med kända bitumen och polymerhalter istället för att använda sig utav kommersiella produkter som finns på marknaden. Baserat på erfarenhet att olika bitumen kan bete sig olika blandat med samma polymer valdes 3 stycken standard penetrationsbitumen av graden 160/220 valdes ut. Dessa användes för göra PMB blandningar, och var alla av olika ursprung för att få en så god spridning som möjligt. Till detta valdes ett polymer för modifiering utav bitumen av produkttypen Kraton SBS D1116 A. Detta blandades i olika halter med var och ett av de bitumen, med 2,5%, 5% och 7,5% av vikten i polymerer. 2,5% och 7,5% utgör enligt tillverkaren den undre samt övre gränsen för inblandning av polymeret. Halter under 2,5% skall inte ha någon meningsfull effekt på materialets egenskaper, och över 7,5% skall det agera som ett filer i stället enligt tillverkaren. På grund av

begränsade mängd provmaterial som kunde fås från leverantörer räckte två av bitumensorterna endast till två blandningar var, då valdes 2,5% och 7,5% för att täcka ytterligheterna av möjliga scenarion. Blandningstemperaturen var 180 grader Celsius för samtliga blandningar, och mognadstiden för blandningarna var 4 timmar. När samtliga blandningar utförts skickades burkar med dessa till deltagande laboratorier (Skanska Gunnilse och Nynäs). För att resultaten skulle vara så lika som möjligt mellan de prover som kördes på Skanska respektive Nynäs användes prover som fått svalna en gång så att de skulle upphettats lika många gånger innan körning. För analys av resultaten jämförs den komplexa modulen G^* i avseende på absolutvärde och fasvinkel mellan de olika körningarna och metoderna. För "Multiple stress creep recovery" proven (MSCR) är det återhämtningen jämförs mellan proven. För frekvenssvepen som ger att antal mätpunkter får de istället jämföras punkt för punkt i avseende till de två mätvärdena. Dels som en total sammanställning utav alla mätpunkter, men även för att jämföra vid de olika temperaturstegen, och vid olika frekvenser.



Figur 1 Prov med 0,53g bitumen placerat i maskinen med ett gap på 1,05mm



Figur 2 Prov på 0,53g i maskinen med ett gap på exakt 1mm



Figur 3 Prov med 0,65g vikt vid 1,05mm gap. Ett tydligt överskott av bitumen syns runt provplattan

Enligt gällande standard finns det en del utrymme gällande provpreparering i avseende till mängd. I projektet valdes det därför försöka simulera extremfallen som kan uppkomma vid provning, i detta syfte förbereddes för varje körning i två serier på 0,53g respektive 0,65g per prov. Dessa mängder är tänkta att likna dessa extremfall, där drygt 0,5g ger en perfect cylinder på en PP25 platta vid normal provhöjd om 1 mm och 0,65g innebär att mycket material måste trimmas bort innan körning. Som visas på bild 1 finns så gott som inget överskott vid 1,05mm gap där trimning normalt sker, och sedan när gapet sänks till 1mm fås en idealisk provkropp med en mycket lätt konvex form runt kanterna. 0,65 gram som valdes för den andra provserien ger ett mycket stort överskott av bitumen som trimmas bort innan körning av provet. Varefter provet får samma geometri som provet med 0,53g innan provet startas. Skillnaden mellan proverna blir då alltså att vid metod 2 komprimeras provet kraftigt vilket potentiellt skulle kunna ha en inverkan på den interna polymerstrukturen i provkroppen. Den påverkan som sker skulle kunna tänkas likna det tillstånd som armeringen i en förspänd betongkonstruktion är i. Polymrnätverket i 0,65 proverna borde då ha en konstant spänning som verkar för att dra ihop provet som förhindras av inspänningen mellan de två metallplattorna. Det skulle kunna anses att den mängd som används i metod 2 ger ett större överskott än vad som normalt skulle användas, men i syfte att belysa möjlig påverkan på provresultatet så används ett stort överskott.

Frekvenssvep

Frekvenssvepen kördes i tre intervaller för varje prov vid 30 C, 50C och 70C. Varje temperatursteg kördes frekvenserna 1rad/s upp till 100rad/s uppdelat i 10 steg med logaritmisk följd, exakt frekvens vid varje steg detaljeras nedan i mätdatan. Innan första körningen och mellan de efterkommande temperatur stegen tempererades proven i 10 minuter för att nå termiskjämvikt. Shear strain är konstant på 1% för samtliga prover. Vid varje diskret steg av provprocessen läses den komplexamodulen av i både avseende på dess absolutvärde och fasvinkeln vilka ligger till grunden för analysen.

För att jämföra de två metoderna används ett förhållande mellan de två metoderna då det inte finns något objektivt korrekt värde att förhålla sig till. Metoden kommer inte heller att svara på om en metod skulle kunna anses vara den korrekta, utan att avgöra om det finns någon mätbar skillnad mellan metoderna. Den data som samlats in kommer därför att redovisas dels som de värden som uppmäts och sedan förhållandena mellan de två vid samma blandning, temperatur och frekvens.

MSCR

Vid MSCR provningen belastas ett 25mm prov i DSR med en belastning på 0,1 KPa i 1 sekund, och får sedan vila i 10 sekunder. Denna procedur upprepas 10 gånger. Samma sak utförs sedan med en belastning på 3,2 KPa. Provets resultat anges i R 0,1 och R 3,2 som är procentandelen av den totala deformationen som återhämtats vid försöken vid 0,1 respektive 3,2 KPa, där ett högre värde är bättre. Det andra måttet är Jnr för 0,1 och 3,2 KPa vilket visar total kvarstående deformation dividerat med den belastning som provet utsatts för, dvs. 0,1 eller 3,2KPa, och kan då uttryckas som KPa^{-1} . Gällande standard för denna metod är SS-EN 16659:2016. Alla prover kördes vid 60 C.

Penetration och mjukpunkt

Penetration och mjukpunkt provades för samtliga blandningar. Dessa prover hölls upp vid samma tillfälle som proverna för DSR. Provning var utförd enligt gällande standarder, SS-EN 1427:2015 för mjukpunkt och SS-EN 1426:2015 för penetration. Kortfattat så innebär penetrationsprovningen att bitumen hålls upp i en behållare som tempereras till 5, 10 eller 25 grader på bituminet beroende på förväntad penetrationsgrad. I detta prov sätts tre nålar med bestämda dimensioner som belastas med 100 gram i 5 sekunder. Medelvärdet på de tre nålarnas penetrationsdjup ger penetrationsvärdet, resultatet anges i tiondelsmillimetrar. För mjukpunkt gjuts två skivformade provkroppar i mässingsringar, vilka efter temperering placeras i en behållare med vätska med en stålkula på vardera av proverna. Vätskebadets temperatur ökas gradvis över tid, och temperaturen vid det tillfället stålkulorna faller ned till botten av fallet på 25mm registreras. Medelvärdet av temperaturerna för de två provkropparna anges som mjukpunkten för bituminet.

Resultat

MSCR

En av blandningarna det på bitumen 3 med 2,5% polymer visade på avsaknad på förväntade egenskaper i form av elastiskåtergång. På bitumen 1 och 2 ses stora skillnader på de lågmodifierade proverna på 2,5%.

Provet för bitumen 3 med 2,5% polymerhalt kördes om då värdena för första körningen var så avvikande från förväntat resultat. De nya proverna som kördes togs från en ny burk som tillverkats i samma omgång. Den andra körningen visade på likvärdiga resultat som den första.

För en jämförelse mellan metoderna kvarstår då att titta på de högmodifierade blandningarna om 7,5% polymer. Från dessa finns ingen tydlig trend utan det förhållandet mellan provningsmetoder kan variera kraftigt från ena hållet till det andra mellan prov. Värdena som redovisas i tabellen nedan är medelvärdena på de prover som kördes.

Tabell 1 MSCR-data, medelvärden på procentuell återhämtning återhämtning

Bitumen1 2,5%		
Prov	R 0,1 KPa (%)	R 3,2 Kpa (%)
0,53g SKA	92,75	19,16
0,65g SKA	86,92	34,32
0,53g NN	6,5	-2
0,65g NN	24,5	-1
Bitumen1 5%		
Prov	R 0,1 KPa (%)	R 3,2 Kpa (%)
0,53g SKA	80,62	32,06
0,65g SKA	79,33	32,87
0,53g NN	88	57
0,65g NN	81	27
Bitumen1 7,5%		
Prov	R 0,1 KPa (%)	R 3,2 Kpa (%)
0,53g SKA	92,5	44,77
0,65g SKA	96,1	25,1
0,53g NN	97	84,5
0,65g NN	97	78
Bitumen2 2,5%		
Prov	R 0,1 KPa (%)	R 3,2 Kpa (%)
0,53g SKA	62,49	1,88
0,65g SKA	55,245	1,47
0,53g NN	2	-3
0,65g NN	8	-2
Bitumen2 7,5%		
Prov	R 0,1 KPa (%)	R 3,2 Kpa (%)
0,53g SKA	89,945	25,24
0,65g SKA	93,97	33,185
0,53g NN	91,5	57
0,65g NN	66,5	18,5
Bitumen3 2,5%		
Prov	R 0,1 KPa (%)	R 3,2 Kpa (%)
0,53g SKA	1,905	0
0,65g SKA	1,845	0
0,53g NN	-0,5	-3,5
0,65g NN	2	-4
Bitumen3 7,5%		
Prov	R 0,1 KPa (%)	R 3,2 Kpa (%)
0,53g SKA	90,365	33,645
0,65g SKA	95,37	38,495
0,53g NN	84,5	45
0,65g NN	89	26

Frekvenssvep

Nedan presenteras den data som fås fram i de mätningar med frekvenssvep som gjorts i tabellform. Grafer kan vara ett enklare sätt att få översikt, men med volymen av data blir det alldeles för mycket. Ett utval av grafer på särskilt intressanta delar kommer att presenteras här, fler finns i bilagorna. Angular frequency betecknar hastigheten med vilken mätplattan oscillerar i radianer per sekund från 1 till 100, detta upprepas för varje temperatursteg. Körningarna betecknas med NN eller SS som är förkortningar för vilket laboratorie som utfört mätserien. 0,53 eller 0,65 visar vilken metod som använts, alltså med ingen eller endast mycket lite trimning, eller med en stor mängd som trimmas kraftigt. Resultatet anges i två enheter per provserie dels G^* som är måttet på materialets styvhet, och dels δ som indikerar förhållandet mellan elasticitet och viskositet.

Tabell 2 Resultat bitumen 1 2,5% polymerhalt.

Temperatur	Angular Frequency	NN 0,53	NN 0,65	SS 0,53	SS0,65	NN 0,53	NN 0,65	SS 0,53	SS 0,65
[°C]	[rad/s]	G*	G*	G*	G*	δ	δ	δ	δ
30	1	9403,1	9068,7	9449,15	9334,9	79,79	78,185	79,455	79,065
30	1,58	14139	13528,5	14171,5	13991,5	78,715	77,635	78,585	78,41
30	2,51	21088	20105	21121	20864	77,77	77,21	77,76	77,745
30	3,98	31268,5	29823	31313,5	30971	77,01	76,88	77,05	77,125
30	6,31	46190,5	44189,5	46245,5	45802	76,485	76,615	76,53	76,625
30	10	68152,5	65431	68203,5	67605,5	76,155	76,36	76,2	76,255
30	15,8	100559,5	96787	100512	99609,5	75,91	76,06	75,99	75,985
30	25,1	148510	143045	148230	146845	75,615	75,67	75,775	75,72
30	39,8	219130	211005	218510	216310	75,165	75,155	75,49	75,41
30	63,1	322600	310365	321505	318010	74,52	74,475	75,1	75,01
30	100	472865	454645	471395	465900	73,67	73,635	74,575	74,525
50	1	379,85	407,985	368,28	388,81	86,695	83,345	82,985	78,97
50	1,58	592,05	625,3	565,785	588,225	86,17	82,94	83,185	79,95
50	2,51	920,225	955,395	869,54	892,8	85,54	82,44	83,18	80,57
50	3,98	1425,3	1456,3	1333,95	1356,2	84,82	81,865	83,015	80,935
50	6,31	2198,35	2211,7	2043,85	2061,7	84,01	81,26	82,71	81,07
50	10	3375,75	3345,95	3125,05	3133,85	83,14	80,65	82,28	81,025
50	15,8	5157,7	5042,85	4764,3	4757,6	82,205	80,055	81,745	80,815
50	25,1	7836,65	7575,15	7238,95	7207,95	81,22	79,52	81,105	80,47
50	39,8	11836,5	11344,5	10950	10888,5	80,235	79,065	80,385	80
50	63,1	17760,5	16952	16478	16382	79,31	78,705	79,65	79,46
50	100	26508,5	25292,5	24666,5	24547,5	78,535	78,455	78,975	78,92
70	1	31,169	37,8675	36,9195	48,1415	87,745	82,54	76,765	63,8
70	1,58	48,8755	57,866	55,4045	68,314	87,745	82,865	78,585	68,01
70	2,51	76,6505	88,6615	83,729	98,949	87,67	83,2	80,13	71,53
70	3,98	120,055	135,96	127,325	145,545	87,57	83,275	81,27	74,34
70	6,31	188,06	208,795	194,41	216,505	87,35	83,375	82,145	76,555
70	10	294,27	320,39	297,785	324,905	87,095	83,315	82,76	78,27
70	15,8	460,06	491,76	457,27	490,46	86,74	83,195	83,165	79,54
70	25,1	716,795	753,575	701,965	742,775	86,355	82,98	83,355	80,5
70	39,8	1115,2	1151,8	1079,2	1128,7	85,865	82,655	83,37	81,185
70	63,1	1728,05	1755,05	1657,25	1716,8	85,325	82,345	83,22	81,64
70	100	2664,3	2664,55	2536,55	2607,45	84,715	82,01	82,78	81,88

Tabell 3 Resultat bitumen 1 5,0% polymerhalt

	Angular Frequenc y	NN 0,53	NN 0,65	SS 0,53	SS0,65	NN 0,53	NN 0,65	SS 0,53	SS 0,65
[°C]	[rad/s]	G*	G*	G*	G*	δ	δ	δ	δ
30	1	12670,5	11500	13511	12173	71,54	71,675	68,515	68,615
30	1,58	18210,5	16554	19153,5	17238,5	71,275	71,43	68,93	68,945
30	2,51	26161	23810,5	27242,5	24498,5	71,245	71,43	69,545	69,535
30	3,98	37627,5	34293,5	38969	35015,5	71,38	71,57	70,255	70,245
30	6,31	54227,5	49500,5	56060	50368,5	71,62	71,795	70,89	70,92
30	10	78389	71613,5	80978	72788	71,88	71,995	71,315	71,405
30	15,8	113585	103745	117175	105350	72,05	72,125	71,49	71,65
30	25,1	164870	150490	169505	152645	72,03	72,125	71,425	71,64
30	39,8	239235	218300	244720	220770	71,78	71,97	71,17	71,425
30	63,1	346230	316300	352125	318320	71,3	71,64	70,79	71,075
30	100	499460	457110	504615	457135	70,6	71,11	70,35	70,645
50	1	661,895	643,32	867,81	822,385	80,92	77,1	64,11	66,745
50	1,58	1000,945	955,93	1221,15	1169,65	80,01	76,765	65,895	67,96
50	2,51	1510,9	1420,25	1731	1670,15	78,895	76,245	67,235	68,815
50	3,98	2259,5	2097,8	2465,55	2391,4	77,595	75,585	68,185	69,35
50	6,31	3348,1	3083,95	3519,75	3427,55	76,205	74,855	68,82	69,62
50	10	4912,7	4509,95	5028,9	4905,95	74,89	74,125	69,225	69,725
50	15,8	7147	6562,8	7180,4	7007,45	73,815	73,49	69,515	69,78
50	25,1	10340	9510,15	10242	9990,7	73,095	73,03	69,82	69,925
50	39,8	14927,5	13749,5	14612	14242	72,72	72,795	70,28	70,29
50	63,1	21548	19871	20901	20359,5	72,59	72,795	70,945	70,92
50	100	31134	28757	30046	29255,5	72,675	72,97	71,755	71,715
70	1	62,0335	73,687	184,93	152,735	81,075	71,63	40,905	47,1
70	1,58	94,332	107,375	230,935	197,085	81,495	73,25	45,81	51,675
70	2,51	143,675	157,82	296,665	261,33	81,71	74,585	50,475	55,71
70	3,98	218,985	233,16	391,55	353,965	81,71	75,57	54,71	59,245
70	6,31	333,74	346,01	528,395	487,955	81,54	76,2	58,415	62,215
70	10	508,06	514,065	726,145	681,805	81,155	76,62	61,535	64,655
70	15,8	771,81	764,6	1011,75	962,52	80,55	76,695	64,085	66,6
70	25,1	1166,7	1136,1	1423,4	1368	79,775	76,62	66,155	68,145
70	39,8	1756,25	1680,8	2017,35	1952,75	78,78	76,115	67,795	69,36
70	63,1	2625,9	2485,95	2870,55	2791,85	77,545	75,955	69,185	70,375
70	100	3889,65	3650,55	4088,6	3987,4	76,35	75,56	70,425	71,405

Tabell 4 Resultat bitumen 1 7,5% polymerhalt

Angular Frequency	Temperatur	NN 0,53	NN 0,65	SS 0,53	SS0,65	NN 0,53	NN 0,65	SS 0,53	SS 0,65
[rad/s]	[°C]	G*	G*	G*	G*	δ	δ	δ	δ
1	30	17468	15384,5	15494,5	16961,5	61,25	66,845	65,42	67,16
1,58	30	24128,5	21731	21672	23845	63,18	67,02	65,75	67
2,51	30	33730	30697	30357	33502,5	64,845	67,185	66,135	67,02
3,98	30	47581	43387	42636	47124,5	66,095	67,305	66,545	67,185
6,31	30	67489	61350	60048	66415,5	66,885	67,38	66,95	67,44
10	30	95897	86728	84685,5	93757,5	67,24	67,4	67,3	67,75
15,8	30	136235	122620	119715	132695	67,205	67,345	67,565	68,06
25,1	30	193040	173265	169405	188165	66,85	67,225	67,765	68,345
39,8	30	272360	244620	239815	267260	66,255	67,03	67,915	68,575
63,1	30	382170	344835	339580	379945	65,52	66,76	67,995	68,705
100	30	533265	485290	480425	539875	64,665	66,39	67,99	68,72
1	50	1774,95	1129,65	1270,2	1089,05	54,85	60,06	54,955	63,71
1,58	50	2385,9	1575,2	1711,75	1541	56,105	62,52	58,015	65,89
2,51	50	3209,45	2204,65	2342,65	2194,85	56,78	64,325	60,545	67,355
3,98	50	4303,75	3103,35	3242,8	3138,5	57,165	65,57	62,52	68,22
6,31	50	5750,85	4379	4522,7	4490,1	57,625	66,38	63,985	68,605
10	50	7679,05	6184,3	6335,35	6413,85	58,47	66,92	65,025	68,65
15,8	50	10306,5	8737,25	8893,45	9132,45	59,845	67,335	65,765	68,51
25,1	50	13987,5	12354,5	12498,5	12956	61,655	67,705	66,32	68,34
39,8	50	19257	17494	17580,5	18336	63,635	68,065	66,835	68,27
63,1	50	26881	24807	24764	25922	65,515	68,4	67,38	68,375
100	50	37968	35249,5	34977,5	36668,5	67,07	68,725	67,995	68,675
1	70	464,08	285,015	379,415	238,695	31,685	34,165	30,895	38,62
1,58	70	548,06	341,565	447,185	294,72	36,18	38,92	35,005	43,9
2,51	70	667,21	421,815	539,645	375,36	40,82	43,885	39,27	49,05
3,98	70	836,57	537,075	667,29	492,87	45,29	48,72	43,575	53,815
6,31	70	1077,65	703,1	845,375	663,59	49,255	53,185	47,8	58,02
10	70	1417,4	943,24	1097	912,95	52,445	57,07	51,795	61,525
15,8	70	1894,2	1288,6	1454,6	1276,65	54,825	60,255	55,425	64,32
25,1	70	2549,85	1790,2	1966,3	1805,3	56,41	62,805	58,57	66,43
39,8	70	3436,75	2508,3	2697,3	2571,45	57,42	64,69	61,19	67,91
63,1	70	4625,9	3533,15	3739,05	3673,35	58,205	66,065	63,275	68,905
100	70	6219,45	4993,5	5216,6	5242,45	59,015	67,025	64,955	69,62

Tabell 5 Resultat bitumen 2 2,5% polymerhalt

Temperatur	Angular Frequency	NN 0,53	NN 0,65	SS 0,53	SS0,65	NN 0,53	NN 0,65	SS 0,53	SS 0,65
[°C]	[rad/s]	G*	G*	G*	G*	δ	δ	δ	δ
30	1	13351	12377	12090	12799	73,065	73,36	73,575	73,07
30	1,58	19326	17968	17605	18580	72,27	72,805	72,855	72,43
30	2,51	27846	25995	25504	26850	71,635	72,31	72,095	71,73
30	3,98	40025	37537	36761	38624	71,16	71,89	71,36	71,055
30	6,31	57462	54133	52746	55342	70,785	71,505	70,71	70,455
30	10	82432	77954	75396	79027	70,44	71,105	70,18	69,955
30	15,8	118090	112025	107540	112625	70,065	70,665	69,765	69,54
30	25,1	168980	160725	153205	160295	69,61	70,15	69,405	69,175
30	39,8	241210	229930	217990	227850	69,055	69,545	69,08	68,815
30	63,1	343125	327820	309590	323165	68,38	68,835	68,755	68,435
30	100	486195	465355	438545	456985	67,6	68,025	68,42	68,01
50	1	470	424	509	489	85,09	85,395	76,95	77,79
50	1,58	727	656	760	732	84,435	84,725	77,56	78,225
50	2,51	1118	1012	1137	1097	83,595	83,865	77,91	78,42
50	3,98	1719	1555	1700	1643	82,545	82,825	78,015	78,42
50	6,31	2619	2372	2544	2462	81,345	81,635	77,905	78,235
50	10	3962	3592	3800	3681	80,025	80,365	77,64	77,905
50	15,8	5942	5394	5663	5488	78,645	79,07	77,215	77,45
50	25,1	8834	8035	8414	8157	77,325	77,89	76,675	76,88
50	39,8	13027	11887	12452	12077	76,18	76,9	76,035	76,235
50	63,1	19102	17510	18344	17798	75,29	76,16	75,355	75,56
50	100	27908	25725	26894	26095	74,655	75,615	74,685	74,92
70	1	38	34	63	59	88,495	88,505	68,88	70,375
70	1,58	59	54	90	85	88,41	88,435	71,165	72,44
70	2,51	93	85	130	124	88,3	88,29	73,15	74,24
70	3,98	146	133	191	184	88,05	88,015	74,855	75,73
70	6,31	230	209	283	273	87,675	87,615	76,285	76,955
70	10	361	328	422	408	87,165	87,13	77,4	77,885
70	15,8	564	512	632	612	86,48	86,46	78,255	78,54
70	25,1	878	797	948	920	85,695	85,72	78,87	78,955
70	39,8	1361	1236	1425	1384	84,765	84,83	79,255	79,12
70	63,1	2097	1902	2140	2083	83,775	83,845	79,53	79,08
70	100	3205	2909	3209	3127	82,61	82,81	79,715	78,82

Tabell 6 Resultat bitumen 2 7,5% polymerhalt

Temperature	Angular Frequency	NN 0,53	NN 0,65	SS 0,53	SS0,65	NN 0,53	NN 0,65	SS 0,53	SS 0,65
[°C]	[rad/s]	G*	G*	G*	G*	δ	δ	δ	δ
30	1	23804	21867,5	24630,5	24468	62,425	60,05	59,105	59,655
30	1,58	32628	29521,5	33349,5	33193	62,185	59,7	59,45	59,87
30	2,51	44674	39793	45189,5	45017,5	62,255	59,775	59,855	60,205
30	3,98	61306,5	53782,5	61349	61174,5	62,585	60,235	60,37	60,71
30	6,31	84479	73116	83527,5	83425,5	63,05	60,94	60,99	61,36
30	10	116920	100044,5	114360	114415	63,505	61,7	61,625	62,045
30	15,8	162440	137760	157265	157695	63,82	62,335	62,17	62,635
30	25,1	226120	190460	216945	218115	63,915	62,74	62,54	63,06
30	39,8	314675	263720	299630	302155	63,77	62,865	62,7	63,25
30	63,1	437010	364905	413425	418275	63,395	62,745	62,67	63,255
30	100	604750	503780	568885	577670	62,825	62,395	62,52	63,13
50	1	1561,85	1408,45	2147,45	2060	57,52	66,535	57,28	46,865
50	1,58	2208,7	2007,9	2775,4	2662,9	58,075	67,27	58,86	50,585
50	2,51	3132,3	2863	3643,1	3514,25	58,36	67,48	60,14	53,815
50	3,98	4442,1	4071,75	4846,35	4713,05	58,42	67,23	61,08	56,41
50	6,31	6284,95	5760,5	6516,05	6394,05	58,3	66,62	61,69	58,37
50	10	8851,7	8088,75	8833,25	8736	58,055	65,755	61,985	59,76
50	15,8	12395,5	11256	12042	11977,5	57,74	64,805	62,055	60,685
50	25,1	17249	15519	16462	16437,5	57,445	63,955	62,03	61,3
50	39,8	23892,5	21235	22538	22548,5	57,25	63,42	62,05	61,77
50	63,1	33024,5	28940	30888,5	30925	57,22	63,305	62,26	62,275
50	100	45706	39464,5	42409,5	42466	57,35	63,635	62,73	62,93
70	1	274,915	239,955	852,325	868,16	45,755	49,425	25,025	22,185
70	1,58	350,615	313,54	948,355	958,09	50,41	53,775	27,525	24,87
70	2,51	461,075	420,385	1080,15	1078,95	54,64	57,625	30,58	28,34
70	3,98	621,305	575,585	1259,25	1243,7	58,435	60,925	34,31	32,485
70	6,31	853,985	800,965	1507,7	1475,6	61,575	63,555	38,43	37,065
70	10	1192,15	1127,95	1855,2	1803,75	64,015	65,52	42,65	41,835
70	15,8	1682,45	1600,9	2342,9	2272,15	65,86	66,875	46,685	46,43
70	25,1	2389,65	2282,4	3027,05	2939,25	67,065	67,65	50,345	50,59
70	39,8	3404,45	3257,6	3988	3885,7	67,77	67,915	53,52	54,155
70	63,1	4849,75	4641,65	5337,65	5221,55	68,035	67,745	56,16	57,07
70	100	6892,8	6576,1	7232	7099,05	68,01	67,25	58,24	59,355

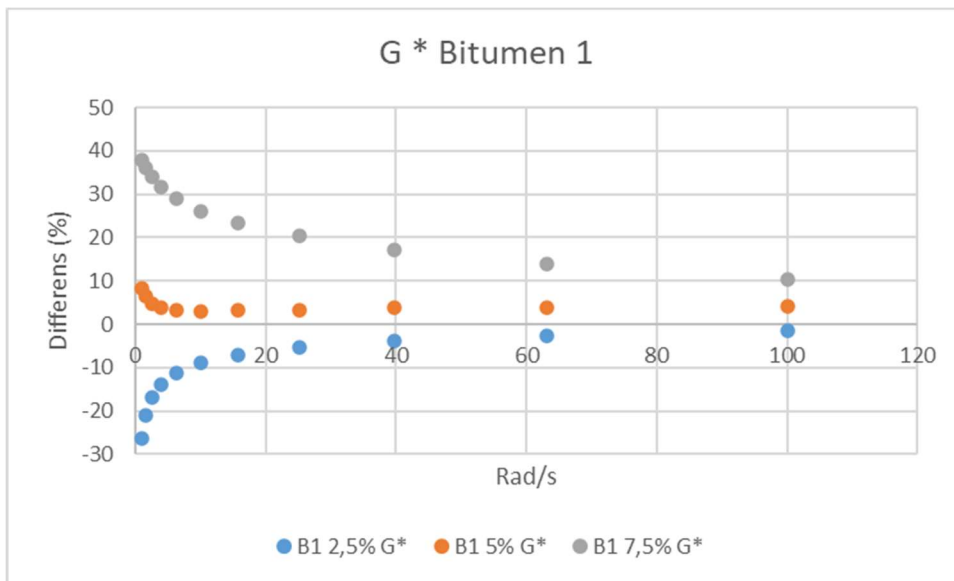
Tabell 7 Resultat bitumen 3 2,5% polymerhalt

Temperature	Angular Frequency	NN 0,53	NN 0,65	SS 0,53	SS0,65	NN 0,53	NN 0,65	SS 0,53	SS 0,65
[°C]	[rad/s]	G*	G*	G*	G*	δ	δ	δ	δ
30	1	13355	11375	10543	11550	73,385	74,01	76,32	75,45
30	1,58	19332	16593	15518	16947	72,59	73,42	75,09	74,435
30	2,51	27896	24098	22664	24688	71,985	72,835	73,905	73,38
30	3,98	40184	34887	32863	35725	71,52	72,32	72,87	72,435
30	6,31	57809	50392	47390	51430	71,135	71,865	72,06	71,685
30	10	83069	72660	68130	73823	70,77	71,45	71,485	71,13
30	15,8	119230	104580	97758	105770	70,375	71,035	71,09	70,745
30	25,1	170870	150325	140280	151515	69,905	70,57	70,78	70,41
30	39,8	244295	215585	201185	216835	69,33	70,015	70,48	70,065
30	63,1	348095	308245	288115	309710	68,63	69,355	70,14	69,67
30	100	493775	438930	411865	441195	67,81	68,57	69,735	69,23
50	1	463	402	354	372	85,625	85,1	85,18	85,595
50	1,58	718	621	547	576	84,95	84,525	84,71	85,09
50	2,51	1108	957	844	890	84,06	83,765	84,15	84,465
50	3,98	1708	1470	1297	1369	82,98	82,83	83,485	83,74
50	6,31	2609	2244	1988	2100	81,665	81,745	82,73	82,91
50	10	3953	3401	3034	3206	80,21	80,56	81,865	81,975
50	15,8	5928	5116	4610	4873	78,695	79,34	80,9	80,945
50	25,1	8801	7639	6966	7360	77,3	78,185	79,825	79,82
50	39,8	12960	11331	10460	11044	76,17	77,16	78,645	78,62
50	63,1	18991	16721	15589	16439	75,355	76,31	77,41	77,405
50	100	27756	24581	23041	24248	74,79	75,625	76,16	76,285
70	1	34	31	30	30	89,27	88,4	87,37	88,17
70	1,58	54	49	47	48	89,12	88,285	87,34	88,09
70	2,51	85	77	74	75	89,005	88,12	87,3	87,935
70	3,98	135	121	116	117	88,745	87,935	87,205	87,775
70	6,31	212	190	182	184	88,385	87,605	87,045	87,56
70	10	335	297	284	289	87,91	87,135	86,745	87,245
70	15,8	525	465	443	451	87,305	86,66	86,38	86,845
70	25,1	822	724	689	703	86,59	85,965	85,905	86,39
70	39,8	1279	1123	1069	1091	85,66	85,165	85,35	85,865
70	63,1	1978	1731	1653	1687	84,625	84,29	84,67	85,335
70	100	3033	2651	2544	2594	83,53	83,35	83,845	84,89

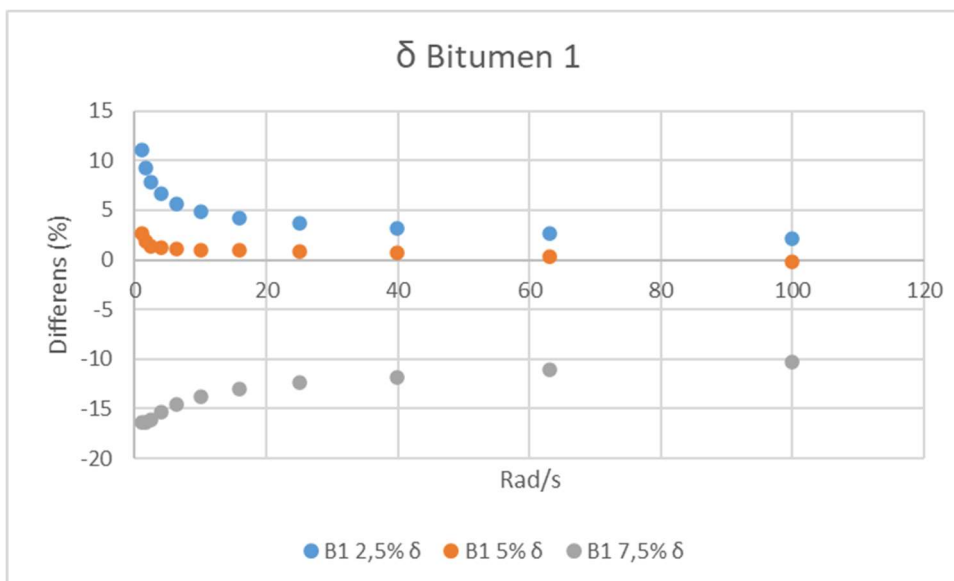
Tabell 8 Resultat Bitumen 3 7,5% polymerhalt

Angular Frequenc y	Temperature	NN 0,53	NN 0,65	SS 0,53	SS0,65	NN 0,53	NN 0,65	SS 0,53	SS 0,65
	[°C]	G*	G*	G*	G*	δ	δ	δ	δ
1	30	30143	26131	24573	26669	58,76	60,735	59,035	58,435
1,58	30	40499	35487	33142	35896	59,06	60,905	59,205	58,745
2,51	30	54646	48352	44754	48388	59,73	61,355	59,59	59,25
3,98	30	74255	66225	60645	65481	60,585	61,94	60,16	59,92
6,31	30	101609	91154	82557	89065	61,42	62,495	60,82	60,68
10	30	139930	126015	112975	121875	62,07	62,89	61,46	61,395
15,8	30	193415	174590	155295	167560	62,425	63,07	61,945	61,94
25,1	30	267565	241905	213965	230950	62,455	63,005	62,215	62,25
39,8	30	369515	334635	294840	318400	62,185	62,705	62,26	62,315
63,1	30	508560	461455	405630	438160	61,675	62,215	62,135	62,18
100	30	696625	633675	556190	600800	60,97	61,555	61,905	61,92
1	50	2011	1545	1771	2149	66,465	71,375	56,33	50,96
1,58	50	2849	2240	2391	2830	66,42	70,8	58,035	53,6
2,51	50	4024	3229	3252	3781	65,92	69,795	59,325	55,75
3,98	50	5654	4617	4448	5099	65,05	68,47	60,225	57,375
6,31	50	7881	6532	6101	6915	63,94	66,98	60,76	58,525
10	50	10881	9138	8368	9405	62,77	65,535	61,01	59,28
15,8	50	14880	12654	11460	12803	61,77	64,335	61,095	59,765
25,1	50	20204	17393	15660	17416	61,145	63,56	61,14	60,12
39,8	50	27341	23835	21364	23678	61,05	63,315	61,275	60,505
63,1	50	37064	32701	29141	32213	61,485	63,535	61,61	61,035
100	50	50562	45091	39850	43952	62,355	64,11	62,19	61,77
1	70	277	182	456	723	53,77	60,36	35,44	27,01
1,58	70	368	252	546	825	57,415	63,895	39,105	30,43
2,51	70	500	357	669	963	60,535	66,745	42,745	34,31
3,98	70	692	511	840	1154	63,095	68,905	46,39	38,42
6,31	70	970	739	1079	1420	65,065	70,385	49,905	42,57
10	70	1373	1074	1413	1792	66,415	71,215	53,095	46,51
15,8	70	1953	1564	1885	2314	67,195	71,505	55,83	50,05
25,1	70	2783	2274	2550	3045	67,425	71,28	58,035	53,06
39,8	70	3956	3291	3482	4067	67,175	70,625	59,695	55,475
63,1	70	5599	4732	4786	5491	66,56	69,63	60,845	57,275
100	70	7863	6739	6601	7473	65,715	68,495	61,52	58,48

Bitumen 2 och bitumen 3 verkar inte uppvisa några konsekventa skillnader mellan metoderna. Bitumen 1 däremot skulle eventuellt kunna visa på en skillnad mellan metoderna och denna kvarstår mellan båda utförande laboratorier.



Figur 4 G* bitumen 1 medelvärde alla mätningar 70 C Y-axel relativt värde mellan de två metoderna,

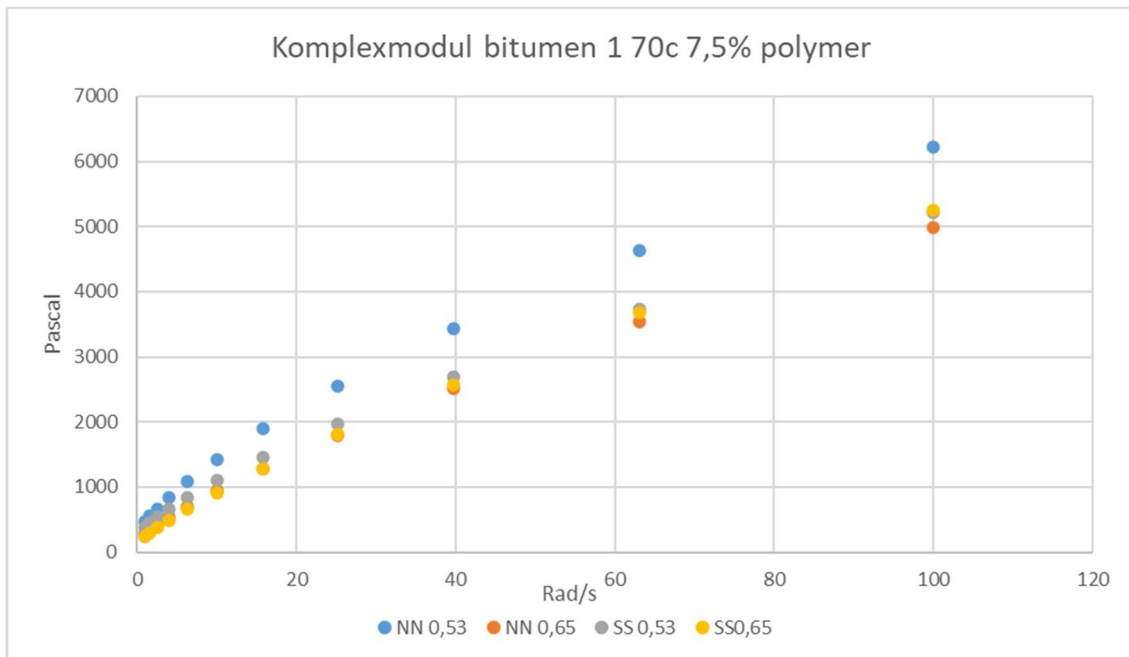


Figur 5 fasvinkel bitumen 1 medelvärde på alla mätningar 70C

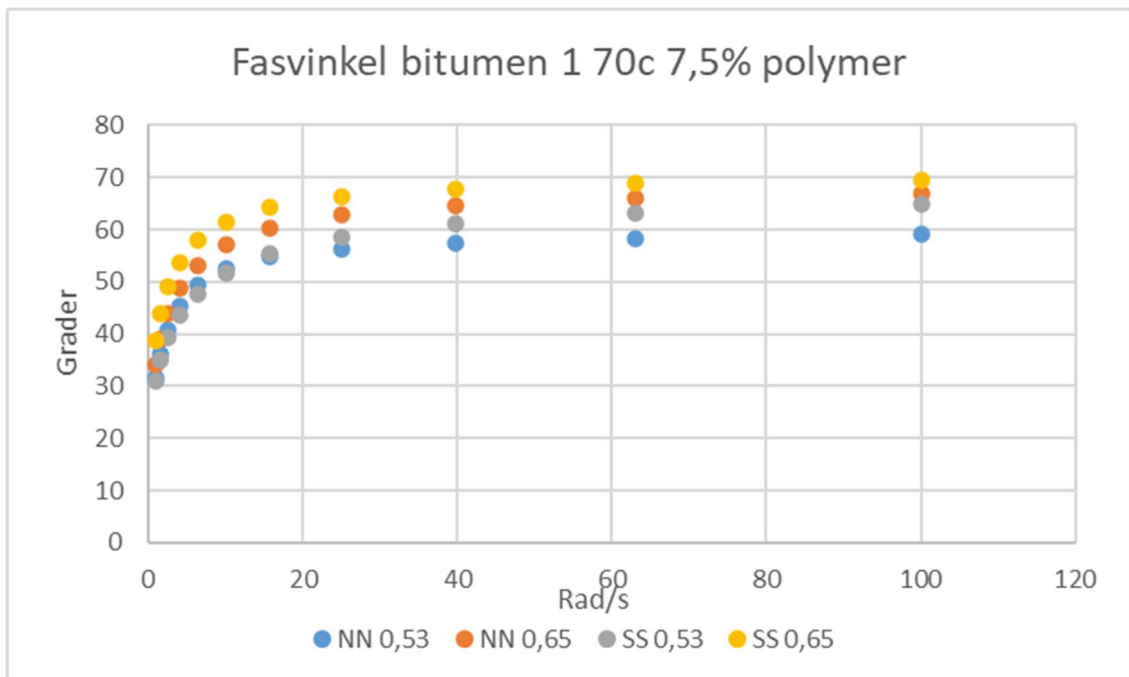
Dessa skillnader förekommer vid två olika kriterier, dels så låg frekvens som möjligt och vid den högsta temperaturen. När båda sammanfaller dvs. 70C och 1 rad/s så syns de största skillnaderna. Mätningarna gjorde både på Nynäs och Skanska visar på en skillnad där metoden med 0,53g prov ger ett värde på ungefär 60% av G* jämfört mot metoden med 0,65g prov.

Även fasvinkeln uppvisar en konsekvent skillnad mellan de båda metoderna, denna uppstår även här vid de högsta temperaturerna och de lägsta frekvenserna.

De största avvikelserna mellan metoderna syns konsekvent när två kriterier uppfylls, dels vid den högsta körningstemperaturer och vid den lägsta frekvensen,



Figur 6 Jämförelse mellan metod och laboratorium på komplex modul



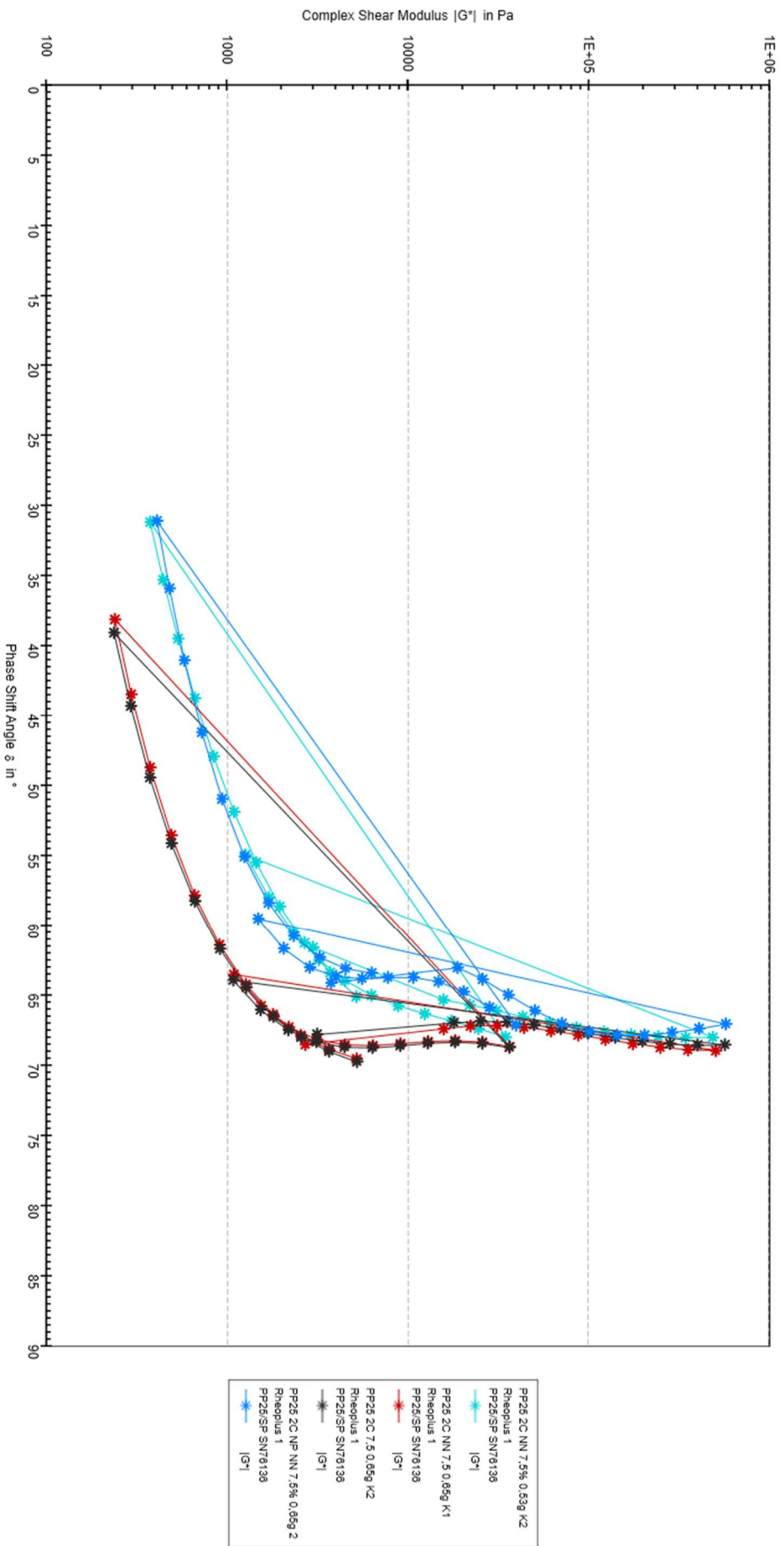
Figur 7 Jämförelse mellan metod och laboratorium på fasvinkeln

På en närmare titt på bitumen 1 7,5% så visar båda laboratorierna på samma trend mellan metoderna. På komplexmodul get metoden med liten mängd ett högre styvhet, även om det är med större marginal på nynäsproverna. Även på fasvinkeln syns en tydlig förskjutning med konsekvent högre värden på fasvinkeln när provningen utförs med större provmängd.

70c respektive 1 Rad/s. För ett visko-elastiskt material som bitumen där temperatur och frekvens kan bytas ut i analyser och både hög frekvens och låg frekvens motsvarar en större styvhet i materialet utläst som G^* . Vid låg frekvens och hög temperatur då båda parametrarna bidrar till den lägsta möjliga styvheten i

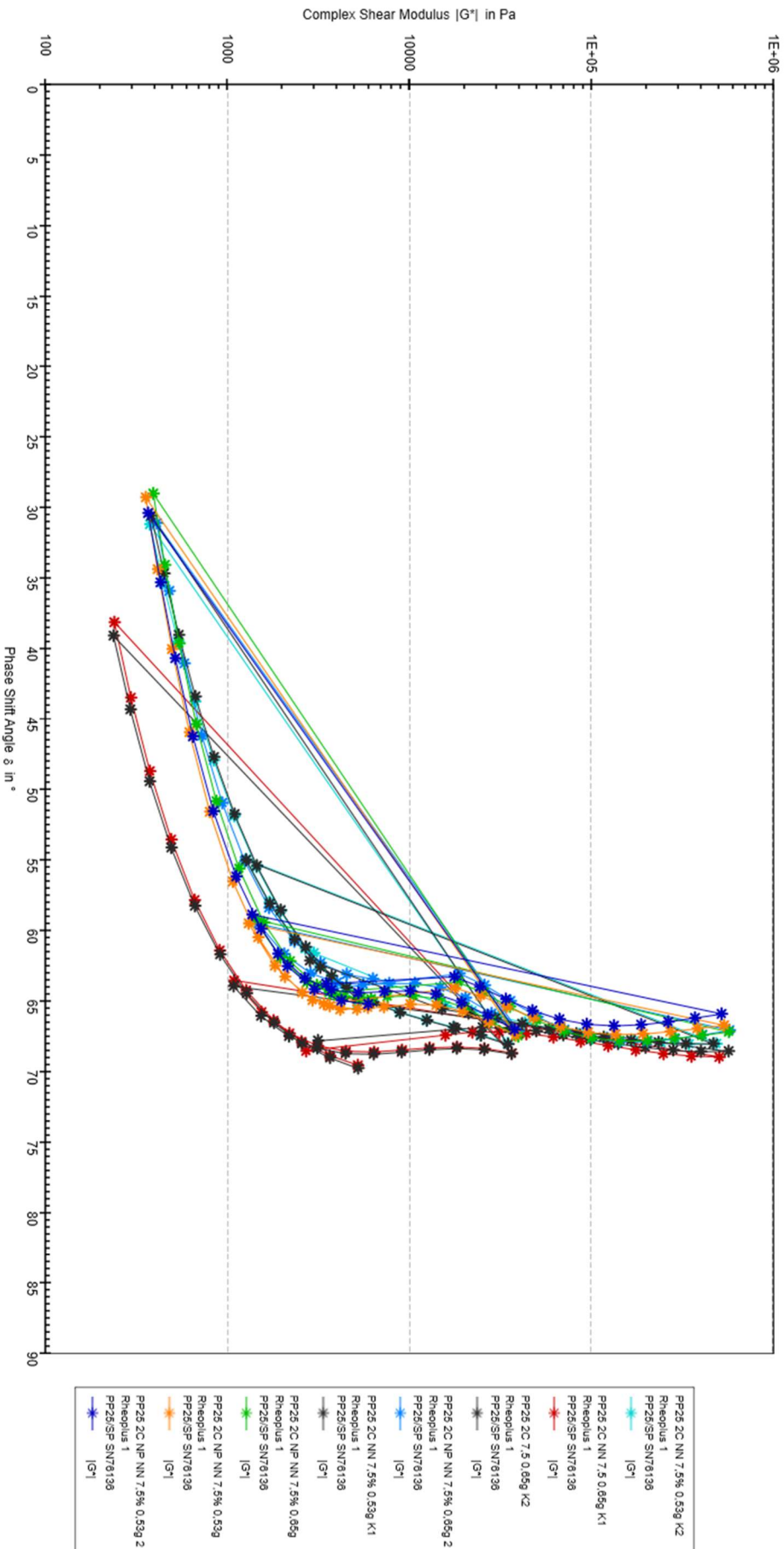
materialet syns alltså den största inverkan utav polymererna på mätresultatet, både i tendensen att gå tillbaka till en lägre fasvinkel, något som inte inträffar med ordinarie bitumen och hur resultatet divergerar mellan de båda mätmetoderna i störst uträkning här. Då mätningarna börjar vid en frekvens på 1 rad/s och det finns DSR-utrustningar som är kapabla att mäta ner till 0,1 rad/s eller under så skulle dessa skillnader kunna vara ännu tydligare vid dessa mätförhållanden.

RheoCompass



Figur 8 Blackdiagram på prover körd på bitumen 1 7.5% på Skanska, proverna körd med 0.53g respektive 0.65g delar upp sig tydligt

RheoCompass



Figur 9 Fler prover kördes efteråt för att verifiera resultatet, dessa 4 prover ligger samlade runt resultatet för de första två proverna med 0,53g

För att försöka verifiera proverna kördes några 4 serier till på bitumen 1 med 7,5% polymerer. Två stycken 0,53g och två stycken 0,65g. Alla fyra av dessa prover ligger i ett kluster runt de två tidigare 0,53g proverna som kan ses i figur 9. Jämför dessa med figur 8 där de två olika metoderna ligger klart separerade med mycket liknande resultat mellan de olika körningarna.

Penetration och mjukpunkt

Samtliga bitumen ser en gradvis ökning utav mjukpunkten och sänkning av penetrationen vilket är det väntade resultatet av polymer inblandningen. Förändringarna i värde var dock något lägre än väntat vid den här graden av polymermodifikation.

Tabell 9 Provresultat för mjukpunkt (MP) och penetration (Pen) för de bitumenblandningar som använts

Bitumenblandning	MP	Pen
Bitumen 1 2,5%	41,8	152
Bitumen 1 5%	50,6	134
Bitumen 1 7,5%	50,2	111
Bitumen 2 2,5%	44,6	151
Bitumen 2 7,5%	56,4	108
Bitumen 3 2,5%	42,4	159
Bitumen 3 2,5% OP	42,6	161
Bitumen 3 7,5%	59,4	103

Efter att provet av bitumen 3 2,5% i MSCR prov uppvisade i princip ingen elastiskåtergång gjordes ett omprov av både penetration, mjukpunkt och MSCR för att säkerställa att dessa värden var korrekta. För båda värdena var skillnaden mellan proverna inte signifikant givet metodens precision 42,4 mot 42,6 i mjukpunkt och 159 mot 161 i penetration.

Diskussion och slutsatser

Varför det är så stor skillnad i flera av MSCR proverna är svårt att besvara, speciellt när ett prov visar på goda elastiska egenskaper och ett annat på samma bitumen på obefintlig elastiskåtergång. Den dåliga eller rentutav helt uteblivna elastiska återgången specifikt på 2,5% blandningarna kan bero på att det ligger precis på gränsen för att ett polymernätverk skall bildas som kan ge dessa egenskaper vid denna nivå av inblandning. Detta speciellt om bitumen typen som använts för den aktuella blandningen inte är lämpad för att mixas med det polymer som använts.

På frekvenssvepen verkar bitumen 1 uppvisa stora skillnader mellan körningar, speciellt när temperaturen är hög och frekvensen låg. De första proverna som gjordes verkade indikera att Bitumen 2 och 3 verkar inte vara lika känsligt. Den tendens som syns att variansen mellan metoderna på bitumen 1 är som störst i de fallen då temperaturen är så hög som möjligt och då frekvensen är den lägsta i det provade intervallet. Med hänsyn till bituminets egenskaper med att bli styvare vid lägre temperaturer och vid högre frekvenser verkar det som om de största skillnaderna uppstår när bituminets styvhet är så litet som möjligt och polymerets egenskaper är mer framträdande.

Detta skulle kunna indikera att PMB-sorter med ett basbitumen med större styvhet till exempel ett 50/70 skulle uppvisa mindre differens i mätvärdet än ett mjukare bitumen som de 140/220 bitumen som användes i projektet. Att sänka frekvensen ned till 0,1 rad/s skulle potentiellt kunna uppvisa större skillnader mellan prover. Flera rheometerar är kapabla till detta och många inkluderar detta frekvensintervall i sin standardprovning varför det är intressant att ha i beaktning. Även mjukare bitumen används så även dessa skulle potentiellt kunna ge mycket spridda värden beroende på hur provet hanteras, speciellt om det kombineras med den lägre mätfrekvensen. Det samma gäller då även för temperaturen, provning vid högre temperatur borde rimligtvis även ge tydligare skillnader.

Då resultaten är så pass sprida mellan körningar under vissa omständigheter (bitumen 1 hög inblandningsgrad och temperatur) och är svåra att repetera exakt samma differens så är det svårt att dra en slutsats om att det faktiskt är en skillnad orsakad utav provhanteringen som kan ses i fallet bitumenblandning 1. I den provningen som gjordes i projektet sågs först en distinkt skillnad mellan metoderna som upprepades mellan laboratorierna, men vid försöket att upprepa resultaten kunde inte samma trend ses. Den grundläggande observationen var att olika basbitumen ger olika typer av respons åt ena eller andra håller i mätvärden beroende på hantering verkar kanske inte vara korrekt. Däremot det kan mycket väl vara så att visa blandningar är känsligare för små avvikelser i metoden än andra. Att de största skillnaderna observerats vid just de förhållanden där bituminet är som mjukast, men att dessa skillnader varit svåra att reproducera tyder på detta. Mängden prov kan då mycket väl vara en av de faktorer som påverkar, men inte tillräckligt i sig självt för att kunna identifieras med säkerhet i det begränsade antal mätningar per bitumenblandning som rymdes inom projektet.

Vidare studier

En begränsad studie där man prövar endast ett bitumen under begränsade förhållanden väldigt många gånger skulle potentiellt kunna vara intressant i syfte att kunna statistiskt bedöma om det faktiskt finns någon systematisk skillnad på provresultaten beroende på provmängd. Speciellt intressant här skulle eventuellt vara att prova med lägre frekvenser ned till åtminstone 0,1 rad/s eller ännu lägre om mätutrustningen tillåter.

Bilagor



K0476
Europe
1/25/2022

KRATON™ D1116 A Polymer

Data Document

Identifier : K476DDj21E

Description

Kraton D1116 A is a clear, radial triblock copolymer based on styrene and butadiene with a polystyrene content of 23%. It is supplied from Europe in the physical form identified below.

- Kraton D1116 AT - supplied as a porous pellet dusted with talc
- Kraton D1116 ASM - supplied as a powder dusted with silica
- Kraton D1116 A IM - supplied as a powder dusted with inorganic dusting agents for supply to the North American market

Kraton D1116 A is used as a modifier of bitumen and polymers. It is also suitable as an ingredient in formulating compounds for footwear applications and may be used in formulating adhesives, sealants, and coatings.

Sales Specifications

Property	Test Method	Units	Sales Specification Range	Notes
Polystyrene Content	KM 03	%m	21.5 TO 24.1	
Vis, Sol (Toluene) 20.0%w @25C	KM 06	Pa.s	2.0 TO 3.0	
Total Extractables	KM 05	%m	<= 1.0	
Antioxidant content	KM 08	%m	>= 0.14	
Volatile Matter	KM 04	%m	<= 0.3	
Ash (AT)	ISO 247	%m	<= 0.35	
Ash (AIM)	BAM 908	%w	2.5 TO 4.5	
Ash (ASM)	ISO 247	%m	2.5 TO 5.0	

Typical Properties (These are typical values and may not routinely be measured on finished product)

Property	Test Method	Units	Typical Value	Notes
Specific Gravity	ISO 2781		0.94	

Packaging

Kraton Polymers are available in a number of different package types. For information specific to this grade, please contact your local Kraton Polymers representative.

KRATON and the Kraton logo are either trademarks or registered trademarks of Kraton Corporation, or its subsidiaries or affiliates, in one or more, but not all countries.

©2022 Kraton Corporation

End Use Requirements

If the finished article is intended for use in food contact and packaging applications, toys, or human contact areas, manufacturers of the final product should observe all relevant regulations. Some of these regulations require tests to be carried out on the final product, e.g. migration. These are the responsibility of the final product manufacturer. Information on the food packaging clearances of individual products is available from Kraton Polymers.

Safety and Handling Precautions

Read the GHS Data Sheet carefully and thoroughly before beginning any work.

Legal Disclaimer

We cannot anticipate all circumstances, conditions or applications in which this information, our products, or the products of other suppliers in combination with our products may be used. We accept no responsibility for results obtained by the application of this information or for the safety or suitability of our products, either alone or in combination with other products. The user of our products bears the responsibility of determining their suitability for a particular application or formulation, or determining that the products or their use do not infringe any intellectual property. Unless otherwise stated in writing, WE MAKE NO WARRANTY REGARDING THE INFORMATION PROVIDED HEREIN OR OUR PRODUCT, EITHER EXPRESS OR IMPLIED, INCLUDING MERCHANTABILITY, FITNESS FOR A PARTICULAR PURPOSE, OR NON-INFRINGEMENT OF ANY INTELLECTUAL PROPERTY. The buyer assumes all responsibility and liability for loss or damage arising from the handling and use of our products, whether used alone or in combination with other products.

For Further Information

U.S.A Headquarters Kraton Polymers U.S. LLC 15710 John F. Kennedy Blvd. Suite 300 Houston, Texas 77032 +1-800-4-KRATON (800-457-2866) info@kraton.com	Asia Pacific Regional Headquarter/ Innovation Center Rm 2201, No.688, West Nan Jing Road 100 Century Avenue Shanghai, 200041, PR China +86 21 2082 3888 info.cn@kraton.com	Europe, Middle East, Africa Kraton Polymers Nederland B.V. Transistorstraat 16 NL - 1322 CE Almere The Netherlands +31 36 546 2846 info@kraton.com
--	--	---