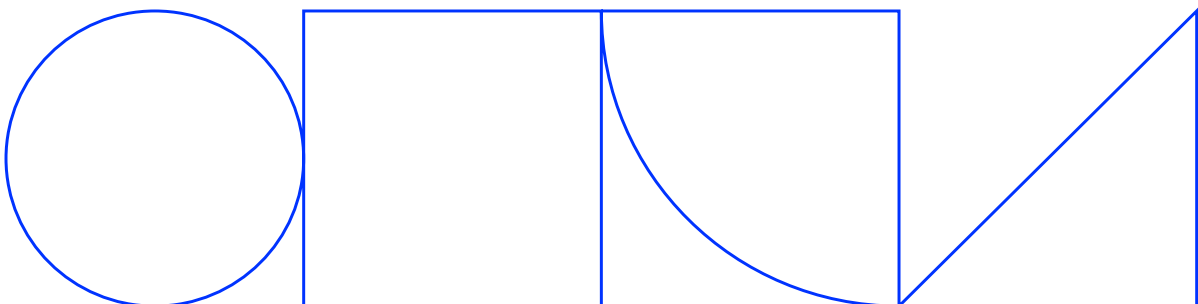


Provberedningseffekt på uppmätta reologiska egenskaper hos bitumen med hjälp av Dynamic Shear Rheometer

Utveckling av mätteknik

Maya Sheidaei
Lund Universitet

Mars 2023



Förord

Denna rapport är resultatet av första delen av ett gemensamt doktorandprojekt mellan Lunds Tekniska Högskola och Peab Asphalt AB. Studien finansierades av Byggbranschens utvecklingsfond (SBUF) och samfinansierades av Lunds universitet och Peab Asphalt AB.

Författaren är tacksam för finansiering, forskningsdata, vägledning och moraliskt stöd. Study I är baserad på data från round-robin-tester som tillkännagavs av Bureau de Normalisation du Pétrole.

Jag vill uttrycka min uppskattning till min handledare Andras Varhelyi för hans vägledning och kloka råd. Ett särskilt tack till min biträdande handledare Anders Gudmarsson för hans specialistkunskaper och expertis, och till Michael Langfjell på Peab Asphalt AB, för hans outtröttliga hjälpsamhet med att ge tekniskt och praktiskt stöd. Andra bidragsgivare jag vill tacka är Sven Agardh vid Lunds Tekniska Högskola (LTH), Jiqing Zhu på Statens väg- och transportforskningsinstitut (VTI) för deras hjälpsamma samtal och Lars Jansson på Peab Asphalt AB för hans projektledning. Till sist vill jag tacka för det moraliska stöd jag fått från Ebbe Parhamifar och andra medlemmar i gruppen Trafik & väg. Den uppmuntran som min familj gett mig har också varit ovärderlig.

Maya Sheidaei

Mars 2023

Sammanfattning

Sten i asfaltvägar hålls samman med bindemedlet bitumen som är ett viskoelastiskt material. Genom förbättrad bitumenkaraktisering, finns möjligheten att öka vägens hållbarhet, stabilitet och prestanda.

Bitumens reologiska egenskaper, komplex skjuvmodul, som kan mätas med en dynamisk skjuvreometer (DSR), beskriver styvheten och graden av visköst och elastiskt beteende vid en given frekvens och temperatur. DSR kan beskriva situationen under tillverkningsprocessen och i vägbanan på sätt som efterliknar verkligheten; genom att variera temperatur, belastningshastighet, amplituder och skjuvspänningar över breda intervall, vilket inkluderar alla tänkbara belastningsfall i en vägbeläggning.

EN 14770:2012 beskriver proceduren för DSR-prover men då kan olika faktorer relaterade till provberedning på DSR-prover leda till inkonsekventa resultat. En undersökning genomfördes i form av två studier för att förstå vilka faktorer som kan påverka resultaten. Data från serier av Round-robin-tester på bitumentyper 50/70 och 20/30, samt polymermodifierad bitumen 45/80-55 användes som grund i studie I. Variabiliteten i de mättekniker som används och hur detta kan ha påverkat resultaten, samt mätteknikens precision, undersöks statistiskt. Därefter användes en faktoriell design experiment (med tre variabler i två nivåer) för att undersöka effekterna av ugnens inställningstemperatur, bitumenmonteringstemperatur till reometern och trimning av provkroppen på G^* och δ (studie II). Huvud- och interaktionseffekterna från replikerade körningar uppskattades samt standardfelen (SE) för effekterna beräknade.

Resultat baserade på RR-testdata visar att om man ignorerar extremvärdena på grund av användningen av olämplig plåtgeometri eller det lilla antalet involverade laboratorier förbättras noggrannhetsområdet för fasvinkeln till en repeterbarhetsgräns på $r = 1-2^\circ$ och reproducerbarhetsgränsen på cirka $R = 3-6^\circ$ för testad bitumen. Medans för G^* förbättras variationskoefficienten under repeterbarhet till ett intervall på 2-8 %, och variationskoefficienten under reproducerbarhet varierar mellan 7 och 18 %. Inget av de studerade bitumenen påverkades signifikant av väntetider längre än 72 timmar. Dessutom hittades inga signifikanta variationer mellan de mest använda utrustningsmärkena och provtillverkningsprocedurer. Med resultat som vanligtvis faller mellan de övre och nedre rapporterade värdena, verkar 15 minuter vara en lämplig jämviktsvaraktighet. Enligt korrelationstestet baserat på RR-data uppvisade temperaturen vid montering av bitumen och provproduktionstemperaturen en signifikant koppling i fler testkombinationer än i andra provberedningsfaser. Slutligen, i den andra delen av studien, visade undersökningen av effekten av dessa faktorer tillsammans med trimning på resultat en signifikant skillnad i trimmade och icke trimmade prover när PP08 appliceras. Monterings- och ugnsvärmetemperaturerna får varierande grad av betydelse beroende på material och testade temperaturer.

Innehåll

Bakgrund	4
Syfte och omfattning	5
Metod och Genomförande	5
Resultat	6
Studie I: Dataanalys från internationella ringanalyser på ren och modifierad bitumen	6
Studie II: Laboratorie experiment på bitumen av olika ursprung	7
Slutsatser och rekommendation	8

Bakgrund

Polymermodifierade bitumen (PMB) i asfaltmassor bidrar till att förbättra viktiga beläggnings-egenskaper som motstånd mot utmattningssprickor, deformationsmotstånd och reducerad temperaturkänslighet. PMB kan därför användas för att öka beläggnings livslängd eller för att reducera materialåtgången genom att möjliggöra tunnare beläggningstjocklek.

De empiriska testmetoderna penetration (EN 1426:2007) och mjukpunkt (EN 1427:2007), som används för att indikera styvhet och viskositet, kan särskilja penetrationsklassificerade omodifierade bitumen. Dessa testmetoder bidrar dock inte till en pålitlig karaktärisering när temperatur och frekvensberoendet skiljer sig åt mellan olika produkter. Dessutom kan de empiriska metoderna endast appliceras så länge som tidigare kända förhållanden fortfarande gäller. Med tillåtandet av tyngre fordon i Sverige och med klimat i förändring ökar risken för att det empiriska systemet inte längre karakteriserar relevanta bitumenegenskaper. Med nya modifierade bitumen uppstår ett ökat behov av förbättrade bitumenspecifikationer som tar hänsyn till bindemedlets temperatur och frekvensberoende materialegenskaper.

Bitumen är viskoelastiskt, vilket betyder att materialegenskaperna beror på temperatur och belastningsfrekvens. Enligt SBUF rapport (ID:12926), styvheten för traditionella omodifierade penetrationsklassificerade bitumen (t.ex. 50/70, 70/100 samt 160/220) uppvisar liknande temperatur och frekvensberoende. Temperatur och frekvensberoendet av PMB (t.ex. 45/80-65, 25/55-80 B och 25/55-80) varierar dock för varje unik produkt. Med hjälp av reologisk provning genom en dynamisk skjuvreometer (DSR) kan bitumens materialegenskaper bestämmas över ett intervall av temperaturer och frekvenser. Genom detta finns en potential att utveckla en bitumenklassificeringsmetod som kan urskilja relevanta materialegenskaper för effektivare val av bitumen. DSR metoder används redan idag i den amerikanska PG (Performance Grade) klassificeringen. PG systemet utvecklades mellan 1987 och 1993 i USA med syfte att ersätta bristerna i den empiriska penetrationsklassificeringen. Systemet utvecklades dock mot omodifierade bitumen och uppvisar därför brister i klassificeringen av modifierade bitumen. Detta visar sig bland annat genom beläggningar med dåliga deformationsegenskaper på svenska flygplatser där PMB kravställs enligt PG klassificeringen. På senare år har PG systemet kompletterats med provmetoder som ska kunna tydliggöra förbättrade egenskaper av PMB. Dessa nya DSR metoder är under process för att implementeras även i de europeiska specifikationerna och i exempelvis Norge finns det möjlighet att ställa tilläggskrav på DSR provning. DSR möjliggör även en potential till provning av reologiska egenskaper av bitumen blandat med filler (asfaltbruk), vilket kan bidra till bättre proportionering av asfaltmassor. I dagens läge finns det dock ett utvecklingsbehov för att kunna standardisera metoder för DSR provning.

En viktig utmaning med DSR provning, av framförallt för PMB, är att reproducerbarheten inte har visat sig vara tillräckligt noggrann. Detta beror i stor utsträckning på att nuvarande metodstandarder möjliggör ett stort utrymme för individuella tolkningar av provmetodiken och provberedningen. Då PMB är mycket känsligt för hanteringen av provet är det mycket viktigt att uppvärmning, provtagning och placering av provet i mätutrustningen utförs systematiskt och enligt bestämda rutiner.

Dagens avsaknad av ett vedertaget nationellt harmoniserat förfarande riskerar att försvåra tillämpningen av DSR provning. Eftersom DSR metoder med största sannolikhet kommer att införas i Trafikverkets kravspecifikationer i takt med det europeiska standardiseringsarbetet, så finns det ett stort behov av att utreda och utveckla metodiken för att säkerställa tillförlitliga resultat. DSR mätningar utförs idag inte rutinmässigt hos svenska entreprenörer vilket gör att det finns tydliga behov av utbildande nationella riktlinjer som bidrar till noggrann provning.

Internationella ringanalyser (Round-Robin tester) på DSR metoder utgör en grund för att identifiera potentiella metoder och utvecklingsmöjligheter. Tidigare arbeten vid Lunds Tekniska Högskola om

implementering av DSR mätningar tillför ytterligare baskunskap och identifierade utvecklingsbehov. Med utgångspunkt ifrån pågående standardiseringsarbete i Europa kändes ett behov av ett sådant doktorandprojekt som kan öka vägbyggnadsbranschen förståelse för moderna mätmetoder av bitumen och därmed bidra till en samsyn och lyckad implementering.

Syfte och omfattning

Denna licentiatavhandling är en del av forskarutbildningsprojektet "Utveckling och implementering av reologisk provning av bitumen". Syftet med detta projekt är att utvärdera och vidareutveckla provmetoder för DSR mätningar som kan förbättra utrustningens reproducerbarhet. Detta är nödvändigt för att kravställa bitumen utifrån DSR provning. Eftersom den nuvarande europeiska standarden (EN 14770:12) tillåter bred tolkning, används olika testförhållanden och provberedningsmetoder över hela landet, vilket gör det utmanande att uppnå harmoni och uppnå överensstämmelse i resultaten. Inför framtida implementering av DSR mätningar som ett krav i vägteknik i Sverige är det viktigt att utveckla nuvarande metoder med avseende på framför allt provberedning och precision. Målet är att bestämma hur olika provberedningsfaser, såsom ugnsställning, provtillverkningsmetoder, provlagringstid, provbindningstemperatur och trimningstillstånd, påverkar reologiskt resultat av DSR:en. Arbetet förväntas leda fram till rekommendationer för nationella riktlinjer som kan utgöra grund för utbildning och implementering av nya mätmetoder för bitumen i Sverige. Vidare i fortsättningen syftar projektet till att utvärdera nya prestandaparametrar för förbättrad bitumenklassificering som baseras på DSR mätningar.

Metod och Genomförande

Arbetet med att utvärdera provberedning och testutföranden har bedrivits via ett doktorandprojekt vid Lunds Tekniska Högskola i samarbete med Peab Asphalt AB och finansieras av Svenska Byggbranschens Utvecklingsfond (SBUF). Projektet inleddes med en litteraturstudie om provmetoder och viskoelastiska egenskaper av bitumen och om DSR provning med mål att få god kännedom om befintliga internationella metoder. Utifrån detta en inventering av behovet av nödvändig utrustning samt val av provberedningsmetoder och bitumentyper som skulle studeras utfördes. Därefter, en utvärdering av viktiga parametrar så som val av instrumentinställningar för olika reologiska provberedningar och dess betydelse för variation i resultat gjordes. Införskaffning av provmaterial för fortsatt arbete och beredning av provmaterial för testserier har även gjordes.

I *studie I* undersöktes resultaten av fyra interlaboratoriska round-robin (RR)-tester utförda av olika laboratorier inom Europa mellan 2017 och 2020. RR-testerna utfördes på typ 20/30 och 50/70 ren bitumen, samt polymermodifierad bitumen (45/80-55). Testerna utfördes efter kortvarig åldring i en rullande tunnfilmsugn (RTFOT) enligt EN 12607-1 (2014) 2017-2019 och på en original PMB utan åldring, d.v.s. ingen RTFOT eller PAV 2020 (45/80-55). Effekten av följande provberednings- och testförhållanden på de reologiska parametrarna som erhållits av DSR statistisk är: ugnsställning för provtillverkning, provtillverkningsmetod, tid som förflutit mellan tillverkningen av provet och start av testning (lagringstid), temperaturer för provbindning (montering), diameter och gapstorlek på DSR-plattan.

I *studie II* utvärderades fyra olika typer av omodifierad bitumen, 50/70, 70/100 och två 160/220 av två olika ursprung, i ett laboratorieexperiment. De tre följande utvalda provberednings- och konditioneringsfaser då EN14770 används studerades för att fastställa effekterna på reologiska parametrar, skjuvmodulen (G^*) och fasvinkel (δ). Ugnstemperaturinställningen, bindningstemperaturen och trimförhållandet i två utökade nivåer med en Anton Paar DSR, MCR302-modell studerats.

Resultat

Studie I: Dataanalys från internationella ringanalyser på ren och modifierad bitumen

Denna studie presenterar resultaten av fyra internationella round-robin tester utförda av olika laboratorier i Europa mellan 2017 och 2020. RR-testerna utfördes på typ 20/30 och 50/70 ren bitumen och 45/80-55 polymer-modifierad bitumen. För de olika laboratorierna varierade de fastställda diskreta testtemperaturerna från 10 till 65°C vid en frekvens på 1,59 Hz (10 rad/s). Variabilitet i provutförande och provberedning undersöktes genom att dela upp laboratorierna i två grupper (Gr. A och Gr. B) baserat på z-score och repeterbarheten av deras rapporterade resultat för dynamisk skjuvmodul (G^*) och fasvinkel (δ) vid olika temperaturer och plattdimensioner vid användning av en dynamisk skjuvningsreometer (DSR), enligt den europeiska standarden EN14770:2012. Beredningen av bitumen för ursprungliga och korttidsåldrade tillstånd, förvaringstid och vila efter tillverkning av provkroppar, temperatur vid anläggning av provkroppar, temperaturstabiliseringstid innan data kunde samlas in vid varje ny testtemperatur (temperaturjämviktsvaraktighet), testning inom det viskoelastiska linjära området och den utrustning som användes undersöktes. Grupperingen gjordes baserat på de beräknade statistiska måtten av rapporterade resultat av deltagande laboratorier i varje round-robin-test. Den statistiska bearbetningen av data och statistiska kriterier för prestanda och z-score gjordes enligt standarder (ISO:5725 och ISO:13528). Laboratorier i Gr. A har alla de olika testkombinationsresultaten inom 1,5 standardavvikelse från det medelvärdet av RR, provutföranderepeterbarhet). Medan laboratorier i Gr. B har lägre repeterbarhet och faller utanför 1,5 SD från omgångens medelvärde för sina rapporterade resultat. För att kunna avgöra om det finns någon mätbar skillnad mellan metoderna som användes, analyserades statistisk hur provutförande och provberedning kan ha påverkat de reologiska resultaten (G^* och δ) utan gruppering. Dessutom diskuteras repeterbarhets- och reproducerbarhetsanalysen av rapporterade resultat.

Resultaten visar att repeterbarhetsvärdena för G^* ligger mellan 2 och 12 %, medan reproducerbarhetsvärdena varierar mellan 7 % och 20 %. Men när man eliminerar PP25-data vid låga test temperaturer på 10 till 20 grader och PP08-data vid höga temperaturer på 25 till 35 grader, förbättras precisionen avsevärt. Det oåldrade 45/80-55 (RR-2020)-resultatet har den högsta precisionen, följt av det korttidsåldrade 45/80-55 (RR-2019) vid högre testtemperaturer och 20/30 (RR-2018) vid lägre provningstemperaturer. För δ är variationskoefficienten under reproducerbarhetsförhållanden mycket bättre än kriterierna på 5 % som anges i EN14770: 2012 för alla testkombinationer, förutom vid lägre temperaturer som 10 °C och 15 °C testade med PP25. Om man ignorerar extremvärdena, uppnår oåldrad 45/80-55 högsta precision med en repeterbarhetsgräns på $r=1^\circ$ och reproducerbarhetsgräns på $R=3^\circ$, följt av korttidsåldern 45/80-55 med en repeterbarhetsgräns på $r=1^\circ$ och reproducerbarhetsgräns på $R=6^\circ$ och 20/30 med en repeterbarhetsgräns på $r=2^\circ$ och reproducerbarhetsgräns på $R=6^\circ$.

Laboratorier från två olika grupper valde olika metoder, vilket visar värdet av tidigare expertis med relaterat material och DSR-testning i termer av testresultat. Till exempel är det känt från EN14770:12 att ett tillverkat prov kan placeras i ett kylskåp i maximalt 30 minuter före avformningen och bindning av provmaterialet till DSR-anordningen, men endast 19%-30% av Gr. A föredrar att göra det, medan 33%-67% av Gr. B väljer det här alternativet. Detta kan bero på att olika grupper av operatörer har olika förkunskaper om materialets hårdhet. Dessutom visar resultaten att Gr. A med bättre precision för sina rapporterade resultat överensstämmer inte med den rekommenderade provlagringstiden.

Undersökning av tre kategorier av utrustningsmärke och provtillverkningsmetod visade att G^* var högre när Anton Paar och en droppe av bitumen hållt på ett ark användes, medan Malvern och silikonformar gav ett högre δ värde. Men inga statistiskt signifikanta skillnader i ett vanligt testtillstånd upptäcktes mellan de två mest använda utrustningsmärkena och provtillverkningsmetoderna. Dessutom

verkar δ vara mer mottagligt för tillverkningsmetoder än G^* . Det verkar också som att temperaturen vid anläggning av provkroppar, har en liten men signifikant inverkan på fler testbetingelser än andra steg när man jämför variationen av erhållna reologiska parametrar. Dessutom bör uppvärmningstemperaturen som används för att tillverka prover övervägas ytterligare eftersom den har visat sig ha ett statistiskt signifikant samband med de inhämtade resultaten. Icke desto mindre krävs en distinkt experimentdesign och känslighetsanalys av resultaten för att mer exakt kunna fastställa i vilken grad varje fas av provberedningen och konditioneringen påverkar resultatet.

Studie II: Laboratorie experiment på bitumen av olika ursprung

I studie II utfördes en serie Temperatur-frekvenssvep på fyra standard penetrationsbitumen av graden 50/70, 70/100 och två 160/220 från olika leverantörer för att bedöma ugnstemperaturinställningen (HT), temperaturen för placering av provet på DSR (BT) och trimning läge i två utökade nivåer med en Anton Paar DSR, MCR302-modell. För varje material två serier av provkroppar användes, en som ger en perfekt cylinder på en PP25 och PP08 vid 1,05 och 2,1mm gap respektive en som inte behöver trimmas (exakt mängd kan räknas ut med hjälp av bitumendensitet och volymen mellan plattorna) och en som överskottar och måste trimmas bort för att få samma geometri som den andra provkroppen före provkörningen. Det skulle kunna anses att både ger samma resultat (utan signifikant skillnad) om provet i det första fallet är väll centraliserat och det andra trimmat noggrant, med syftet att belysa detta speciellt när det gäller modifierad bitumen som kan vara svårt att trimma. Enligt EN 14770:12 ska bitumen värmas upp till (85 ± 5) °C över bitumensmjukpunkt eller till maximalt 180 °C. Två olika temperaturer användes till tillverkning av provkropparna. Den ena tillverkades vid 80°C över bitumensmjukpunkten och den andra vid 100°C över bitumensmjukpunkten. Den tredje faktorn som varierades i provutförandet var temperaturen på plattorna där bitumen anläggs på för att kunna mjuka upp och fästas inför teststart med eller utan trimning. Silikonformar från Anton Paar användes för alla provkropparna.

Temperatur-frekvenssvepkörningar mellan 0°C till 80°C delades i tre provkroppar med 10 °C intervaller för varje provkropp för att undvika termalhistorik på provkropparna. Varje temperatursteg kördes frekvenserna 0,1rad/sec upp till 10 rad/sec eller 100 rad/sec uppdelat i 10 steg med logaritmisk följd. Amplitudsvep gjordes på alla bitumenprovkroppar och temperaturintervall så att det höll sig inom linjärviskoelastiska området under Temperatur-frekvenssvep testen. Töjningar av 0,1 % respektive 0,5% valdes vid användning av PP08 och PP25. Den dynamiska skjuvmodulen ($|G^*|$) och fasvinkeln (δ), som utgör basen för analysen, avlästes vid varje periodiskt steg i testprocessen. För att utvärdera huvud- och interaktionseffekterna av kombination av de tre variablerna, samt uppskatta standardavvikelsen på insamlade G^* och δ från randomiserade testkörningar utfördes statistisk analys. Även för att kunna avgöra om det fanns någon mätbar skillnad mellan metoderna användes statistisk analys.

Resultaten visar att den komplexa modulen är mer känslig för förändringarna än fasvinkeln. Det observeras nästan samma mönster i både lägre och högre testade frekvenser. För 160/220_I Limningstemperaturen är den mest uppenbara faktorn som påverkar G^* positivt, och δ negativt följt av ugnsvärmetemperatur som påverkar G^* negativt och δ positivt. Variationen i ugnsvärmetemperatur påverkade starkt resultaten av 160/220_II i motsats till alla andra studerade material. Masterkurvan för detta bitumen avslöjade en svag överlappning vid förskjutet temperatur, vilket kan vara ett tecken på att det innehöll en annan naturlig kemisk komponent. Trimning av provet som testats vid lägre temperaturer på 0 C till 30 C för allt testat material tenderar att avsevärt öka δ och dekreterar komplexmodulen, vilket kan indikera högre känslighet hos mindre parallellplåtsdiameter (PP08) för trimning. BT hade en negativ inverkan på G^* vid nästan alla temperaturer som utvärderades för 50/70, 70/100 och 160/220 I, vilket överensstämmer med tidigare studier på två typer av korttidsåldrat bitumen, 20/30 och 45/55-80. Emellertid uppvisar icke åldrade 45/55-80 i den tidigare studien och 160/220 II ett jämförbart positivt samband med G^* . I två nivå samspel, i fallet med G^* , har Trim:BT

den starkaste effekten på alla material och temperaturer förutom 160/220 vid lägre temperaturer där Trim-HT påverkar mer. För δ var den mest effektiva tvåvägsinteraktionen Trim-BT för 70/100 och 160/220 II. Men för 160/220 I är Trim:HT och för 50/70 BT:HT den minst viktiga faktorn för δ . Totalt sett var HT enbart en obetydlig effekt på resultaten för alla material utom för 160220_I, men det blev viktigt i samverkan med andra faktorer. The δ kan tillskrivas det faktum att intervallet för ugnsvärmetemperatur (SP+80 och SP+100°C) i denna studie är mycket litet. Studien visade att G^* och δ har påverkats av studerade faktorer, minst för 70/100, vilket följs av 50/70 och 160/220.

Slutsatser och rekommendation

Fynden visade att de undersökta parametrarna, beroende på testinställningarna, hade olika effekter på G^* och δ . På grund av risken för stor påverkan på resultatet bör limningstemperaturen inte ställas in slarvigt. Med undantag för ett prov som betedde sig mer som modifierat bitumen och var känsligare för uppvärmningstemperaturen för provtillverkning, hade de övre och nedre inställda gränserna för ugnens temperatur i studie II ingen märkbar inverkan på ren bitumen. Det måste dock undersökas om den valda övre gränsen kan användas för modifierad bitumen också utan att ha en signifikant effekt, vilket indirekt kunde observeras från studie I. Slutligen avslöjade trimning av proverna som undersöktes i studie II nästan inga signifikanta förändringar när PP25 användes jämfört med när PP08 användes.

För fortsatt forskning rekommenderas att bedöma effekterna av olika faktorer på modifierat bitumen med ett bredare intervall på både höga och låga nivåer av de faktorer som används i den presenterade studien för att fånga gränsen som ledde till signifikanta skillnader