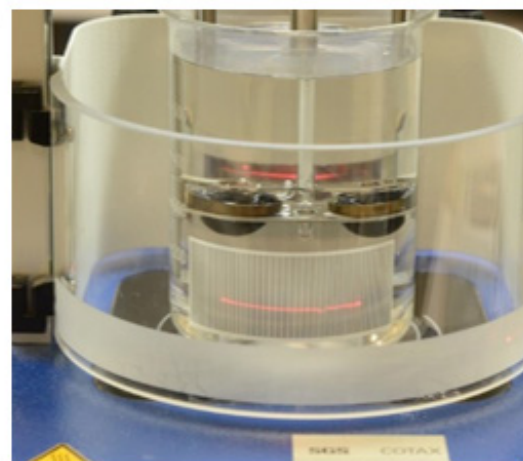
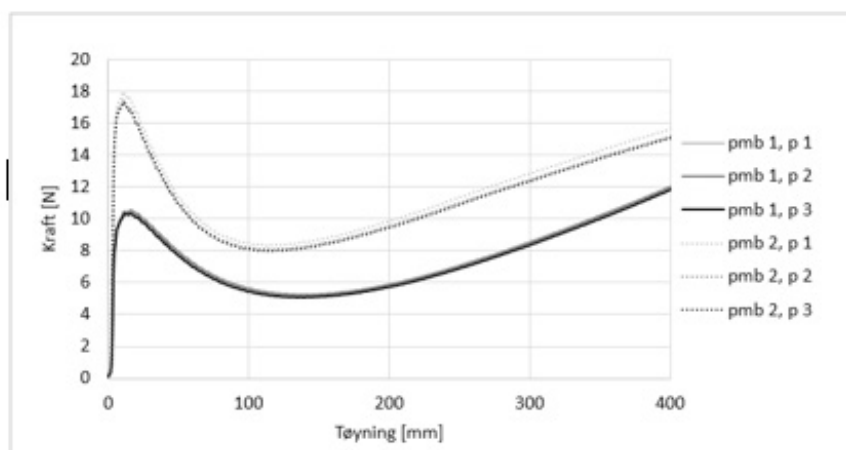
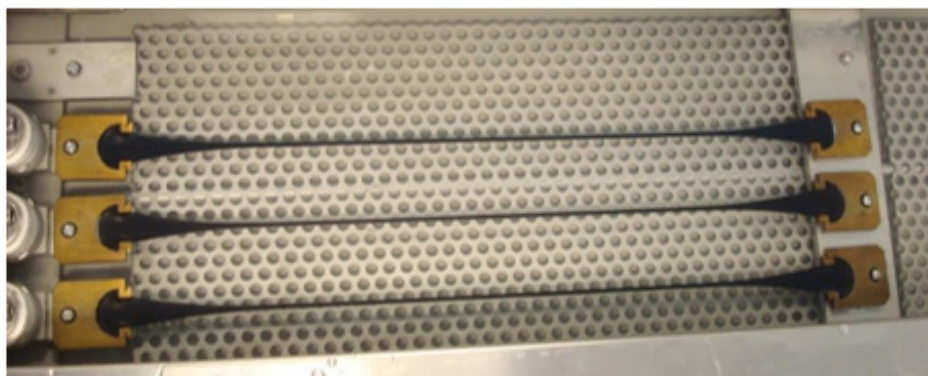


Ringanalyse på polymer-modifisert bitumen 2017

NAMet Bindemidler

STATENS VEGVESENS RAPPORTER

Nr. 679



Tittel

Ringanalyse på polymermodifisert bitumen 2017

Undertittel

NAMet Bindemidler

Forfatter

Torbjørn Jørgensen og Wenche Hovin

Avdeling

Vegavdelingen. Ressursavdelingen

Seksjon

Drift, vedlikehold og vegteknologi. Lab- og vegteknologi

Prosjektnummer

60771

Rapportnummer

Nr. 679

Prosjektleder

Torbjørn Jørgensen

Godkjent av

Brynhild Snilsberg

Emneord

Polymermodifisert bitumen, PMB, ringanalyse, bitumen, kohesjon, NAMet Bindemidler

Sammendrag

Norsk Asfaltforenings faggruppe NAMet Bindemidler arrangerte vinteren 2017 en ringanalyse på polymermodifisert bitumen (PMB). Hensikten var å bidra til bedre utførelse og kontroll med aktuelle prøvingsmetoder. To PMB-prøver med mykningspunkt under og over 80 °C inngikk. Opptil 18 laboratorier deltok på ordinære metoder, mens færre deltok på mer avanserte metoder. Statistisk behandling fant avvik som ble forkastet i beregningene. Penetrasjon, mykningspunkt, lagringsstabilitet og elastisk tilbakegang hadde akseptabel reproduserbarhet. Utførelsen av kohesjon (kraftduktilitet) og dynamisk skjærreometer (G* og MSCRT) trenger å forbedres. Reproduserbarheten var den samme for mykningspunkt målt i glycerol og i vann. Oppfølging av kohesjons-testen beskrives i vedlegget.

Title

2017 Round Robin Test on Polymer Modified Bitumen

Subtitle

NAMet Binders

Author

Torbjørn Jørgensen and Wenche Hovin

Department

Roads Department. Planning and Engineering Service Department

Section

Operation, Maintenance and Road Technology. Materials

Project number

60771

Report number

No. 679

Project manager

Torbjørn Jørgensen

Approved by

Brynhild Snilsberg

Key words

Polymer modified bitumen, PMB, round robin test, bitumen, cohesion, NAMet Binders

Summary

The Norwegian Asphalt Association's subgroup for methodology of binder testing, NAMet Binders, arranged a round robin test on polymer modified bitumen (PMB) in 2017. Two PMB samples were distributed, with softening points below and above 80 °C, respectively. Up to 18 laboratories participated on the more common test methods. The statistical analysis gave estimate of the reproducibility. The reproducibility of penetration, softening point, storage stability and elastic recovery was acceptable. Cohesion (by force ductility) and Dynamic Shear Rheometer testing (G* and MSCRT) had unsatisfactory reproducibility. The reproducibility of softening point in glycerol was the same as in water. A follow-up of the cohesion test is described in the appendix.

NAMet - Bindemidlers Ringanalyse på PMB 2017

Norsk Asfaltforenings metodegruppe – Bindemidler

Oppdatert Mars 2018

Innhold

1	Bakgrunn	1
2	Deltagende laboratorier.....	2
3	Testmetoder og statistikk	3
4	Resultater	5
5	Oppsummering og videre arbeid	25
6	Referanser	28
	Vedlegg: Oppfølging av prøvingsmetoder	29

1 Bakgrunn

NAMet, Norsk Asfaltforenings Metodegruppe ble etablert i 2016 og skal arbeide for å sikre lik og pålitelig analysering av asfaltmasse, asfaltdekke og råvarer til asfaltproduksjon i det norske asfalmiljøet, gjennom erfaringsutveksling og ringanalyser.

Faggruppen skal følge med på standardiseringsarbeidet og arbeide for at prøvingsmetoder utføres på en god måte, samt for tilfredsstillende kontroll og kalibrering av laboratorieutstyr. Arbeidsgruppen for Bindemidler har følgende medlemmer:

Anne Lise Vaa (Lemminkäinen)

Torunn Norvik (Veidekke Industri)

Jon Borge Finset (Nynas Bitumen)

Wenche Hovin og Torbjørn Jørgensen (Statens vegvesen).

NAMet-Bindemidler arrangerte vinteren 2016-2017 en ringanalyse på polymermodifisert bitumen (PMB). Hensikten med ringanalysen var å bidra til bedre utførelse og kontroll med de ulike prøvingsmetodene. Det ble sendt ut invitasjon til norske samt noen svenske og finske bindemiddellaboratorier.

Deltakerne mottok følgebrev og rapporteringsskjema (digitalt) som ble sendt ut samtidig med to PMB-prøver, én med mykningspunkt under 80 °C og én over 80 °C. Det var ingen deltakeravgift på ringanalysen. Resultatbehandling og rapportering ble utført av Wenche Hovin og Torbjørn Jørgensen.

2 Deltagende laboratorier

Totalt 18 laboratorier deltok, 12 fra Norge, 5 fra Sverige og 1 fra Finland.

Feiring Bruk, Kontrollab Finstadjordet (NO)

Veiteknisk Institutt (NO)

Veidekke Kompetansesenter, Trondheim (NO)

Veidekke Industri, Kontrollab Moss (NO)

Veidekke Industri, Kontrollab Hamar (NO)

Statens vegvesen, Sentrallaboratoriet Trondheim (NO)

Petrotest (NO)

Norges Tekniske og Naturvitenskapelige Universitet, NTNU, Trondheim (NO)

Nordasfalt, Vikan (NO)

NCC Roads, Sentrallaboratorium (NO)

Lemminkäinen, Sentrallab (NO)

Lemminkäinen, Kontrollab Greåker (NO)

VTI, Vägmateriallaboratoriet (SE)

Svevia, Lab Jönköping (SE)

Nynas, Nynäshamn QC Lab (SE)

Nynas, Kontrollab Göteborg (SE)

NCC Industry, Väglab Upplands Väsby (SE)

Lemminkäinen Infra Oy, Sentrallab (FI)

I rapporten for ringanalysen er både prøver og laboratorier anonymisert. Laboratoriene kunne selv velge hvilke analyser de ville delta på. Også mindre kontrollaboratorier fikk muligheten til å delta. Følgelig ble det ulike antall analysemetoder pr. laboratorium, og ulike antall resultater pr. prøvingsmetode.

3 Testmetoder og statistikk

Laboratoriene skulle utføre én prøving for hver metode etter gjeldende utgave av teststandarden. Dette betyr at det kun er reproduserbarhet og ikke repeterbarhet som er undersøkt i denne ringanalysen. For analysene utført på dynamisk skjærreometer, ble resultatene beregnet fra 3 målinger.

Følgende metoder inngår i denne ringanalysen.

Testing av fersk prøve

EN 1426:2015	Penetrasjon @ 25°C
EN 1427:2015	Mykningspunkt
EN 13398:2010	Elastisk tilbakegang @ 10°C
EN 13589:2008	Kohesjon @ 10°C
EN 14770:2012	G* og δ @ 60°C, f=1,59 Hz og γ =1%
EN 16659:2015	MSCRT @ 60°C

Testing av topp og bunn av lagret prøve. Tubetest jf. NS-EN 13399:2010

EN 1427:2015	Mykningspunkt, differanse i mykningspunkt
EN 14770:2012	G* og δ @ 60°C, f=1,59 Hz og γ =1%
EN 16659:2015	MSCRT @ 60°C

Testing av korttidsaldret prøve. RTFOT jfr. NS-EN 12607-1:2014

EN 12607-1: 2014	Endring i masse
EN 1427:2015	Mykningspunkt, endring i mykningspunkt
EN 1426:2015	Penetrasjon, bevaring av penetrasjon
EN 14770:2012	G* og δ @ 60°C, f=1,59 Hz og γ =1%
EN 16659:2015	MSCRT @ 60°C

Statistisk vurdering av resultatene

Resultatene i ringanalysen ble sammenlignet med reproduserbarheten (R) til prøvingsstandardene. Standarden ISO 5725-2 beskriver metoder for bestemmelse av repeterbarhet og reproduserbarhet til prøvingsmetoder. Statistisk testing og beregning av standardavvik og reproduserbarhet er hentet derfra. Siden det i denne ringanalysen rapporteres ett resultat pr. prøve, faller vurdering av repeterbarhet ut.

Prøvmetodenes reproduserbarhet er basert på ringanalyser med flere typer bindemidler, der også repeterbarheten (r) bestemmes. Det kreves minst to prøvinger for å bestemme repeterbarheten.

Resultatene fra denne ringanalysen gir ikke helt like estimater for metodenes reproduserbarhet, siden repeterbarheten ikke bestemmes.

Ved bestemmelse av prøvingsmetodens reproduserbarhet er innenfor-lab variansen (s_r^2) et nødvendig ledd i utregningene. Formelen nedenfor viser at reproduserbarhetsvariansen (s_R^2) er summen av innenfor-lab variansen (s_r^2) og mellom-lab variansen (s_L^2):

$$s_R^2 = s_r^2 + s_L^2$$

Den beregnede variansen for laboratorienes rapporterte verdier (s_x^2) er også forskjellig fra mellom-lab variansen (s_L^2). Ringanalysens reproduserbarhet, angitt som R' , vil derfor bli noe lavere enn prøvingsmetodens «ekte» reproduserbarhet, R .

Behandling av unormale og feilaktige prøvingsresultater

ISO 5725-2 angir regler og metoder for testing og behandling av feilaktige og unormale resultater.

Opplagt feilaktige data bør undersøkes, rettes opp eller avvises. Laboratoriet skal få anledning til å rette opp opplagte feil (f.eks. regnefeil), og korrigert verdi blir med i datagrunnlaget. I denne ringanalysen ble det funnet slike typer feil, som ble rettet.

Standarden angir statistiske metoder for å identifisere resultater som ligger utenfor prøvingsmetodens variasjonsområde. Resultat som ved statistisk testing ligger signifikant utenfor (1 % kriterium), benevnes *forkastet verdi*, «*outlier*», og tas ut av datagrunnlaget før beregningen av middelvei og usikkerhet. Forkastede verdier skal merkes spesielt i resultattabellene.

Resultat som ligger i utkanten av akseptabel variasjon (5 % kriterium), benevnes *tvilsom verdi*, «*straggler*», men beholdes i beregningen av middelvei og usikkerhet. Tvilsomme verdier skal også merkes spesielt i resultattabellene.

De deltakende laboratorier bør undersøke årsaker til unormale eller avvikende resultater, både forkastede og tvilsomme verdier. Laboratorier med unormale eller avvikende resultat vil få tilbakemelding om dette sammen med rapporten.

Siden ringanalysen ikke behandler repeterbarhet, utføres ikke statistisk testing av *innenfor-lab* spredning. Unormal spredning i resultatene mellom laboratorier ble vurdert med to metoder: Mandels h-test og Grubbs test (enkel og dobbel).

Testene har kriterier for 1 % og 5 % signifikansnivå for det aktuelle antall laboratorier som inngår. Hvis verdien for Mandels h-test eller Grubbs enkel test er høyere enn kriteriets 1 %-verdi, bedømmes resultatet som statistisk forkastet, og tas ut av beregningene. Hvis testverdien ligger mellom 1 % og 5 % kriteriene, bedømmes resultatet som statistisk tvilsomt, men beholdes i beregningene.

Mandels h-test

Ser på differansen mellom laboratoriets resultat og ringanalysens middelvei delt på standardavviket for den aktuelle prøven.

$$h = \frac{\text{absoluttverdi (enkeltresultat - middelvei)}}{\text{standardavvik}}$$

Grubbs enkel test

Ser på om den høyeste eller den laveste rapporterte verdien ligger utenfor akseptabelt variasjonsområde. Utregnede Grubbs-verdier (G_p og G_1) vurderes mot tabellverdiene i standarden.

$$G_p = \frac{(\text{høyeste verdi} - \text{middelvei})}{\text{standardavvik}}$$

$$G_1 = \frac{(\text{middelvei} - \text{laveste verdi})}{\text{standardavvik}}$$

Grubbs dobbel test

Ser på om de to høyeste eller de to laveste verdiene ligger utenfor akseptabelt variasjonsområde.

$$G = \frac{\text{varians uten to høyeste verdier}}{\text{varians med alle verdier}}$$

$$G = \frac{\text{varians uten to laveste verdier}}{\text{varians med alle verdier}}$$

Hvis testverdien er lavere enn 1 % kriteriets verdi, bedømmes resultatet som statistisk forkastet, og tas ut av beregningene. Hvis testverdien ligger mellom 1 %- og 5 %-kriteriene, bedømmes resultatet som statistisk tvilsomt, men beholdes i beregningene.

4 Resultater

Testresultatene er gitt i tallverdier i Tabell 1 og Tabell 2 for henholdsvis PMB 1 og PMB 2. Verdier som ble forkastet som følge av kriteriene for Mandels h-verdi, Grubbs enkel eller Grubbs dobbel er markert med gul bakgrunn og rød understreket skrift. Verdier som er tvilsomme, men akseptable, er markert med lysere gul bakgrunn og svart uthevet skrift.

Det ble umiddelbart observert, før den statistisk analysen, at mykningspunktsresultatene fra *lab 12* og *lab 17* lå betydelig lavere enn de andre resultatene.

En gjennomgang av innsendt dokumentasjon avdekket at *lab 12* hadde preparert prøvene ved 150 °C. Standarden for prøvepreparering, EN 12594, sier at pmb skal smeltes ved 180°C dersom ikke annet er spesifisert av produsenten. Det er kjent fra tidligere undersøkelser at for lav temperatur ved prøvepreparering av PMB, kan gi utslag på målt mykningspunkt. *Lab 12*, som deltok med penetrasjon og mykningspunkt på fersk prøve, ble derfor bedt om å teste prøvene på nytt, og da med prøvepreparering ved 180 °C.

Lab 17 hadde ikke benyttet lavere smeltetemperatur, men fylte prøven over fra en kopp til en annen før støping av mykningspunktprøven. *Lab 17* ble derfor bedt om å kjøre mykningspunkt på nytt, med direkte støping ved 180 grader.

For de analysene som ble utført på nytt, inngår de første målingene kun i de grafiske figurene, og er markert som x for lav temp ved støping. Retestingen gav verdier som stemmer bedre overens med resultatene fra de andre laboratoriene. De første målingene inngår ikke i tabellene og heller ikke i de statistiske analysene, kun i de grafiske framstillingene.

Statistisk beregnede verdier er gitt i tabell 3 og 4. Forklaringer til de grafiske framstillingene er gitt i Figur 1.

Grafisk framstilling av testresultatene sammenholdt med statistisk beregnet reproduserbarhet, R' , og reproduserbarhet gitt i den aktuelle teststandard, R , er gitt i Figur 2 - Figur 41.

Tabell 1 Resultater for PMB 1. **Verdier som er forkastet er markert med gul bakgrunn og rød understreket skrift.** Tviltsomme, men aksepterte verdier, er markert med lysere gul bakgrunn og svart skrift.

	Laboratorium nr	#	3	10	16	8	18	9	5	13	17	6	4	1	15	2	12	14	7	11
Fersk prøve	Penetrasjon @ 25°C	16	78,6	77,7	78,0	79,0	76,5	77,3	<u>72,3</u>	75,3	76,9	78,1	<u>59,4</u>	77,0	79,3	77,0	76,8	79,0		
	Mykningspunkt	18	83,9	85,3	84,0	83,9	85,4	85,0	84,9	84,8	85,5	<u>87,9</u>	84,5	82,3	86,0	83,5	85,4	85,0	<u>89,0</u>	86,3
	Elastisk tilbakegang @ 10°C	8		89,5	86,9	<u>89,7</u>	89,0	88,7	88,7	<u>93,0</u>	88,0									
	Kohesjon @ 10°C	6		1,71	1,85	1,00		1,97	1,70	1,27										
	G* @ 60°C	4	4,99	4,36	4,75	6,03														
	δ @ 60°C	4	62,7	63,4	60,9	60,3														
	Jnr _{0,1kPa} @ 60°C	3	0,044	0,038	0,018															
	R % _{0,1kPa} @ 60°C	3	95,6	96,8	96,2															
	Jnr _{3,2kPa} @ 60°C	3	0,031	0,043	0,032															
	R % _{3,2kPa} @ 60°C	3	96,9	96,3	96,2															
Etter lagringsforsøk, tubetest	Mykningspunkt, topp	12	82,4	84,5	83,7	83,5		84,5	85,4	84,5	85,3	86,5	86,2	<u>80,8</u>	85,4					
	Mykningspunkt, bunn	12	84,2	84,7	83,8	83,5		84,0	86,4	84,8	84,8	87,3	85,5	<u>81,5</u>	85,5					
	Lagringsstabilitet	12	<u>-1,8</u>	-0,2	-0,1	0		0,5	-0,9	-0,3	0,5	-0,8	0,7	-0,7	-0,05					
	G* @ 60°C, topp	4	4,87	4,51	5,01	4,71														
	δ @ 60°C, topp	4	58,6	60,2	59,8	57,7														
	G* @ 60°C, bunn	4	4,84	4,47	5,05	4,13														
	δ @ 60°C, bunn	4	58,7	60,0	60,2	57,6														
	Jnr _{0,1kPa} @ 60°C, topp	3	0,033	0,031	0,038															
	R % _{0,1kPa} @ 60°C, topp	3	96,2	97,0	95,3															
	Jnr _{3,2kPa} @ 60°C, topp	3	0,028	0,030	0,028															
	R % _{3,2kPa} @ 60°C, topp	3	96,9	97,2	96,4															
	Jnr _{0,1kPa} @ 60°C, bunn	3	0,020	0,031	0,037															
	R % _{0,1kPa} @ 60°C, bunn	3	98,2	97,1	95,9															
	Jnr _{3,2kPa} @ 60°C, bunn	3	0,031	0,030	0,026															
R % _{3,2kPa} @ 60°C, bunn	3	96,7	97,2	97,0																
Etter korttidsaldring, RTFOT	Endring i masse	7	0,025		0,044	0,01	0,01		-0,01	0,05									0,044	
	Målt Mykningspunkt	7	67,8		64,5	71,2	70,9		63,9	79,3									64,5	
	Endring i mykningspunkt	7	-16		-19,5	-12,7	-14,5		-21	-5,5									-20,6	
	Målt penetrasjon	7	60,9		63,2	59,0	61,7		56,3	67,7									62,7	
	Bevaring av penetrasjon	7	77,5		81,0	74,7	80,6		77,9	<u>89,8</u>									79,3	
	G* @ 60°C	3	7,55		6,96	8,54														
	δ @ 60°C	3	63,1		63,0	62,5														
	Jnr _{0,1kPa} @ 60°C	2	0,309		0,509															
	R % _{0,1kPa} @ 60°C	2	62		45															
	Jnr _{3,2kPa} @ 60°C	2	0,359		0,672															
R % _{3,2kPa} @ 60°C	2	58		33																

Tabell 2 Resultater for PMB 2. **Verdier som er forkastet er markert med gul bakgrunn og rød understreket skrift.** **Tvilsomme, men aksepterte verdier, er markert med lysere gul bakgrunn og svart skrift.**

	Laboratorium nr	#	3	10	16	8	18	9	5	13	17	6	4	1	15	2	12	14	7	11
Fersk prøve	Penetrasjon @ 25°C	14	81,9	82,3	79,3	80,0	80,7	80,0	<u>74,0</u>		81,2	83,0	<u>76,8</u>	77,7	81,0	81,0	81,4			
	Mykningspunkt	17	75,8	73,9	73,3	74,9	75,4	76,3	<u>79,1</u>	77,5	75,8	73,2	74,5	75,65	74,7	74,3	72,4		75,7	75,5
	Elastisk tilbakegang @ 10°C	8		79,2	78,5	<u>83,0</u>	79,5	79,0	78,5	79,2	<u>81,5</u>									
	Kohesjon @ 10°C	6		2,49	2,92	1,7		3,05	2,68	1,90										
	G* @ 60°C	4	3,39	2,90	3,01	4,13														
	δ @ 60°C	4	64,8	65,4	<u>67,5</u>	64,5														
	Jnr _{0,1kPa} @ 60°C	3	0,083	0,049	0,154															
	R % _{0,1kPa} @ 60°C	3	95	97	92															
	Jnr _{3,2kPa} @ 60°C	3	0,083	0,047	0,081															
R % _{3,2kPa} @ 60°C	3	94,5	97,0	94,7																
Etter lagringsforsøk, tubetest	Mykningspunk, topp	12	69,9	72,6	73,2	70	72,8	<u>76,8</u>		74,6	71,2	71,2	67,8	70,7	73,3					
	Mykningspunk, bunn	12	<u>70,0</u>	73,0	72,9	71	72,0	<u>77,1</u>		74,7	71,5	70,6	<u>66,6</u>	70,7	72,7					
	Lagringsstabilitet	12	-0,05	-0,4	0,4	-1,00	0,8	-0,3		-0,1	-0,3	0,6	1,2	0,0	0,6					
	G* @ 60°C, topp	4	3,27	2,80	2,80	4,10														
	δ @ 60°C, topp	4	65,0	64,8	65,7	63,2														
	G* @ 60°C, bunn	4	3,23	2,78	2,73	3,99														
	δ @ 60°C, bunn	4	65,1	64,8	65,2	62,8														
	Jnr _{0,1kPa} @ 60°C, topp	3	0,127	0,094	0,172															
	R % _{0,1kPa} @ 60°C, topp	3	92,4	95,0	90,0															
	Jnr _{3,2kPa} @ 60°C, topp	3	0,112	0,068	0,077															
	R % _{3,2kPa} @ 60°C, topp	3	93,1	96,1	95,1															
	Jnr _{0,1kPa} @ 60°C, bunn	3	0,122	0,063	0,170															
	R % _{0,1kPa} @ 60°C, bunn	3	92,9	95,2	90,0															
	Jnr _{3,2kPa} @ 60°C, bunn	3	0,104	0,066	0,076															
R % _{3,2kPa} @ 60°C, bunn	3	93,7	96,2	95,2																
Etter korttidsaldring, RTFOT	Endring i masse	5	-0,001		0,045	0,00	-0,04		-0,01											
	Målt mykningspunk	5	72,1		75,3	73,9	73,9		74,8											
	Endring i mykningspunk	5	-3,7		2,00	-1,1	-1,5		-4,3											
	Målt penetrasjon ved 25°	5	55		53	55	55		49											
	Bevaring av penetrasjon	5	67,6		67,0	68,8	67,8		66,7											
	G* @ 60°C	3	5,79		4,81	6,38														
	δ @ 60°C	3	64,8		65,3	63,9														
	Jnr _{0,1kPa} @ 60°C	2	0,113		0,186															
	R % _{0,1kPa} @ 60°C	2	88,1		83,2															
	Jnr _{3,2kPa} @ 60°C	2	0,102		0,098															
R % _{3,2kPa} @ 60°C	2	89,4		90,8																

Tabell 3 Statistisk behandling av resultater for PMB 1

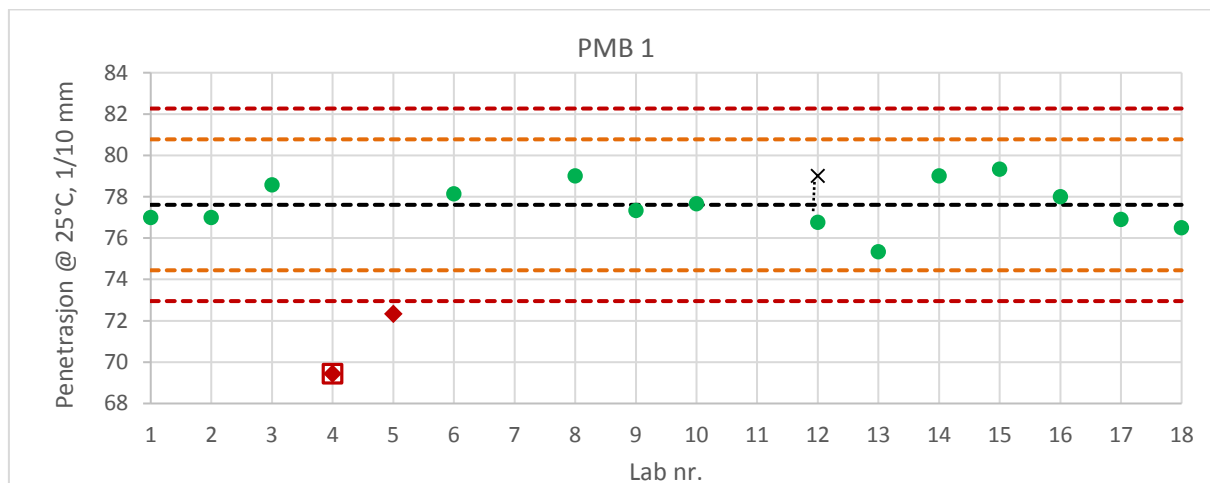
PMB 1	Metode	Antall resultat	Middel	Standardavvik, s_1	Ringanalysens R_1'	Standardens R	Beregningsgrunnlag i standard
Fersk prøve	Penetrasjon @ 25 °C	14	77,6	1,13	3,2	4,7	0,06
	Mykningspunkt i glycerol	17	84,9	1,25	3,5	5,5	
	Elastisk tilbakegang 10 °C	7	88,6	0,96	2,7	6,2	0,07
	Kohesjon @ 10°C	6	1,6	0,37	1,0	0,52	0,33
	G* @ 60 °C	4	5,0	0,71	2,0	0,50	0,10
	δ @ 60 °C	4	61,8	1,44	4,0	3,1	0,05
	Jnr _{3,2kPa} @ 60 °C	3	0,035	0,007	0,02	0,02	0,43
	R % _{3,2kPa} @ 60 °C	3	96,5	0,36	1,0	12	0,12
Etter lagringsforsøk, tubetest	Mykningspkt, topp	12	84,4	1,6	4,5	5,5	
	Mykningspkt, bunn	12	84,6	1,5	4,2	5,5	
	Lagringsstabilitet	12	-0,25	0,70	2,0		
	G* @ 60 °C, topp	4	4,8	0,2	0,60	0,48	0,10
	δ @ 60°C, topp	4	59,1	1,1	3,2	3,0	0,05
	G* @ 60 °C, bunn	4	4,62	0,41	1,1	0,46	0,10
	δ @ 60 °C, bunn	4	59,1	1,2	3,4	3,0	0,05
	Jnr _{3,2kPa} @ 60 °C, topp	3	0,029	0,001	0,004	0,012	0,43
	R % _{3,2kPa} @ 60 °C, topp	3	96,8	0,38	1,06	12	0,12
	Jnr _{3,2kPa} @ 60 °C, bunn	3	0,029	0,003	0,007	0,012	0,43
	R % _{3,2kPa} @ 60 °C, bunn	3	97,0	0,29	0,81	12	0,12
	Etter korttidsaldring, RTFOT	Endring i masse	7	0,024	0,023	0,07	0,20
Mykningspkt, glycerol		5	70,7	5,49	15,4	5,5	
Endring i mykningspkt, glycerol		5	-13,7	5,21	14,6	4,0	
Målt penetrasjon		7	61,6	3,55	9,9	3,7	0,06
Bevaring av penetrasjon		6	78,5	2,34	6,5	10	
G* @ 60 °C		3	7,7	0,80	2,2	0,77	0,10
δ @ 60 °C		3	62,9	0,33	0,9	3,1	0,05
Jnr _{3,2kPa} @ 60 °C		2	0,52	0,22	0,6	0,22	0,43
R % _{3,2kPa} @ 60 °C		2	45,9	18	49	5,5	0,12

Tabell 4 Statistisk behandling av resultater for PMB 2

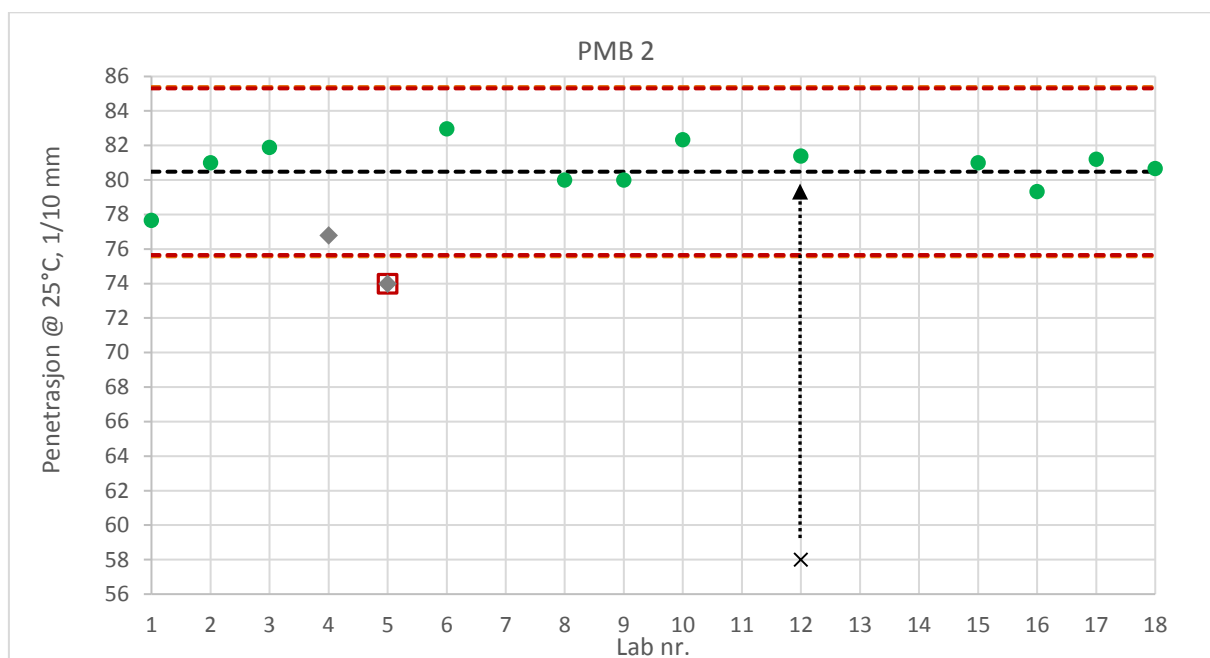
PMB 2	Metode	Antall resultat	Middel	Standard-avvik, s_2	Ringanalysens R_2'	Standardens R	Beregnings-grunnlag i standard
Fersk prøve	Penetrasjon @ 25°C	13	80,5	1,75	4,9	4,8	0,06
	Mykningspunkt i vann	16	74,9	1,31	3,7	3,5	
	Elastisk tilbakegang 10 °C	6	79,0	0,42	1,2	5,5	0,07
	Kohesjon @ 10 °C	6	2,5	0,55	1,5	0,81	0,33
	G^* @ 60°C	4	3,36	0,56	1,6	0,34	0,10
	δ @ 60°C	4	65,5	1,36	3,8	3,3	0,05
	$Jnr_{3,2kPa}$ @ 60 °C	3	0,07	0,020	0,06	0,03	0,43
	$R \%_{3,2kPa}$ @ 60 °C	3	95,4	1,36	3,8	11	0,12
Etter lagringsforsøk, tubetest	Mykningspkt, topp	12	72,0	2,39	6,7	3,5	
	Mykningspkt, bunn	12	71,9	2,59	7,2	3,5	
	Lagringsstabilitet	12	0,30	0,61	1,7		
	G^* @ 60 °C, topp	4	3,2	0,61	1,7	0,32	0,10
	δ @ 60°C, topp	4	64,7	1,06	3,0	3,2	0,05
	G^* @ 60 °C, bunn	4	3,18	0,58	1,6	0,32	0,10
	δ @ 60 °C, bunn	4	64,5	1,122	3,1	3,2	0,05
	$Jnr_{3,2kPa}$ @ 60 °C, topp	3	0,09	0,02	0,07	0,037	0,43
	$R \%_{3,2kPa}$ @ 60 °C, topp	3	94,8	1,50	4,2	11	0,12
	$Jnr_{3,2kPa}$ @ 60 °C, bunn	3	0,08	0,020	0,055	0,035	0,43
	$R \%_{3,2kPa}$ @ 60 °C, bunn	3	95,0	1,26	3,5	11	0,12
Etter korttidsaldring, RTFOT	Endring i masse	5	-0,0003	0,030	0,08	0,20	
	Mykningspkt, vann	5	74,0	1,2	3,4	3,5	
	Endring i mykningspkt, vann	5	-1,7	2,5	7,0	2,0	
	Målt penetrasjon	5	53,5	2,5	6,9	3,2	0,06
	Bevaring av penetrasjon	5	67,6	0,80	2,2	10	
	G^* @ 60 °C	3	5,7	0,79	2,2	0,57	0,10
	δ @ 60 °C	3	64,7	0,71	2,0	3,2	0,05
	$Jnr_{3,2kPa}$ @ 60 °C	2	0,10	0,003	0,01	0,04	0,43
	$R \%_{3,2kPa}$ @ 60 °C	2	90,1	0,98	2,8	11	0,12

●	Aksepterte verdier	-----	Middelverdi
□	Forkastet etter Mandels	-----	Middelverdi etter forkasting
□	Tvilsom etter Mandels	- - - - -	$\pm R'$ i ringtesten
◆	Forkastet etter Grubbs	- - - - -	$\pm R$ i teststandarden
◆	Tvilsom etter Grubbs	×	Lav temp ved støping

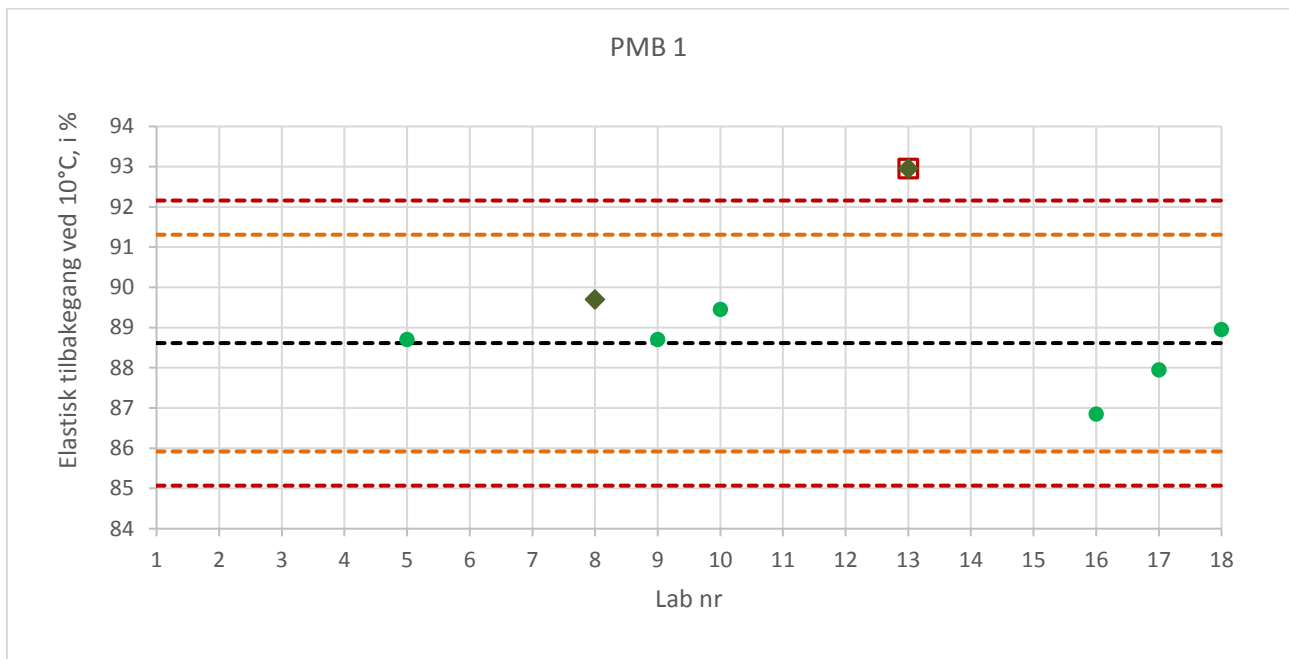
Figur 1. Følgende merking gjelder for alle figurene. Med aksepterte verdier menes målte verdier som verken er forkastet eller vurdert som tvilsom.



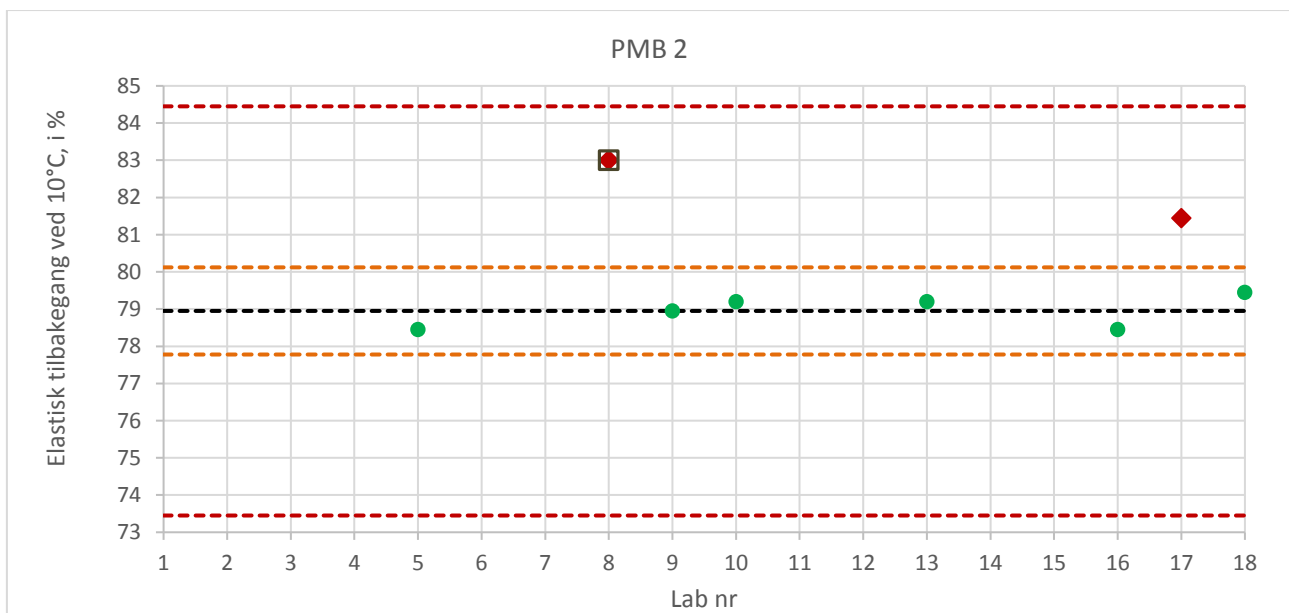
Figur 2 16 laboratorier deltok med penetrasjon på PMB 1. Resultatet fra lab 4 ble forkastet etter Mandels h-verdi, og etter Grubbs dobbel ble også lab 5 forkastet. Begge disse laboratoriene benyttet manuell plassering av nålen. Lab 12 hadde smeltet prøven ved 150°C, og ble derfor bedt om å gjøre testen på nytt, med prøvepreparering ved 180°C (se ytterligere forklaring på side 5). Begge resultatene er tatt med i figuren, men det første er ikke tatt med i Tabell 1 og heller ikke i den statistiske behandlingen av resultatene.



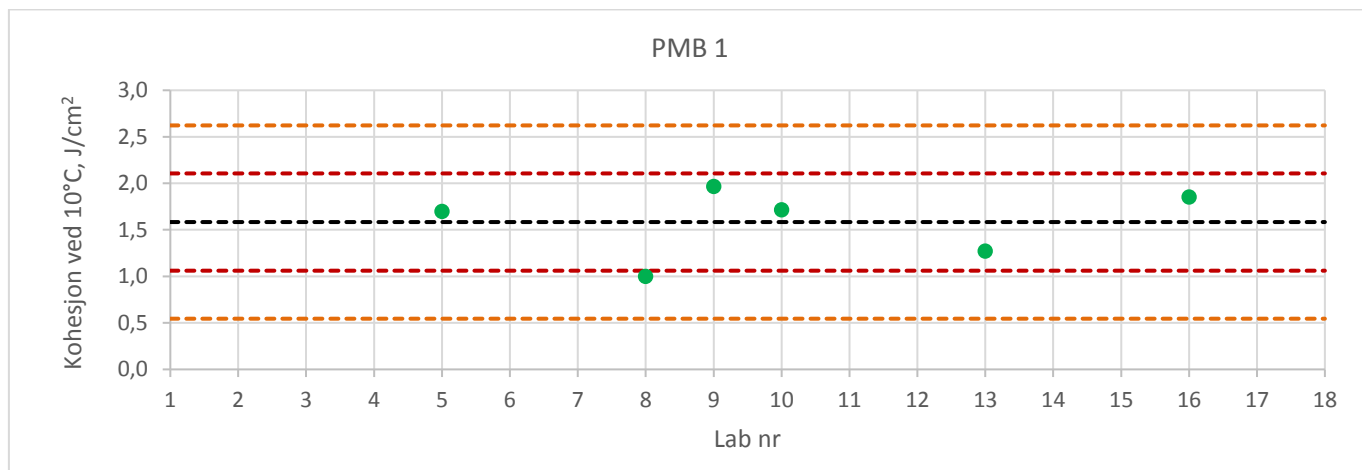
Figur 3 14 laboratorier deltok med penetrasjon på PMB 2. Resultatet fra lab 5 ble forkastet som følge av Mandels h-verdi. Etter Grubbs dobbel ble resultatet fra lab 5 og 4 vurdert som tvilsomme. Som allerede nevnt i Figur 2 benyttet begge disse laboratoriene manuell plassering av nålen. Lab 12 hadde smeltet prøven ved 150°C, og ble derfor bedt om å gjøre testen på nytt, med prøvepreparering ved 180°C (se ytterligere forklaring på side 5).



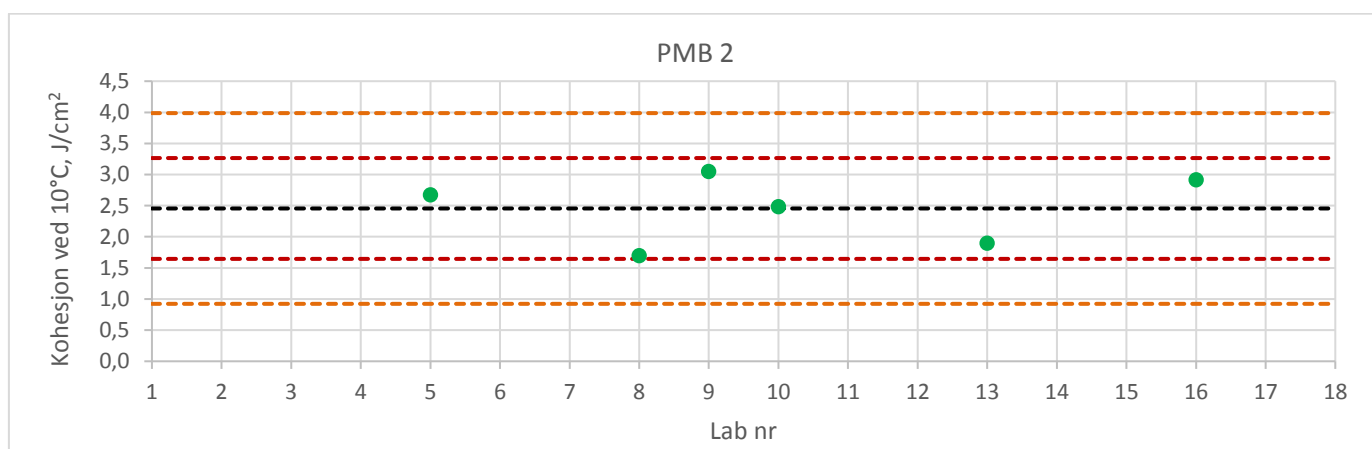
Figur 4 8 laboratorier deltok med elastisk tilbakegang på PMB 1. Resultatet fra lab 13 ble forkastet etter Mandel's h-verdi.



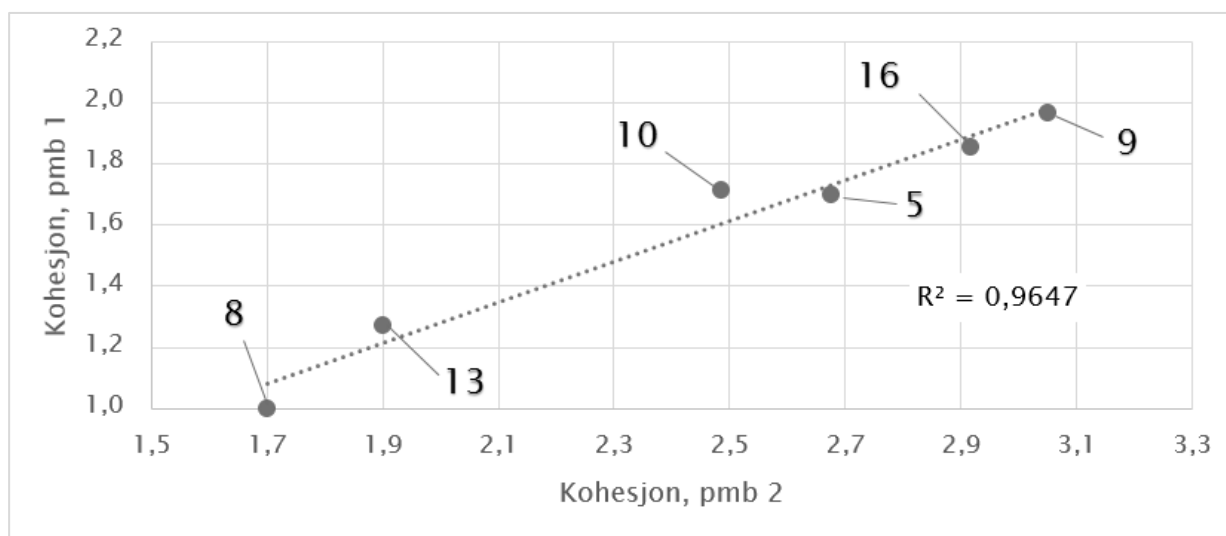
Figur 5 8 laboratorier deltok med elastisk tilbakegang på PMB 2. Resultatene fra lab 8 og 17 ble forkastet etter Grubbs dobbel. (Lab 17 ble ikke bedt om å kjøre elastisk tilbakegang på nytt.)



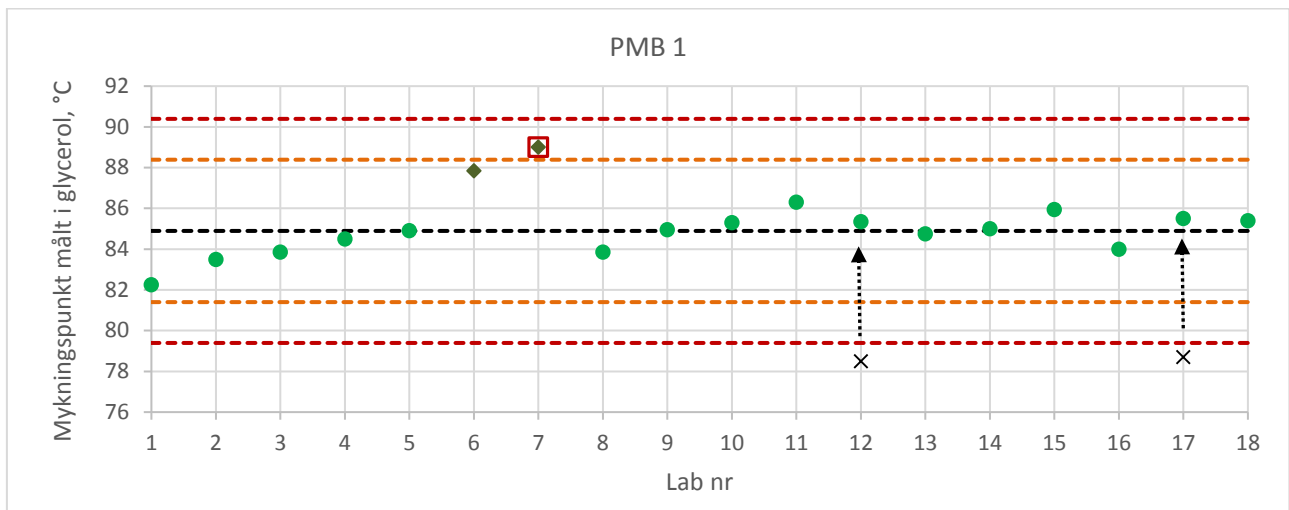
Figur 6 6 laboratorier deltok med kohesjon på PMB 1. Ingen verdier ble forkastet som følge av den statistiske analysen, men spredningen i resultatene er mistenkelig stor. Standardavviket for ringanalysen er betydelig større enn standardavviket som er oppgitt i standarden.



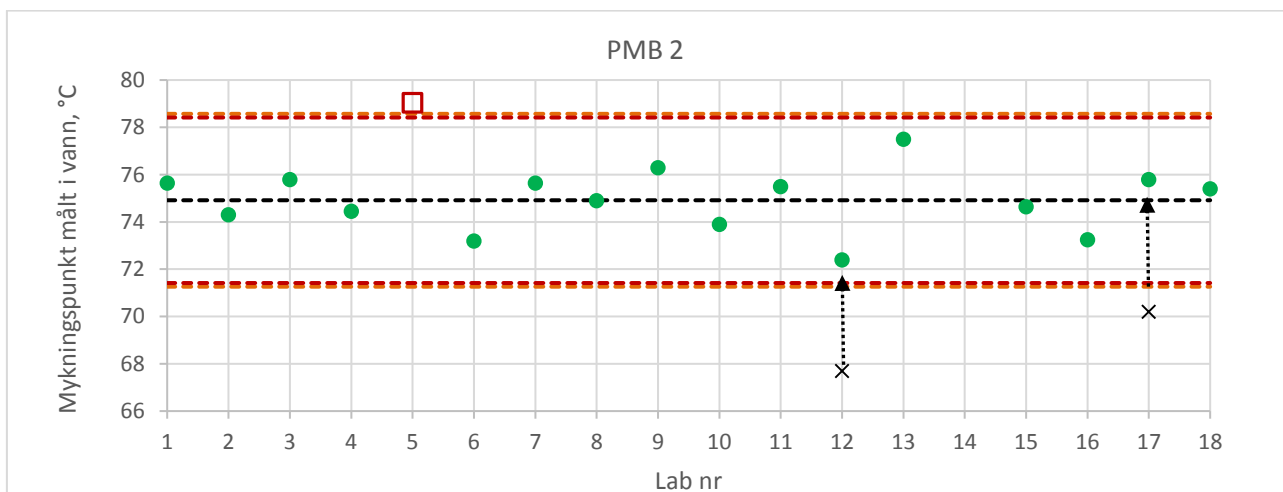
Figur 7 6 laboratorier deltok med kohesjon på PMB 2. Ingen verdier ble forkastet som følge av den statistiske analysen, men spredningen i resultatene er mistenkelig stor. Standardavviket for ringanalysen er betydelig større enn standardavviket som er oppgitt i standarden.



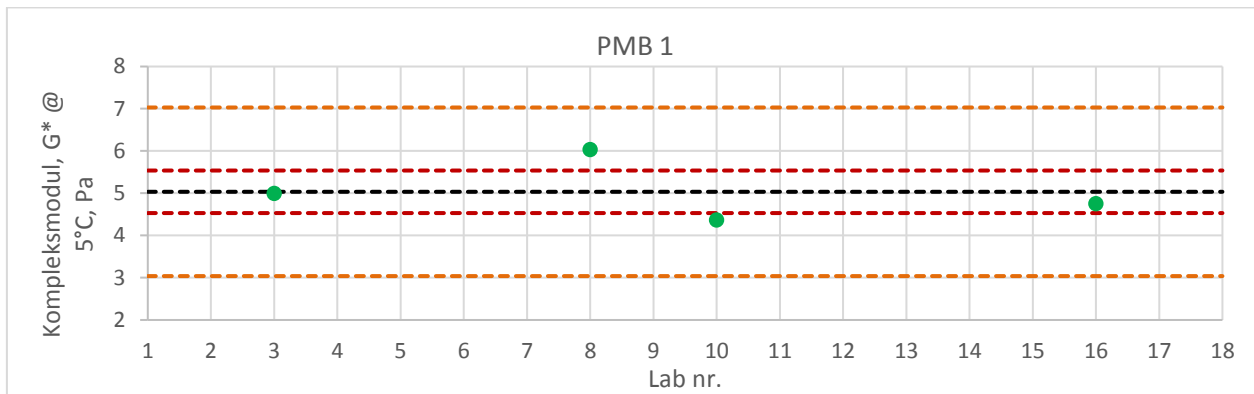
Figur 8 Grafisk framstilling av kohesjonsverdiene for den ene prøven mot den andre for hvert av laboratoriene. Det er god korrelasjon mellom verdiene, noe som tyder på at det er en systematisk feil som forårsaker den dårlige reproduserbarheten for denne testmetoden. Videre oppfølging av denne metoden burde derfor kunne gi svar på hva som er årsaken.



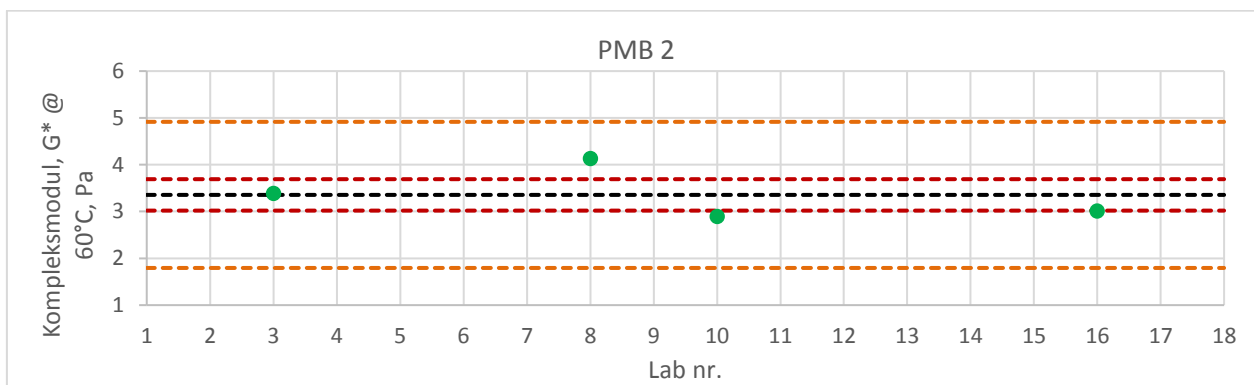
Figur 9 18 laboratorier deltok med mykningspunkt på fersk prøve av PMB 1. Resultatet fra lab 7 ble forkastet etter Mandels h-verdi. En gjennomgang av utførelsen ved lab 7 viste at testprøven ikke ble temperert riktig før selve analysen ble startet. Resultatene etter lav temperatur ved støping ved lab 12 og 17 er vist grafisk i denne figuren, men inngår verken i tabell 1 eller i den statistiske analysen.



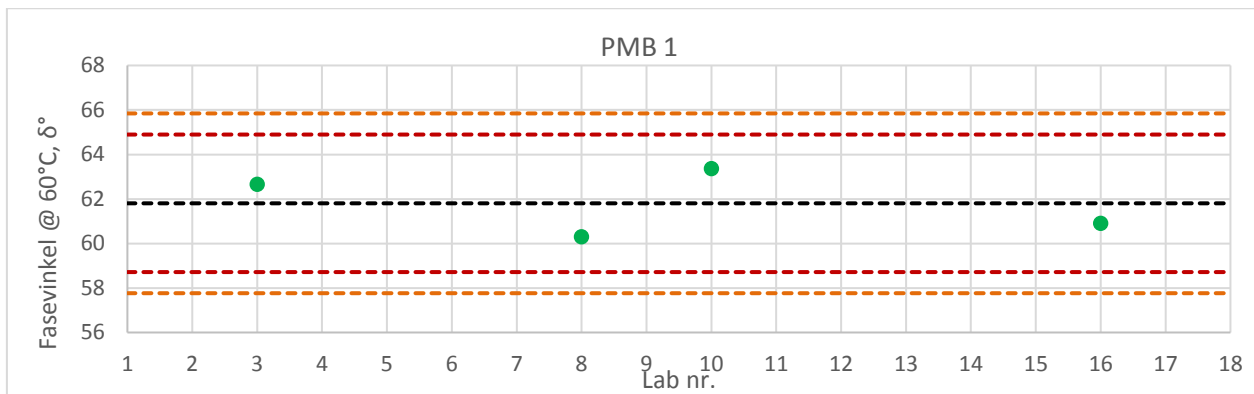
Figur 10 17 laboratorier deltok med mykningspunkt på fersk prøve av PMB 2. (Lab 14 mangler.) Resultatet fra lab 5 ble forkastet. Ved lab 7 ble heller ikke PMB 2 (som PMB 1) riktig temperert før selve mykningspunktanalysen ble startet. Men for denne prøven avviker ikke resultatet fra lab 7 fra gjennomsnittet. Resultatene etter lav temperatur ved støping ved lab 12 og 17 er vist grafisk i denne figuren, men inngår verken i tabell 1 eller i den statistiske analysen. At reproduserbarheten i ringanalysen er dårligere enn reproduserbarheten gitt i standarden viser at det er grunn til å se nærmere på utførelse for denne testmetoden.



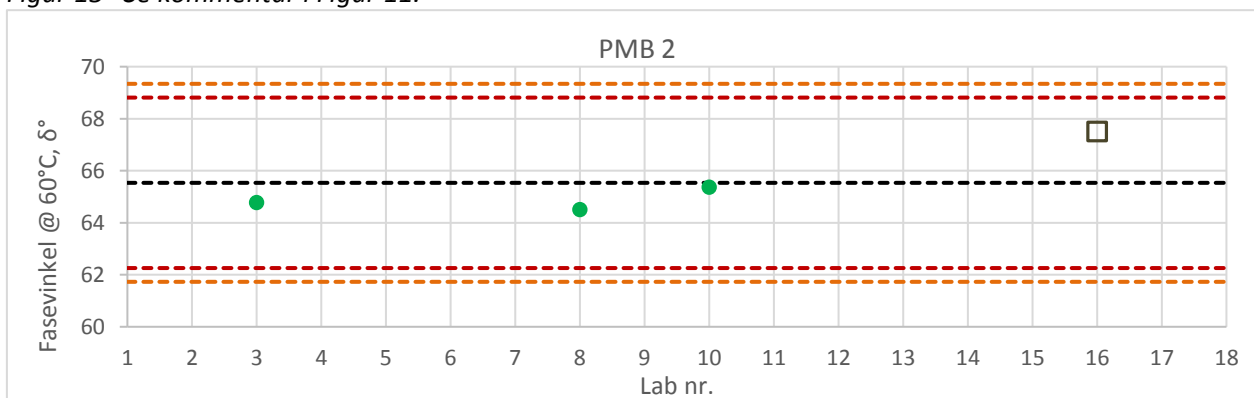
Figur 11 Det var bare 4 laboratorier som deltok i måling av kompleksmodul og fasevinkel ved bruk av reometer. Spredningen mellom laboratoriene er urovekkende stor i forhold til reproduserbarheten som er oppgitt i teststandarden. Det bør derfor sees nærmere på utførelse av denne typen analyser.



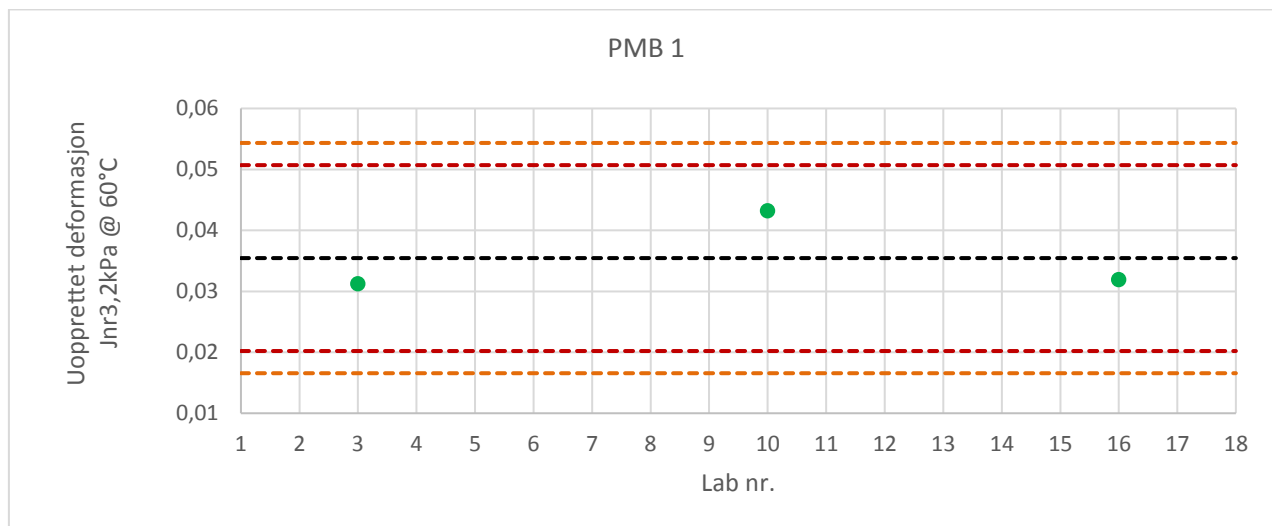
Figur 12 Se kommentar i Figur 11.



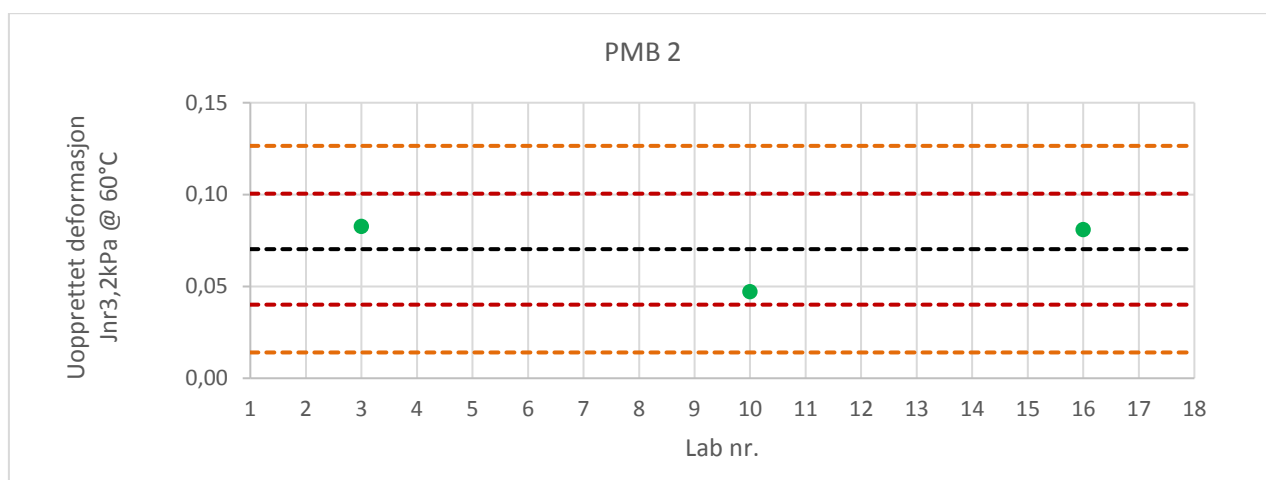
Figur 13 Se kommentar i Figur 11.



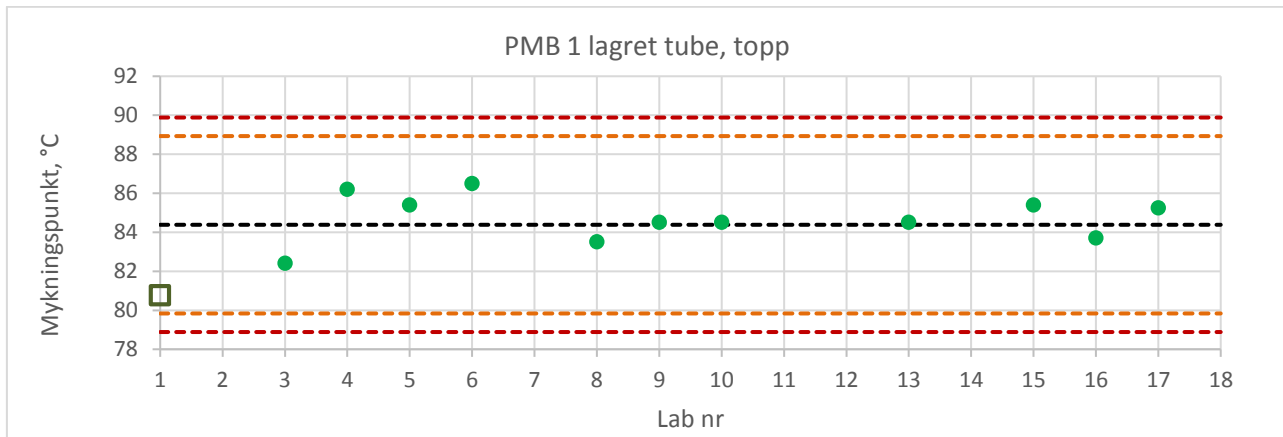
Figur 14 Se kommentar i Figur 11.



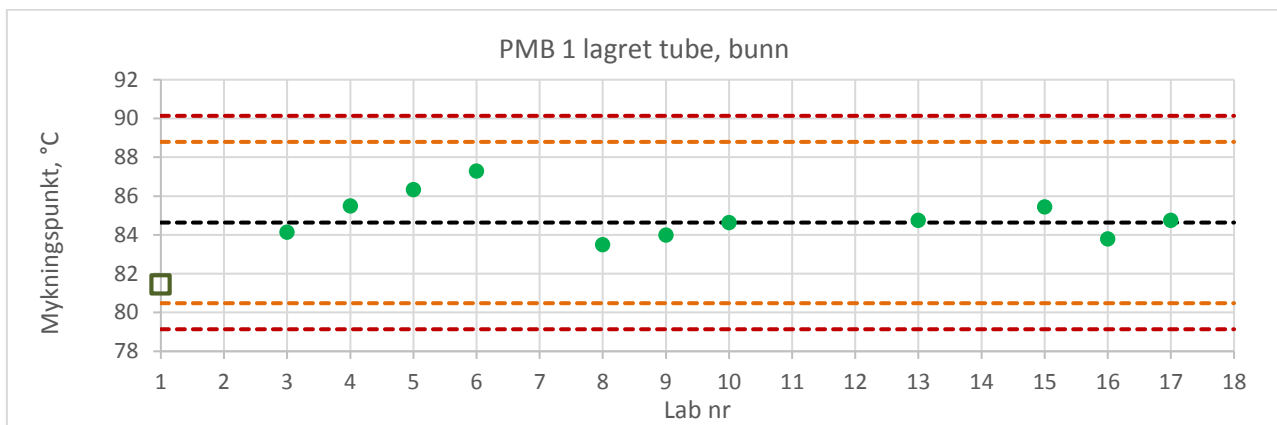
Figur 15 Det var bare 3 laboratorier som deltok med MSCRT. Standardavviket ble stort, og det er god grunn til å se nærmere på hvordan testen utføres.



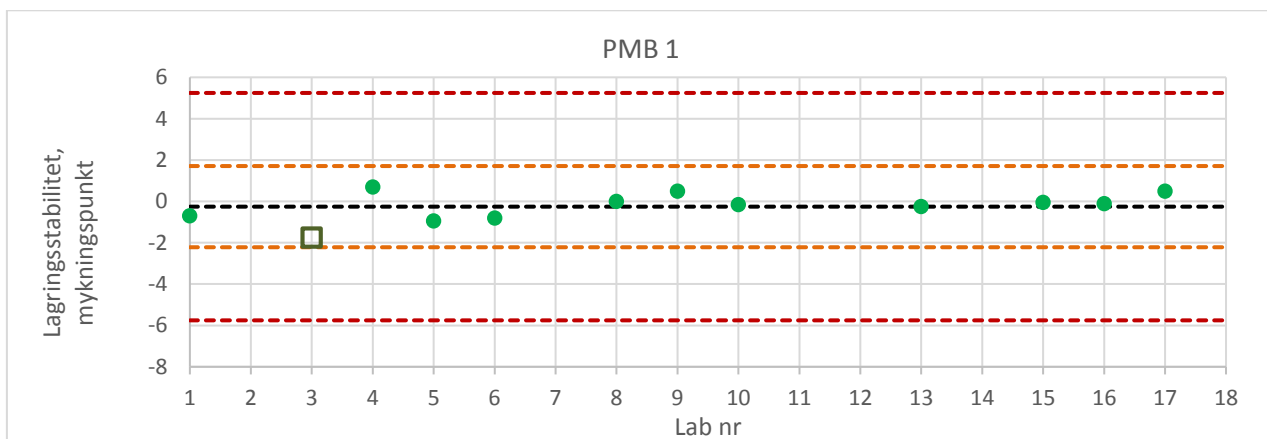
Figur 16 Se kommentar til Figur 15.



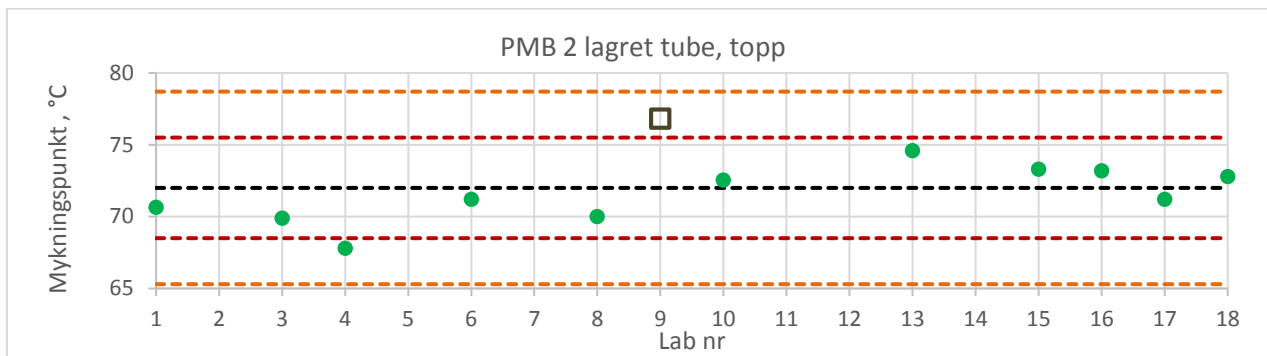
Figur 17 12 laboratorier deltok med mykningspunkt på lagret prøve. Ingen av resultatene ble forkastet. Reproduserbarheten fra teststandard gjelder for mykningspunkt, og tar ikke høyde for reproduserbarheten til lagringsmetoden, da den ikke er oppgitt i standarden.



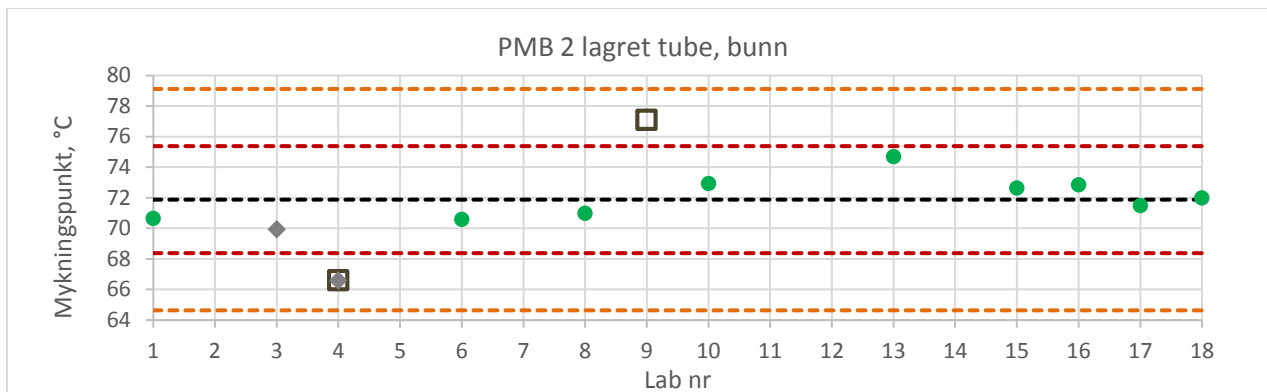
Figur 18 Se kommentaren i Figur 17.



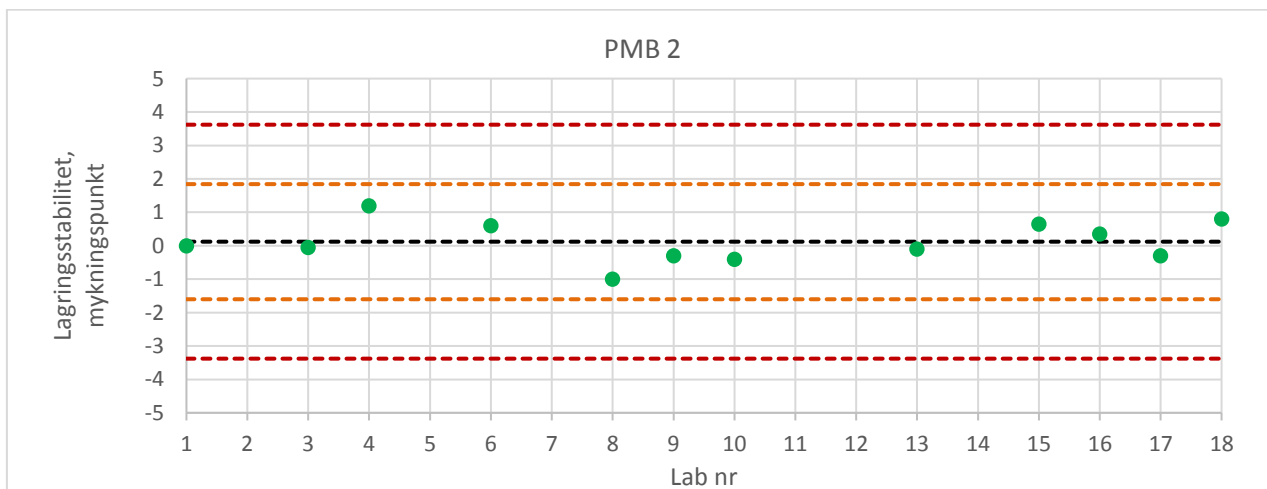
Figur 19 12 laboratorier deltok med lagringsstabilitet på PMB 1. Ingen resultater ble forkastet, og reproduserbarheten er god.



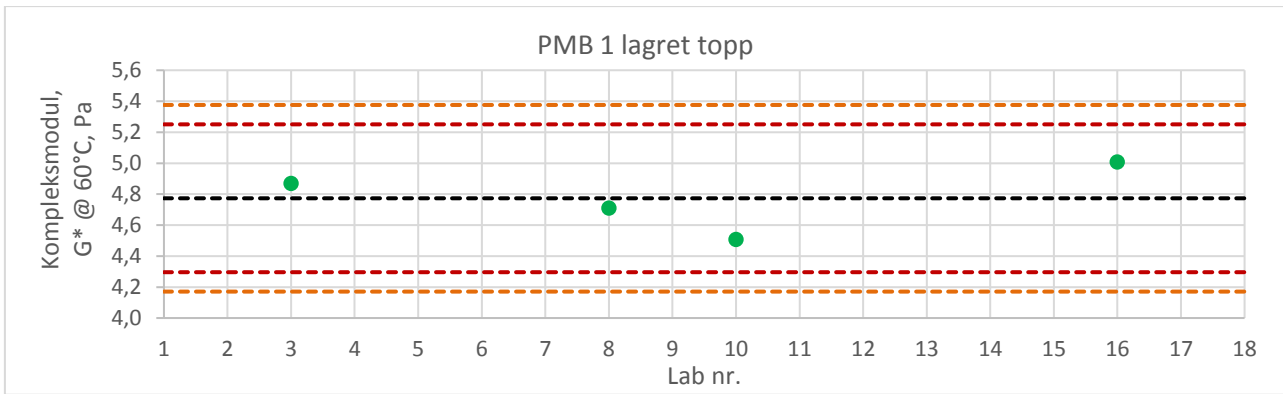
Figur 20 Se kommentaren i Figur 17.



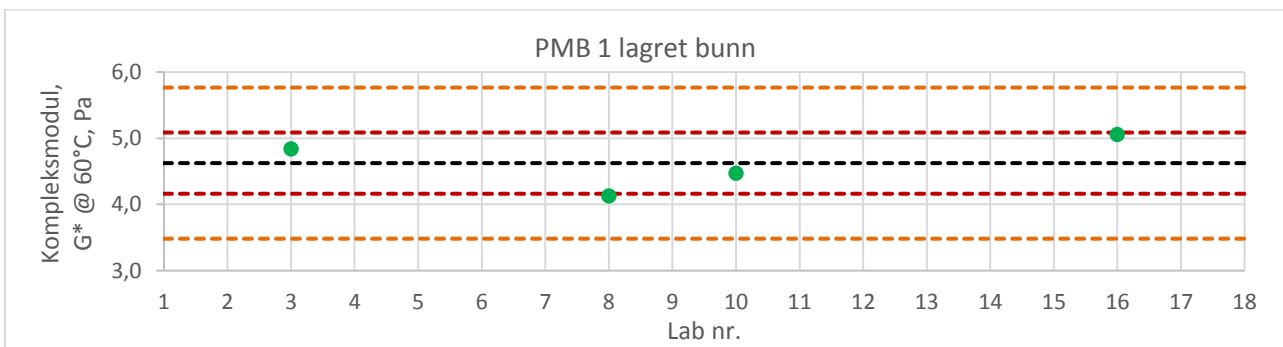
Figur 21 Se kommentaren i Figur 17.



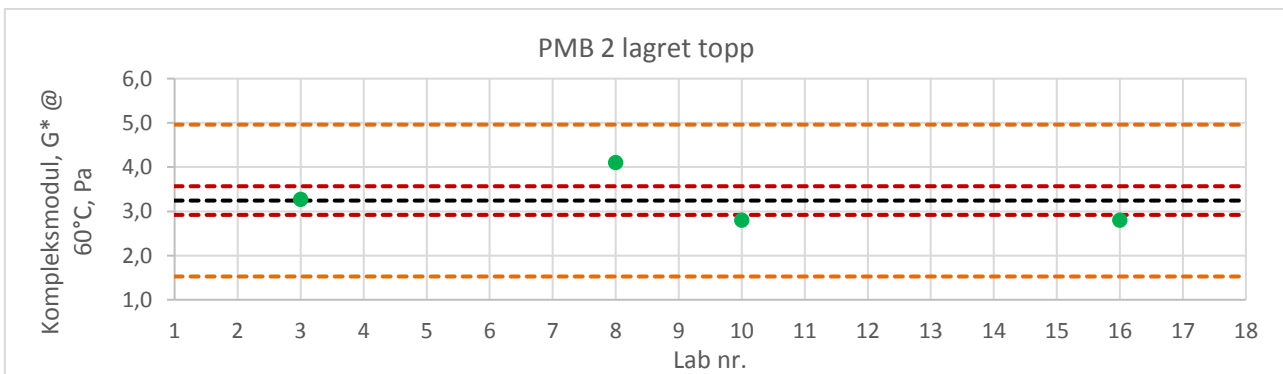
Figur 22 12 laboratorier deltok med lagringsstabilitet på PMB 2. Ingen resultater ble forkastet, og reproduserbarheten er god.



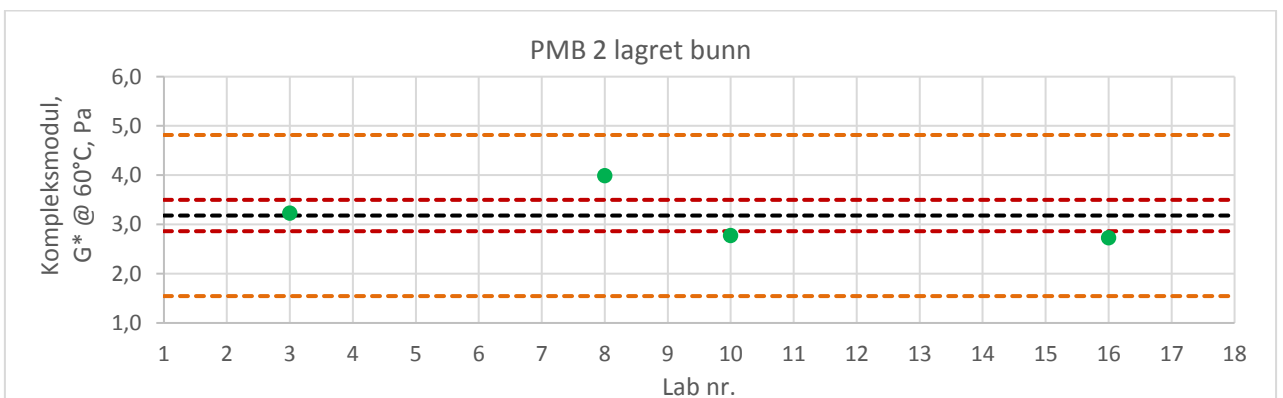
Figur 23 Det var bare 4 laboratorier som deltok i måling av kompleksmodul og fasevinkel på lagret prøve. Som for forsk prøve er spredningen mellom laboratoriene er urovekkende stor i forhold til reproduserbarheten som er oppgitt i teststandard.



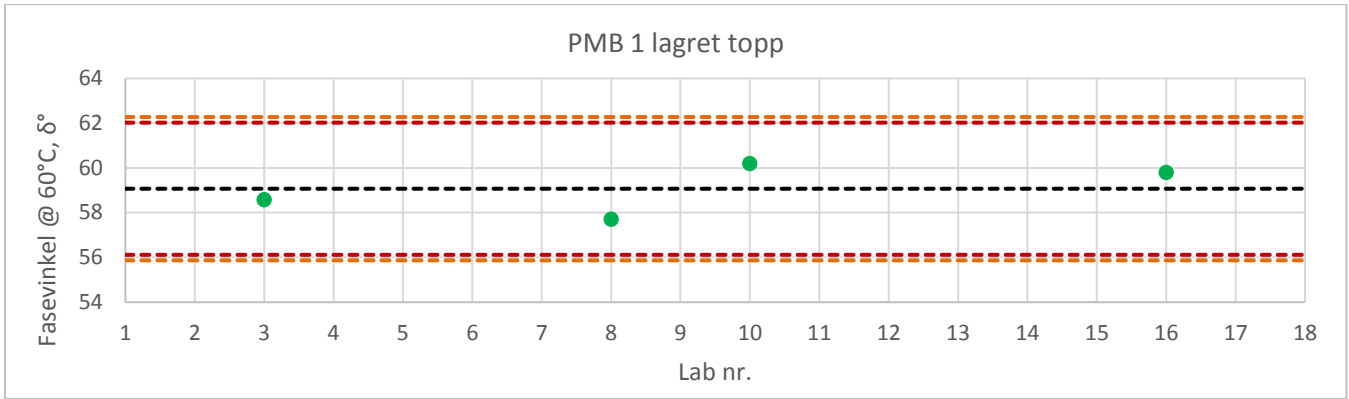
Figur 24 Se kommentar i Figur 23.



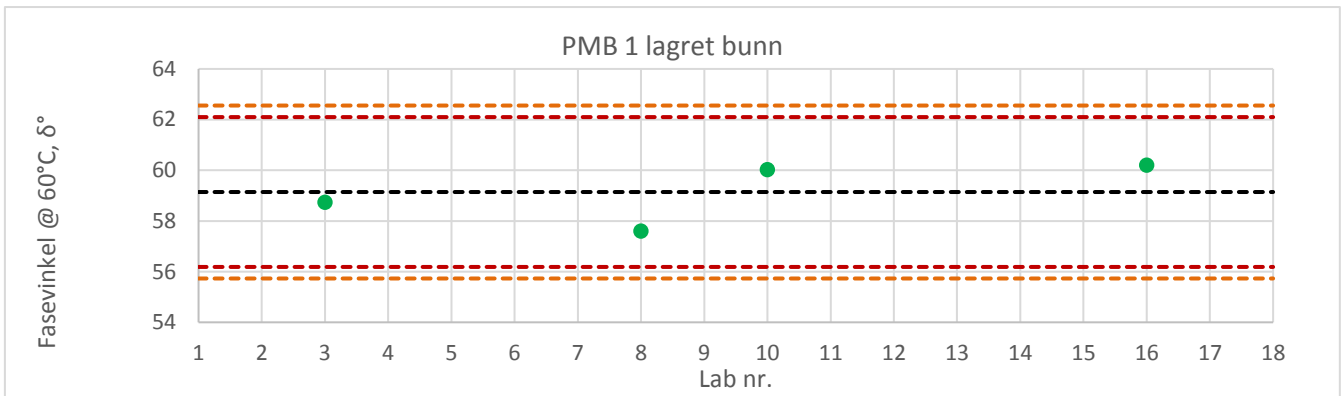
Figur 25 Se kommentar i Figur 23.



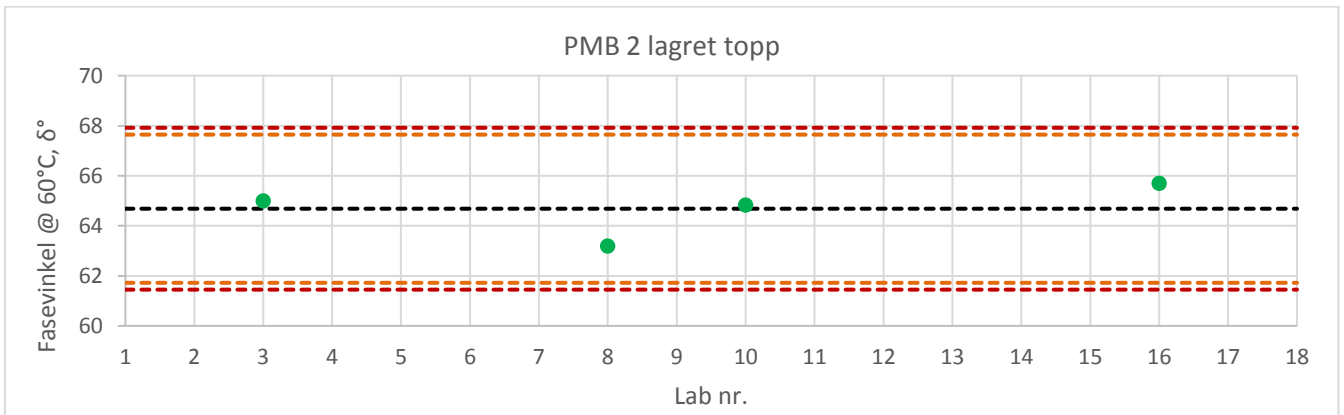
Figur 26 Se kommentar i Figur 23



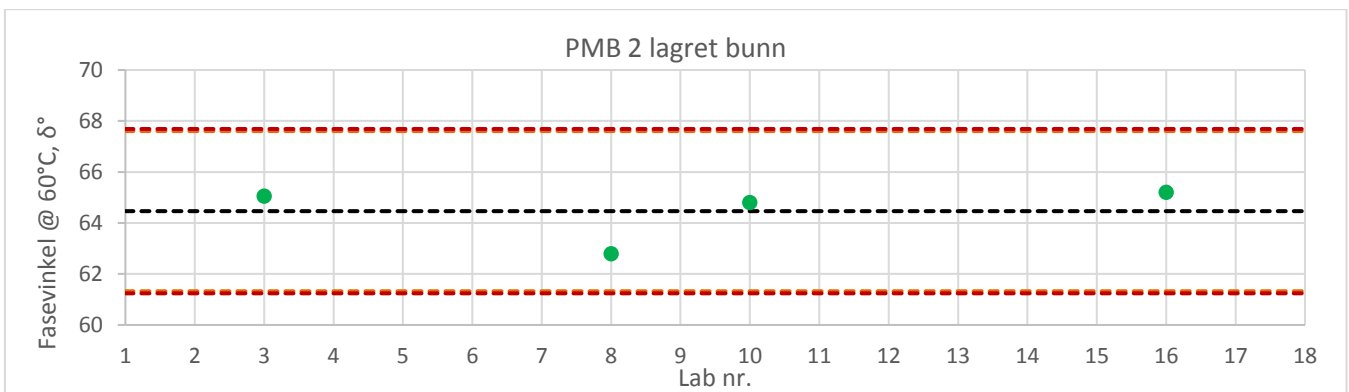
Figur 27 Se kommentar i Figur 23.



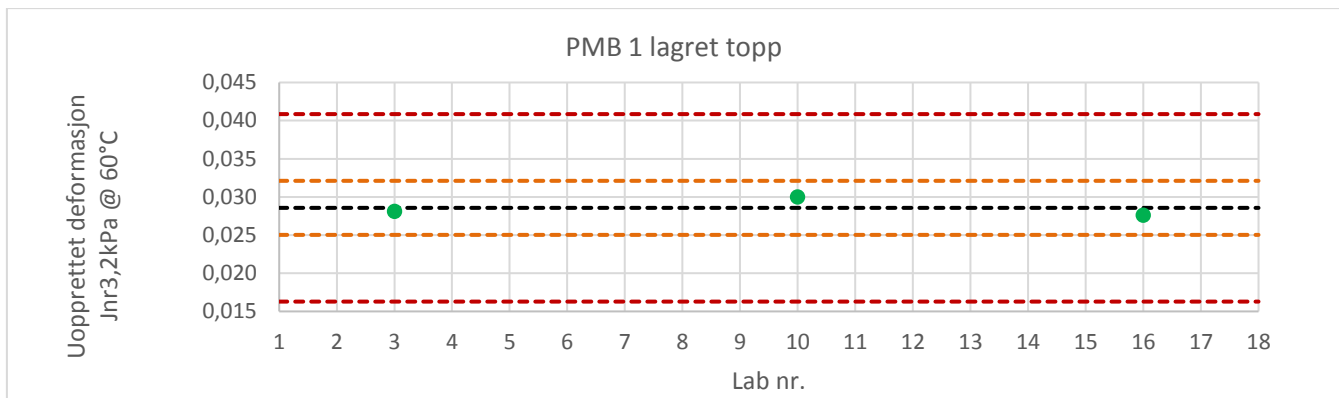
Figur 28 Se kommentar i Figur 23.



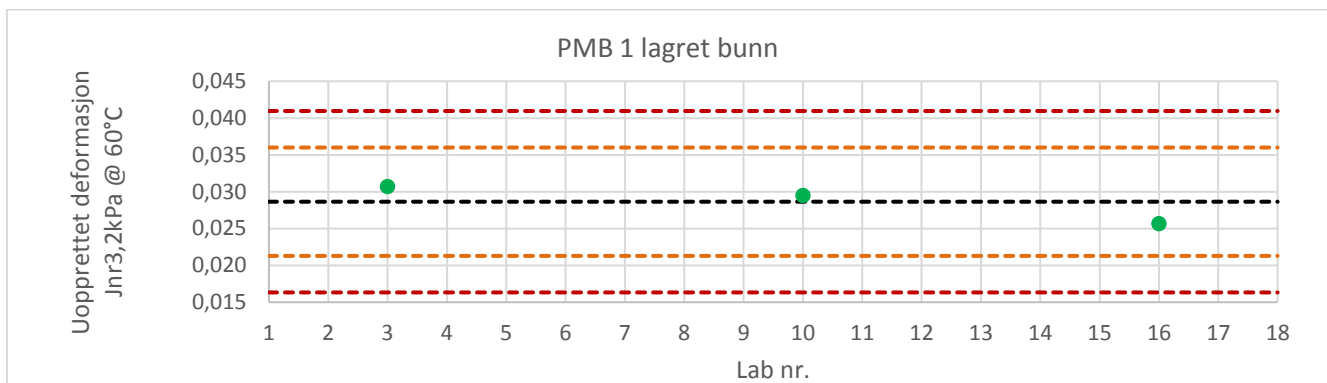
Figur 29 Se kommentar i Figur 23.



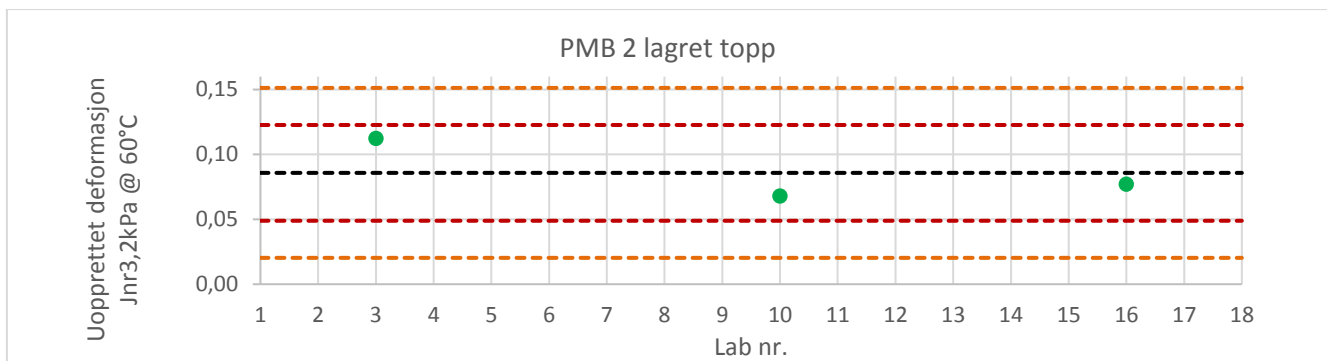
Figur 30 Se kommentar i Figur 23.



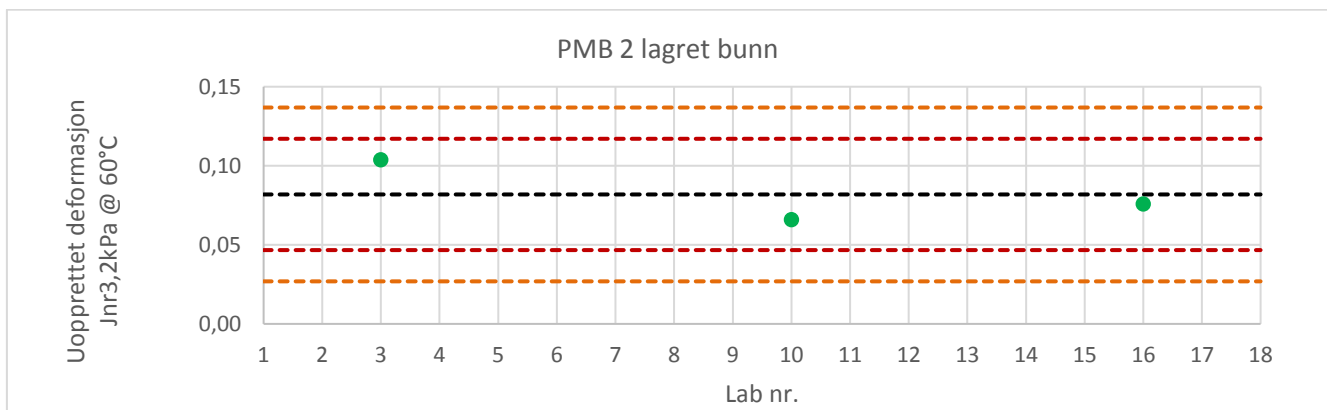
Figur 31 Bare 3 laboratorier deltok med MSCRT på lagrede prøver. Reproduserbarheten er bedre for PMB 1 enn den er for PMB 2.



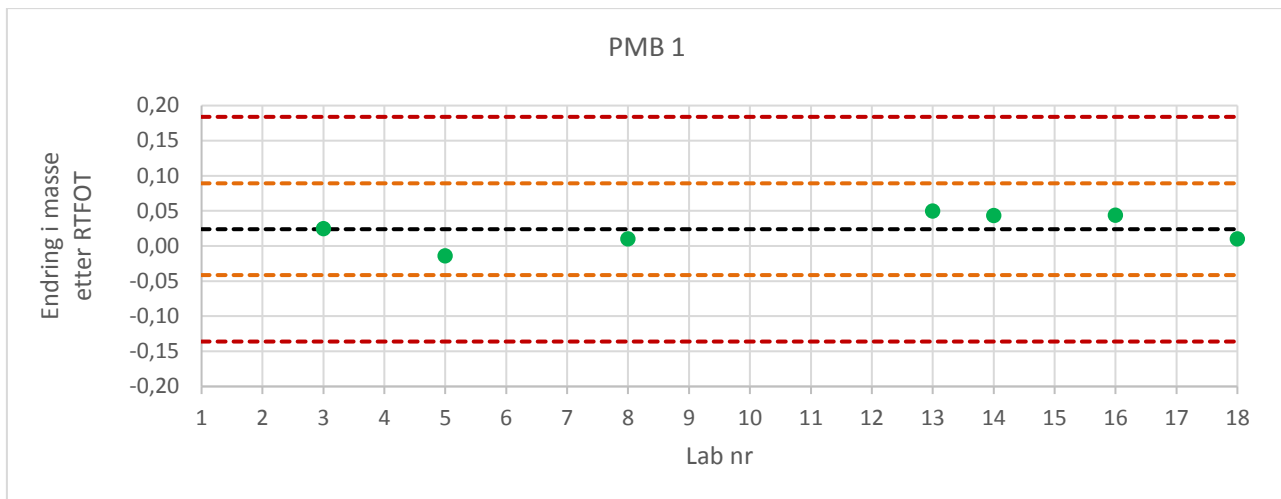
Figur 32 Se kommentar i Figur 31.



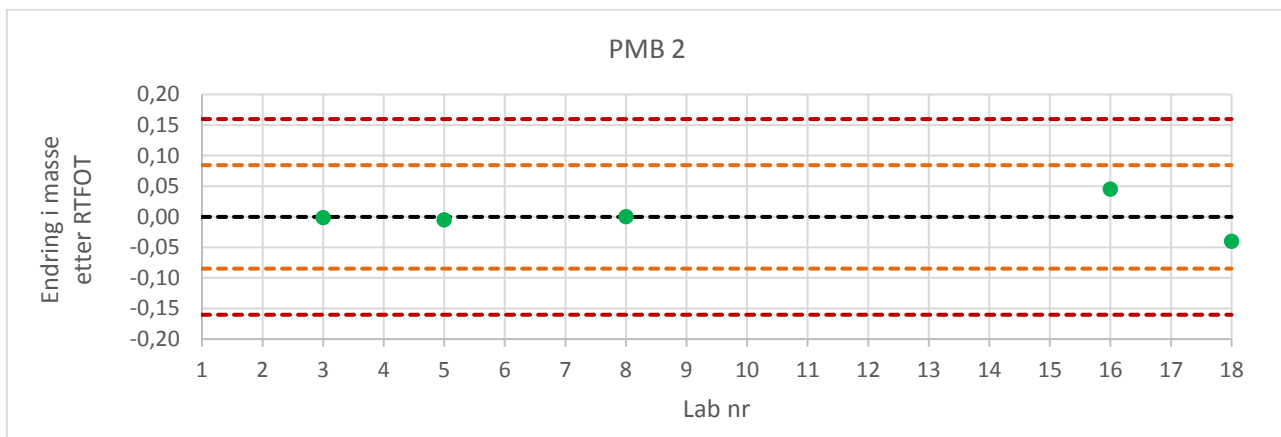
Figur 33 Se kommentar i Figur 31.



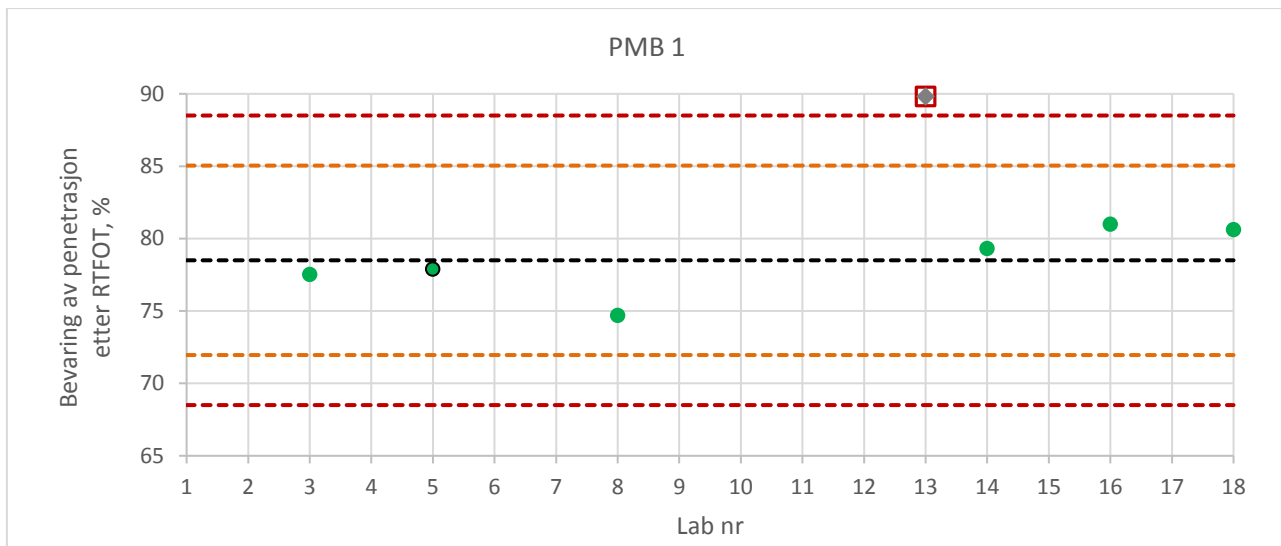
Figur 34 Se kommentar i Figur 31.



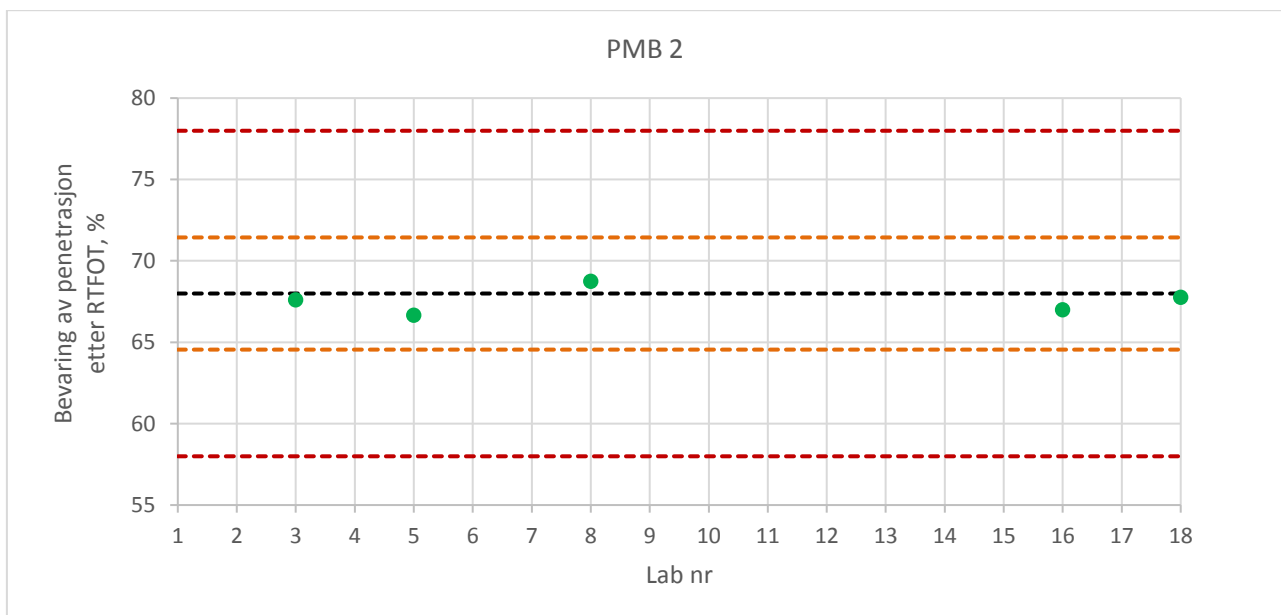
Figur 35 7 laboratorier deltok med endring i masse etter RTFOT på PMB 1. Ingen av resultatene ble forkastet, og reproduserbarheten i ringanalysen er veldig god.



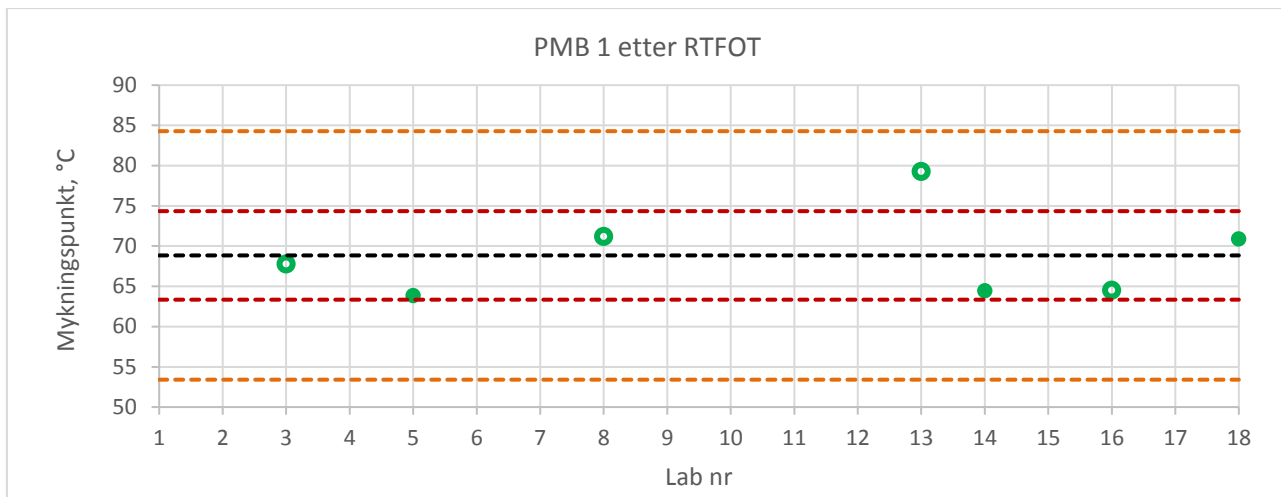
Figur 36 For PMB 2 deltok bare 5 laboratorier, ingen resultater ble forkastet og reproduserbarheten i ringanalysen var god også for PMB 2.



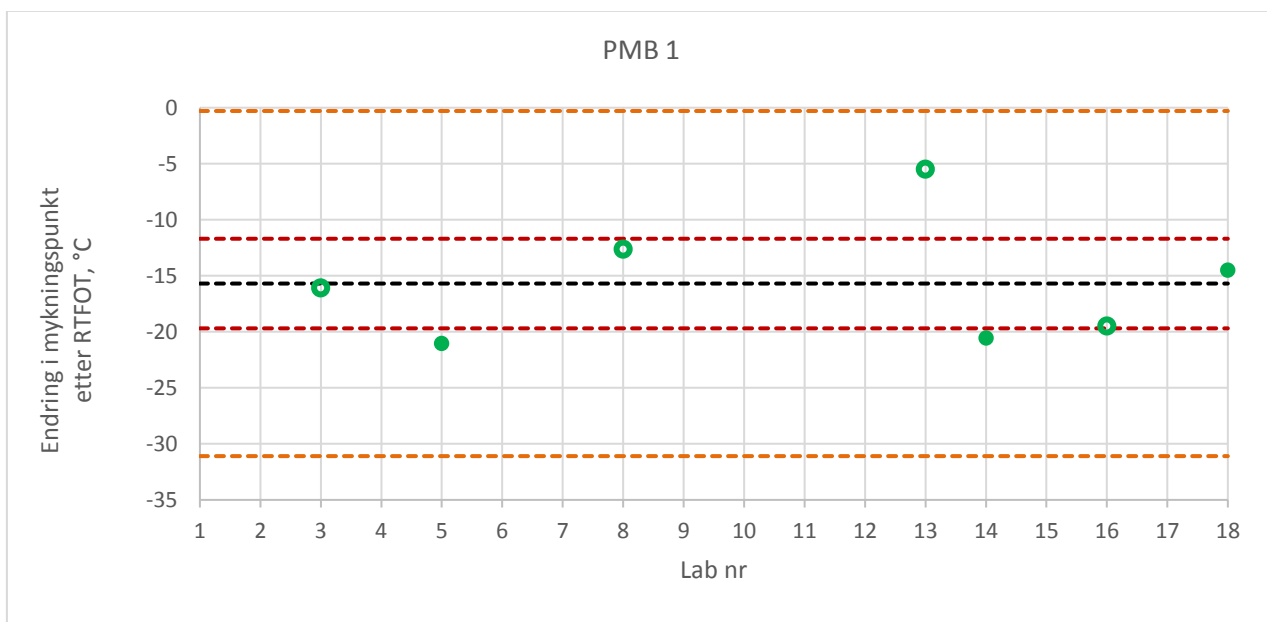
Figur 37 7 laboratorier deltok med penetrasjon etter RTFOT på PMB 1. Resultatet fra lab 13 ble forkastet etter Mandels h-verdi. Penetrasjon på fersk prøve fra lab 5 ble forkastet, fordi målt verdi var signifikant lavere enn de andre verdiene. Lab 5 skiller seg ikke ut ved bevart penetrasjon etter RTFOT, som følge av at begge verdiene er tilsvarende lave. Dette resultatet må likevel vurderes med tanke på avviket på penetrasjon på fersk prøve.



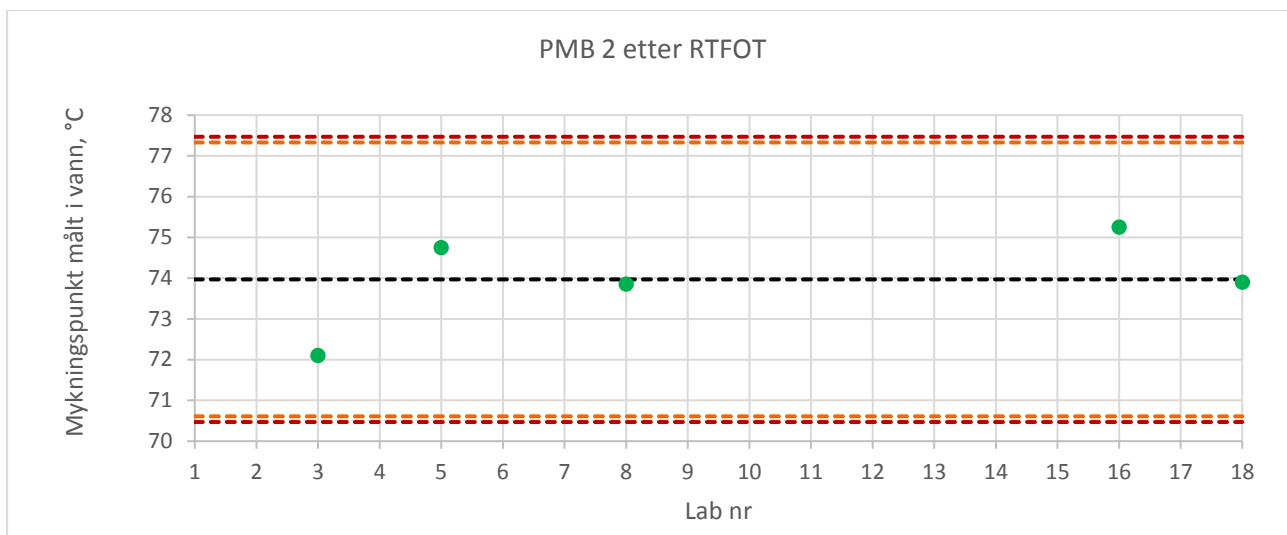
Figur 38 I motsetning til for PMB 1 deltok bare 5 laboratorier med bevaring av penetrasjon etter RTFOT på PMB 2. Ingen resultater ble forkastet og reproduserbarheten i ringanalysen er god.



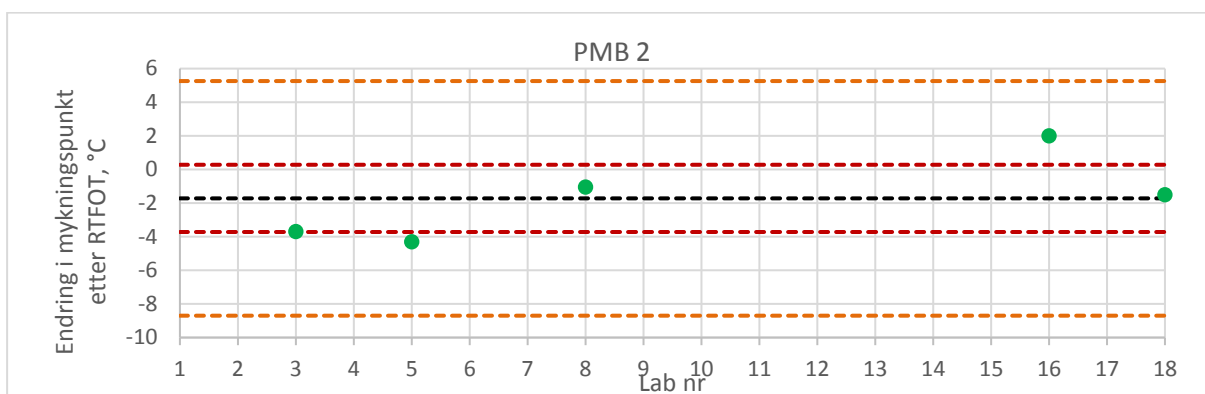
Figur 39 7 laboratorier deltok med mykningspunkt etter RTFOT, men på grunn av variasjon i utførelse er det ikke vurdert om verdiene er akseptable, tvilsomme eller om de skal forkastes. Se kommentar i Figur 40. Dersom mykningspunktet ligger rundt 80°C vil mykningspunktet ligge omtrent 4°C høyere når det er målt i glycerol kontra i vann. Lab 3, 8, 13 og 16 har analysert mykningspunkt for PMB 1 etter RTFOT i glycerol (grønn sirkel). Lab 5 og 18 har testet i vann (grønn prikk). Det er imidlertid ingen konsistent sammenheng mellom målt mykningspunkt og hvilken væske som er benyttet i badet. Dette tyder på at RTFOT-metoden gir stor spredning i resultatene.



Figur 40 7 laboratorier deltok med mykningspunkt etter RTFOT, men på grunn av variasjon i utførelse er det ikke vurdert om verdiene er akseptable, tvilsomme eller om de skal forkastes. Problemet er at fersk prøve hadde mykningspunkt over 80°C, og ble derfor analysert i glycerol, mens etter RTFOT lå mykningspunktet under 80°C, og skulle derfor, i henhold til teststandarden, vært analysert i vann. Rundt 80°C vil mykningspunktet ligge omtrent 4°C høyere når det er målt i glycerol kontra i vann. Dette vil ha betydning ved beregning av endring i mykningspunkt fra fersk til RTFOT-herdet prøve. Lab 3, 8, 13 og 16 har analysert mykningspunkt for PMB 1 etter RTFOT i glycerol (grønn sirkel). Lab 5 og 18 har testet i vann (grønn prikk). Lab 13 skiller seg uansett fra resten. Dette gjelder også for bevaring av penetrasjon etter RTFOT, hvilket tyder på at RTFOT-metoden avviker for lab 13. Lab 13 deltok ikke med PMB 2 etter RTFOT.



Figur 41 5 laboratorier deltok med mykningspunkt etter RTFOT på PMB 2. Alle målingene, både på fersk prøve og etter RTFOT, er utført i vann.



Figur 42 5 laboratorier deltok med mykningspunkt etter RTFOT på PMB 2. Reproduserbarheten er dårlig.

5 Oppsummering og videre arbeid

Nyttige observasjoner og erfaringer fra ringanalysen

Det er svært viktig å ha riktig temperatur under prøvepreparering av PMB!
Under forberedelsene ble kvaliteten på penetrasjonsnålene diskutert: er spissen hel eller skadet; er ståloverflaten ujevn; spissdiameter på nålen, skal den være avskåret eller avrundet?

Forskjellen ved måling av mykningspunkt med vann eller glycerol: gir MP i glycerol 4,0 °C høyere verdi enn målt i vann? Kan denne forskjellen benyttes som korreksjonsfaktor, slik at fersk prøve som er målt med mykningspunkt over 80°C i glycerol, kan sammenlignes med prøve som er målt under 80°C i vann etter RTFOT?

Statistisk oppsummering

For å få god og troverdig statistikk må det være med et minste antall resultater. Hvis man har få deltakende laboratorier kan man f.eks. øke antall prøver. I tillegg vil repetisjoner av prøvinger (minst to prøvinger pr. prøve) vise om laboratoriet har normal/unormal spredning i sine resultater.

Tabell 5 viser laboratorier med forkastede eller tvilsomme verdier etter statistisk testing med Mandels-h, Grubbs enkel og Grubbs dobbel. I ringanalyser med mange deltakende laboratorier er det normalt å påvise forkastede/tvilsomme resultater.

Tabell 5 Oversikt laboratorier med forkastede eller tvilsomme resultater

Laboratorium	Begge prøver		pmb 1		pmb 2	
	Forkastede verdier	Tvilsomme verdier	Forkastede verdier	Tvilsomme verdier	Forkastede verdier	Tvilsomme verdier
1		2		2		
2						
3		2		1		1
4	1	2	1			2
5	3		1		2	
6		1		1		
7	1		1			
8	1	1		1	1	
9		2				2
10						
11						
12						
13	2		2			
14						
15						
16		1				1
17	1				1	
18						

I denne ringanalysen vurderes metoder med minimum åtte resultater å ha akseptabel statistikk. Metoder med 5-7 resultater har usikker statistikk, og 2-4 resultater har lite troverdig statistikk. For de siste viser ringanalysen i hvilken grad laboratoriene får samme resultat, som er en nyttig øvelse når nye prøvingsmetoder tas i bruk.

Tabell 6 viser hvilke prøvingsmetoder som har god, tvilsom eller dårlig reproduserbarhet R' i ringanalysen, sammenlignet med standardens oppgitte verdier R .

For metoder det er svak statistikk for (mindre enn 5 resultater), benyttes grå skrift. Ved sammenligning av R' og R , benyttes følgende kriterier i tabellen:

$R' \leq R$:	God reproduserbarhet (grønn bakgrunn)
$R'/R > 1,0$ og $< 1,5$:	Tvilsom reproduserbarhet (lys gul bakgrunn)
$R'/R \geq 1,5$:	Dårlig reproduserbarhet (rosa bakgrunn)

Det var flere metoder med god reproduserbarhet for PMB 1 enn for PMB 2. Metodene med best reproduserbarhet var penetrasjon, mykningspunkt og elastisk tilbakegang. For disse metodene ble det forkastet verdier før nytt gjennomsnitt og ny reproduserbarhet ble beregnet.

Vurderingene i Tabell 6 kan gi inntrykk av at reproduserbarheten fra ringanalysen er bedre for mykningspunkt målt i glycerol enn i vann. Men ser vi på tallverdiene, ser vi at R' egentlig ligger på samme nivå (3,5 °C for PMB 1 i glycerol og 3,7 °C for PMB 2 i vann). Dette har sammenheng med at reproduserbarheten i testmetoden er betydelig større for mykningspunkt over 80 °C målt i glycerol ($R = 5,5$ °C) kontra mykningspunkt for PMB i vann ($R = 3,5$ °C). Det kan også være forskjellig reproduserbarhet for de to PMB-ene.

RTFOT-standardens angir «veiledende» reproduserbarhet for PMB-egenskaper inntil mer sikre verdier foreligger.

I det videre arbeid (se vedlegg) vil NAMet invitere til diskusjon om mulige tiltak for å forbedre utførelse av prøvingsmetodene. Det kan også være interessant å se på om de PMB-typene vi benytter er vanskelige å teste, f.eks. pga. høy modifieringsgrad. Behovet for informasjon, rådgivning og faglig samarbeid synes absolutt å være til stede.

Tabell 6 Vurdering av ringanalysens R' mot metodenes reproduserbarhet R . Resultater med svak statistikk på, er vist med grå skrift.

	Metode	PMB 1				PMB 2			
		Ringanalysens R_1'	Standardens R	Vurdering	Kommentar	Ringanalysens R_2'	Standardens R	Vurdering	Kommentar
Fersk prøve	Penetrasjon @ 25 °C	3,2	4,7	God		4,9	4,8	Tvilsom	
	Mykningspunkt	3,5	5,5	God	i glycerol	3,7	3,5	Tvilsom	i vann
	Elastisk tilbakegang 10 °C	2,7	6,2	God		1,2	5,5	God	
	Kohesjon @ 10°C	1,0	0,5	Dårlig		1,5	0,8	Dårlig	
	G^* @ 60 °C	2,0	0,50	Dårlig	Få lab	1,6	0,3	Dårlig	Få lab
	δ @ 60 °C	4,0	3,1	Tvilsom	Få lab	3,8	3,3	Tvilsom	Få lab
	$Jnr_{3,2kPa}$ @ 60 °C	0,019	0,015	Tvilsom	Få lab	0,06	0,03	Dårlig	Få lab
	$R\%_{3,2kPa}$ @ 60 °C	1,0	12	God	Få lab	3,8	11	God	Få lab
Etter lagringsforsøk, tubetest	Mykningspkt, topp	4,5	5,5	God	i glycerol	6,7	3,5	Dårlig	i vann
	Mykningspkt, bunn	4,2	5,5	God	i glycerol	7,2	3,5	Dårlig	i vann
	Lagringsstabilitet	2,0				1,7			
	G^* @ 60 °C, topp	0,6	0,5	Tvilsom	Få lab	1,7	0,3	Dårlig	Få lab
	δ @ 60°C, topp	3,2	3,0	Tvilsom	Få lab	3,0	3,2	God	Få lab
	G^* @ 60 °C, bunn	1,1	0,5	Dårlig	Få lab	1,6	0,3	Dårlig	Få lab
	δ @ 60 °C, bunn	3,4	3,0	Tvilsom	Få lab	3,1	3,2	God	Få lab
	$Jnr_{3,2kPa}$ @ 60 °C, topp	0,004	0,012	God	Få lab	0,07	0,04	Dårlig	Få lab
	$R\%_{3,2kPa}$ @ 60 °C, topp	1,1	12	God	Få lab	4,2	11	God	Få lab
	$Jnr_{3,2kPa}$ @ 60 °C, bunn	0,01	0,01	God	Få lab	0,05	0,04	Tvilsom	Få lab
	$R\%_{3,2kPa}$ @ 60 °C, bunn	0,8	12	God	Få lab	3,5	11	God	Få lab
Etter korttidsaldring, RTFOT	Endring i masse	0,07	0,2	God		0,08	0,2	God	
	Mykningspkt	15	5,5	Dårlig	i glycerol	3,4	3,5	God	i vann
	Endring i mykningspkt	15	4,0	Dårlig		7,0	2,0	Dårlig	
	Målt penetrasjon	9,9	3,7	Dårlig		6,9	3,2	Dårlig	
	Bevaring av penetrasjon	6,5	10	God		2,2	10	God	
	G^* @ 60 °C	2,2	0,8	Dårlig	Få lab	2,2	0,6	Dårlig	Få lab
	δ @ 60 °C	0,9	3,1	God	Få lab	2,0	3,2	God	Få lab
	$Jnr_{3,2kPa}$ @ 60 °C	0,6	0,22	God	Få lab	0,01	0,04	God	Få lab
	$R\%_{3,2kPa}$ @ 60 °C	49	5,5	Dårlig	Få lab	2,8	11	God	Få lab

6 Referanser

ISO 5725-2 (1994). Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method

Vedlegg: Oppfølging av prøvingsmetoder

EN 13589 - Kohesjon målt ved kraftduktilitet

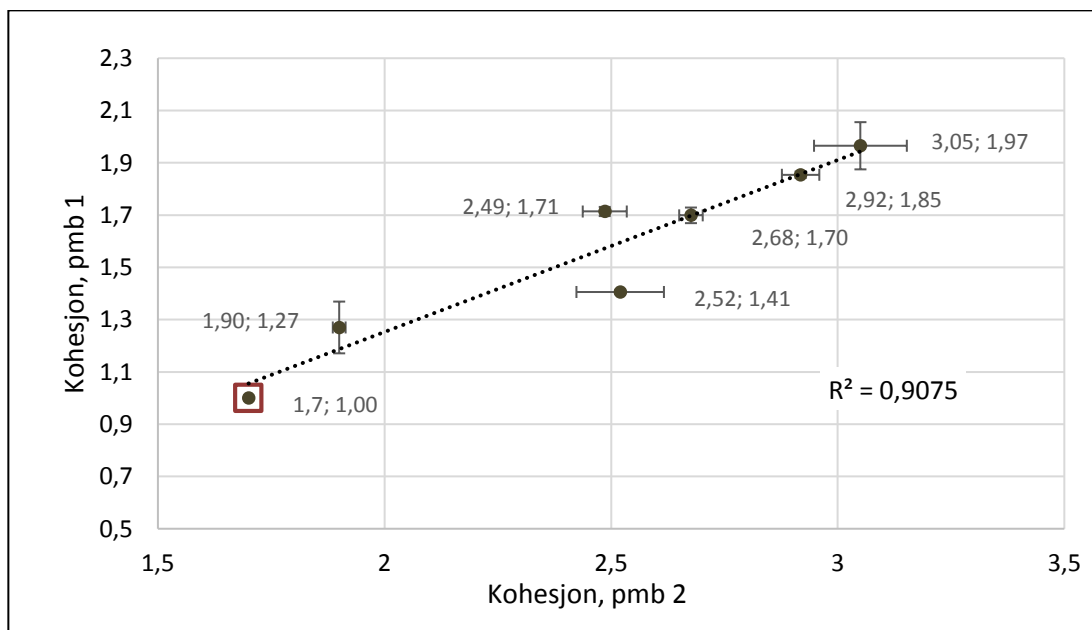
I. Aspekter ved utførelsen som kan ha betydning for resultatet

I ringanalysen var spredningen i resultatene for kohesjon urovekkende stor. For PMB 1 var det så mye som 100 % forskjell fra laveste (1,00 J/cm²) til høyeste (1,97 J/cm²) verdi.

Etter at resultatene ble rapportert tilbake til de deltagende laboratoriene, ønsket to av seks laboratorier å få sine kohesjonsresultater strøket fra ringanalysen. Disse to hadde fått de laveste resultatene, og ett av disse hadde avdekket avvik i temperatur.

Alle resultatene er med i rapporten. Ingen resultater ble slettet, uavhengig av mulig avvik. At slike feil avdekkes, var litt av poenget og gevinsten med ringanalysen. Selv om laboratoriet med avvikende testtemperatur tas ut av resultatene, er stor spredningen fortsatt stor.

Figur V1 viser kohesjon for PMB 1 mot PMB 2. Her er alle resultatene som inngikk i ringanalysen med, og i tillegg har vi fått med tall fra lab 18, som leverte resultater etter at den første rapporten var sendt ut. God lineær korrelasjon (R^2) viser at forskjellene mellom laboratoriene er systematiske. Det er en dobling i kohesjon fra den laveste til den høyeste verdien. Tar vi vekk de to nederste resultatene, blir forskjellen mellom høyeste og laveste verdi likevel over 20 %.



Figur V1 Kohesjon for PMB 1 mot kohesjon for PMB 2, med standardavvik for parallellene inntegnet som feilfelt.

I håp om å finne årsaken(e) til den store spredningen i resultatene, ønsker NAMet-Bindemidler å se nærmere på utførelse av denne testmetoden. Det ble derfor sendt ut en spørreundersøkelse til de seks laboratoriene som deltok i ringanalysen. Hensikten var å innhente informasjon om antatt kritiske punkter i metodebeskrivelsen. Tre av de seks laboratoriene svarte på spørsmålene.

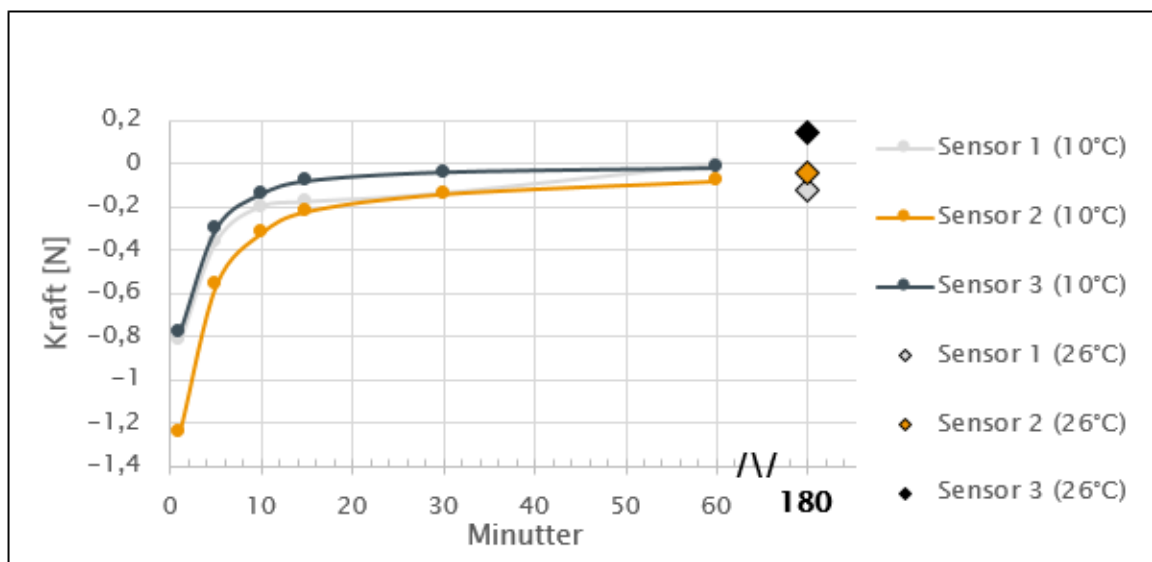
Senere ble 10 laboratorier invitert til en workshop i februar 2018 ved Statens vegvesens Sentrallaboratorium i Trondheim. Kun tre laboratorier meldte seg på denne workshopen, og av disse 3 var det bare en person som hadde erfaring med testmetoden. Workshopen ble derfor avlyst. Dette er veldig beklagelig. Fra 2019 vil det være krav til kohesjon for PMB i Statens vegvesens kontrakter. Det burde derfor være stor interesse for å oppnå bedre reproduserbarhet til denne testmetoden hos bindemiddelprodusentene.

NAMet-Bindemidler har ikke gitt opp arbeidet med å forbedre reproduserbarheten. For det første blir det her redegjort parametere vi mener kan ha betydning for resultatet. Videre vurderer vi å sende ut en ny invitasjon til en workshop. Og dessuten: Vi planlegger en ny ringanalyse på kohesjon, hvor det vil følge med en detaljert beskrivelse av hvordan arbeidet skal utføres.

II. Resultat av spørreundersøkelsen og undersøkelser som er gjort

De tre laboratoriene som besvarte spørreundersøkelsen har alle utstyr fra Infratest. Bruksanvisningen sier ingen ting om at instrumentet må slås på en viss tid før testen skal utføres.

For å se på effekten av å slå på måleinstrumentet en viss tid før måling, ble det gjennomført en undersøkelse i duktilitetsbadet ved Vegvesenets laboratoriet i Trondheim. Temperaturen i vannbadet ble stabilisert ved 11 °C (3 timer) før måleutstyret ble slått på. Det var ikke montert prøver. Måleutstyret ble slått på, og kraften avlest etter 1, 5, 10, 15, 30 og 60 minutter ved 11 °C. Deretter ble temperaturen endret til 26 °C. Etter 2 timer ved 26 °C var temperaturen stabil, og kraften ble avlest. Avleste verdier er vist i figur V2.



Figur V2 Kraft som funksjon av tid etter at måleutstyret er slått på. Temperaturen er stabil ved 10°C når apparatet slås, altså ved tiden lik 0 minutter.

Målte verdier endret seg i størrelsesorden 1 N i løpet av de første minuttene etter at instrumentet ble slått på. En endring i temperaturen i vannbadet fra 10 °C til 26 °C utgjør mindre enn 10 % av dette. Med sensor 2 som eksempel vil det å starte forsøket rett etter at

instrumentet er slått på, kunne innebære en endring på 1 N i løpet av de 9 minuttene forsøket tar.

For å beregne hva dette i verste fall kan utgjøre på resultatet for kohesjon, kan vi beregne integralet av arbeidet over området 200-400 mm.

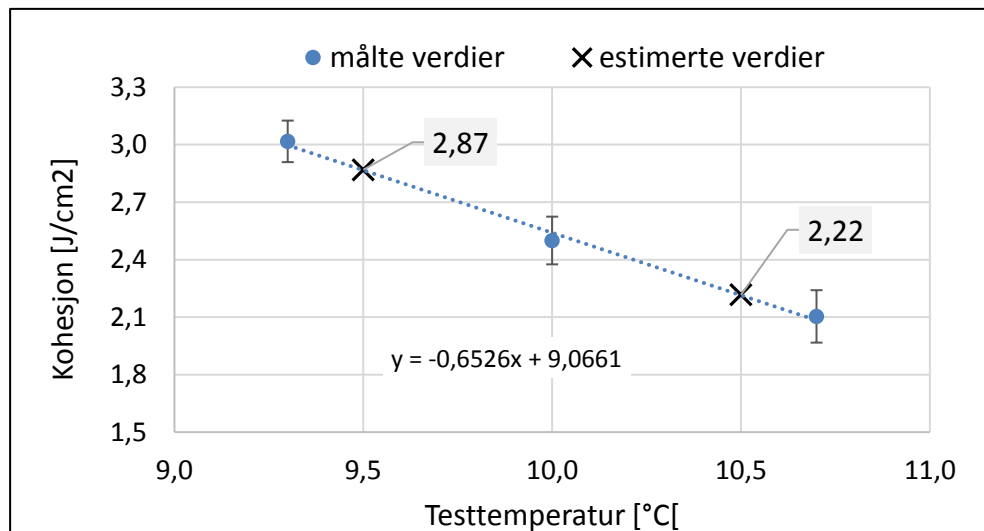
Dvs. kohesjonsenergi = $\Delta W/A = (F \times s) / A = (1N \times 0,2 \text{ m}) / 1 \text{ cm}^2 = 0,2 \text{ J/cm}^2$, som vil utgjøre 10 % av målt verdi for en prøve med kohesjon på 2 J/cm^2 . I realiteten vil effekten være mindre enn halvparten av dette.

Konklusjon 1: Måleinstrumentet bør slås på minst 30 minutter før målingen skal gjennomføres.

Teststandardens krav til temperatur i vannbadet er $\pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$. Dette betyr at temperaturen i vannbadet kan variere fra $9,5$ til $10,5 \text{ }^\circ\text{C}$. Dette er et romslig temperaturområde med tanke på temperaturkrav i andre bindemiddeltester, og hvor mye bindemidlers egenskaper endres som funksjon av temperatur. Det ble derfor gjennomført en undersøkelse ved Veidekke Kompetansesenters laboratorium i Trondheim. Med samme prøve, operatør, utførelse og utstyr ble testen utført ved $9,3 \text{ }^\circ\text{C}$, $10,0 \text{ }^\circ\text{C}$ og $10,7 \text{ }^\circ\text{C}$. Resultatene, som er vist i figur V3, viser at en temperaturforskjell på $1,0 \text{ }^\circ\text{C}$ kan utgjøre så mye som 29 % på målt kohesjon.

Konklusjon 2: Teststandardens romslige krav til temperaturnøyaktighet bør skjerpes. En temperaturforskjell på $\pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$ får betydelig effekt på sluttresultatet.

Dette kan i teorien forklare den store spredningen i resultatene i ringanalysen i figur V3.



Figur V3 Kohesjon målt ved 3 ulike temperaturer, hvor alle andre parametere er identiske. Kohesjonen er 29 % høyere ved $9,5 \text{ }^\circ\text{C}$ enn ved $10,5 \text{ }^\circ\text{C}$.

Erfaringsmessig kan for lav temperatur under støpingen av testprøver forårsake avvik i resultatene. Dette gir seg tydeligst utslag på mykningspunkt, som blir lavere enn ellers. Ingen av laboratoriene som deltok med kohesjon i ringanalysen hadde slike avvik.

Konklusjon 3: Det er ikke grunnlag for å si at avvikene i kohesjon kan skyldes for lav smeltetemperatur under prøveprepareringen.

De tre laboratoriene som besvarte spørreundersøkelsen har benyttet tre forskjellige slippmidler: Silikon, vakuum grease og glycerol med talkum. Det kunne gjerne utføres forsøk ved ett og samme laboratorium med ulike typer slippmiddel, for å se om slippmiddelet har betydning for resultatet.

Dersom ett slippmiddel tar mer plass i formen, så vil testprøven i praksis bli mindre. En visuell vurdering indikerer at glycerol med talkum er så lettflytende at det kan flytte seg under vekten av formen, og oppta mer plass inne i formen der hvor prøven skal støpes. Størrelsen på prøven har direkte innvirkning på resultatet ($= \Delta W/A$). Dersom smøringen av sidekantene og bunnen bygger så mye som 1 mm mer, så utgjør dette 19 % på beregnet kohesjon.

Det er ikke angitt nøyaktig når prøven skal trimmes. Jo tidligere den trimmes, jo høyere restvarme kan den ha ved trimmingen, og videre avkjøling etter trimming kan medføre krymping av prøven. Ulik grad av krymping av prøven kan forekomme som følge av den oppvarmingen prøvene utsettes for under trimmingen. Prøvestørrelsen har som allerede nevnt direkte effekt på testresultatet.

Konklusjon 4: Det er viktig at prøvestørrelsen er riktig (1 cm²). Dette påvirkes av krymping etter trimming og av det volumet slippmiddelet tar opp inne i formen.

I gjeldende utgave av teststandarden (2008) er tidsperspektivet fra støping til testing veldig romslig i forhold til andre bindemiddelmetoder. Prøvene kan stå alt fra 1 time og ut dagen i romtemperatur, før resten av prosedyren gjennomføres. Dette blir strammet inn i neste utgave, som sier at testen må være utført innen 4 timer. Dett betyr at tiden i romtemperatur begrenses til 1,0-2,5 time. Det er nærliggende å tro at både polymernettverket kan bli sterkere og at den steriske herdningen i bitumenet øker jo lengre prøvene får stå før de testes.

Konklusjon 5: I en eventuell ny ringanalyse er det interessant å inkludere en undersøkelse av hvor mye en tidsforlengelse fra 1 til 3 timer ved romtemperatur har å si for resultatet.

Prøvene skal avformes etter å ha stått 90 ± 10 minutter til temperering i vannbadet (her ved 10 °C). Hvordan dette utføres i praksis kan ha avgjørende betydning for sluttresultatet. At noen tar formen opp fra vannbadet, for avforming i romtemperatur, rett før testen, kan medføre en viss oppvarming. Å ta på prøvene med varme fingre kan også ha effekt. Det foreslås derfor at prøvene skal avformes og monteres i badet etter 1 time i vannbadet. Da får vi 30 minutter temperering etter at de er avformet.

Konklusjon 6: Hvordan prøvene håndteres ved avformingen kan ha betydning for resultatet.

Det er kun ett laboratorium som oppgir at de har gjennomført kontroll av kraftsensorene i løpet av det siste året. Det er kjent at kraftsensorene ikke er kalibrert på flere av apparatene siden de ble levert.

Konklusjon 7: Manglende kalibrering av kraftsensorene vil kunne gi systematisk feil som vi ser i NAMets ringanalyse.



Statens vegvesen
Vegdirektoratet
Publikasjonsekspedisjonen
Postboks 8142 Dep 0033 OSLO
Tlf: (+47) 22073000
publvd@vegvesen.no

ISSN: 1893-1162

vegvesen.no

Trygt fram sammen