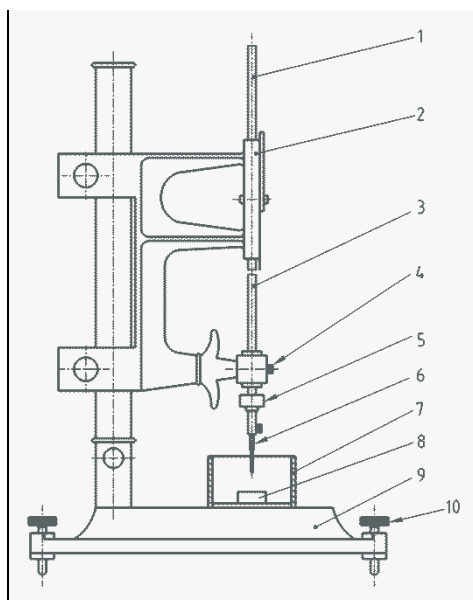
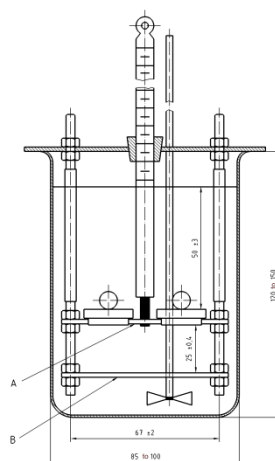


RINGANALYS BITUMEN

PENETRATION OCH MJUKPUNKT

**SS-EN 1426****SS-EN 1427**

Bakgrund

Denna ringanalys har initierats av Metodgruppen, medan VTI har ansvarat för genomförandet. Metodgruppens arbetsgrupp för ringanalyser har deltagit i planering, granskning och bedömning av resultaten. Deltagande laboratorier representerar Trafikverket, bitumentillverkare, forskningsinstitut och entreprenörer.

Denna ringanalys är ett komplement till de årliga ringanalyser som Neste arrangerar. Syftet med denna extra ringanalys är att försöka utröna om de stora spridningar som senaste årens ringanalyser uppvisat beror på variation i provmaterial, provberedning eller utrustningar. Tillsammans med proverna har därför en särskild blankett bifogats där laboratorierna beskrivit sina provberedningsrutiner samt vilken typ av utrustning de använt.

Provmaterial

Följande bitumenkvaliteter har ingått i ringanalysen:

- 50/70
- 160/220

Provberedning

Bituminen är framtagna och levererade till laboratorierna av Henrik Arnerdal på Nynas. Över 30 prover per bitumenkvalitet har tagits ut för denna ringanalys.

Varje laboratorium har utfört provberedning och analyser enligt gällande standarder. Särskild svarsblankett för provberedning har ingått i utskicket.

Ett särskilt tack till Nynas för framtagning av provmaterial.

Provningsstandard

Bestämning av mjukpunkt och penetration har utförts enligt SS-EN 1426:2007 och SS-EN 1427:2007.

Deltagande laboratorier

21 svenska laboratorier har deltagit i ringanalysen:

Nynas, Nynäshamn	NCC, Västerås	Skanska, Upplands-Väsby
VTI, Linköping	NCC, Hisings Kärä	Peab, Boden
Svevia, UMEÅ	NCC, Södra Sandby	Peab, Hägersten
Svevia, Jönköping	NCC, Kvibille	Peab, Hisings Kärä
Svevia, Örebro	Skanska, Gunnilse	Peab, Helsingborg
NCC, Umeå	Skanska, Malmö	Asfalt & Stenkontroll, Alingsås
NCC, Sundsvall	Skanska, Norrköping	Asfalt & Stenkontroll, Hok

Resultat

Redovisning av provberedningsblanketterna och resultat från provningen framgår av tabeller och figurer i bilagorna. Sammanfattningsvis kan man säga att spridningen för både penetration och mjukpunkt ligger utanför kravet på precision i metoden, dessutom framgår tydligt att det finns systematiska skillnader mellan olika laboratoriers resultat, vilket borde kunna arbetas bort.

Utvärdering

I denna sammanställning redovisas enskilda värden, medelvärden samt värden på repeter- och reproducerbarhet. Utvärdering och eventuella åtgärder hanteras av metodgruppen.

Man kan konstatera att spridningen i denna ringanalys ger ungefär samma spridning som de tidigare ringanalyserna. Det är främst penetration som inte klarar kraven i standarden medan mjukpunkt ligger mycket nära gränsen till godkända resultat.

Genomgång av enkäten för provberedning ger tyvärr inte någon förklaring till de laboratorier som uppvisat avvikande resultat.

Tabell 1 Krav på repeter- och reproducerbarhet enligt aktuella provningsstandarder

Metod	Bitumen	r_{stand}	R_{stand}
Penetration	>50	4%	6%
Mjukpunkt	<80	1 °C	2 °C

Tabell 2 Reproducerbarhet enligt denna ringanalys (Metodgruppen)

År	Metod	Bitumen	Ringanalys		Krav	Uppfyller kraven? $R_{\text{calc}} < R_{\text{stand}}$
			m	R_{calc}	R_{stand}	
2011	Penetration	50/70	59	7,4	4	Nej
		160/220	185	27,6	11	Nej
	Mjukpunkt	50/70	48,6	1,7	2,0	Ja
		160/220	37,9	2,2	2,0	Nej

Tabell 3 Reproducerbarhet enligt tidigare ringanalyser (Neste)

År	Metod	Bitumen	Ringanalys		Krav R_{stand}	Uppfyller kraven? $R_{calc} < R_{stand}$
			m	R_{calc}		
2008	Penetration	B70	63	10	4	Nej
		B200	176	28	11	Nej
	Mjukpunkt	B70	49,3	2,3	2,0	Nej
		B200	39,5	3,0	2,0	Nej

År	Metod	Bitumen	Ringanalys		Krav R_{stand}	Uppfyller kraven? $R_{calc} < R_{stand}$
			m	R_{calc}		
2009	Penetration	B70	56	12	3	Nej
		B200	175	30	11	Nej
	Mjukpunkt	B70	49,9	2,2	2,0	Nej
		B200	39,6	2,6	2,0	Nej

År	Metod	Bitumen	Ringanalys		Krav R_{stand}	Uppfyller kraven? $R_{calc} < R_{stand}$
			m	R_{calc}		
2010	Penetration	B70	65	8	4	Nej
		B200	177	23	11	Nej
	Mjukpunkt	B70	48,8	2,0	2,0	Ja
		B200	39,7	2,6	2,0	Nej

År	Metod	Bitumen	Ringanalys		Krav R_{stand}	Uppfyller kraven? $R_{calc} < R_{stand}$
			m	R_{calc}		
2011	Penetration	B70	72	10	4	Nej
		B200	181	26	11	Nej
	Mjukpunkt	B70	54,5	2,9	2,0	Nej
		B200	39,2	2,7	2,0	Nej

Anm.

Reproducerbarheten " R_{calc} " motsvarar $2,83 \cdot s$. Reproducerbarheten " R_{stand} " motsvarar 6 % av medelvärde för penetration och 2 °C för mjukpunkt enligt respektive provningsstandard.

Diskussion av resultaten

Generellt kan man konstatera att spridningen i resultat mellan olika laboratorier ligger långt utanför standardens precisionskrav när det gäller penetration i samtliga utförda ringanalyser. Även mjukpunkt ligger utanför kravet i de flesta fall, dock betydligt närmare kravgränsen än för penetration.

De enkätsvar som redovisas i bilaga 3 ger tyvärr ingen vägledning i att försöka spåra eventuella felkällor.

Laboratorier som avviker mer än 1 och 2 gånger standardavvikelsen i denna ringanalys (Se Figur 1-8):

- För penetration på 50/70 bitumen ligger:
 - 5 laboratorier utanför 1s (Lab nr 2, 7, 8, 19 och 20)
 - 1 laboratorium utanför 2s (Lab nr 11)
- För penetration på 160/220 bitumen ligger:
 - 3 laboratorier utanför 1s (Lab nr 8, 18 och 19)
 - 1 laboratorium utanför 2s (Lab nr 11)
- För mjukpunkt på 50/70 bitumen ligger:
 - 3 laboratorier utanför 1*s (Lab nr 3, 13 och 16)
 - 1 laboratorium utanför 2*s (Lab nr 20)
- För mjukpunkt på 160/220 bitumen ligger:
 - 4 laboratorier utanför 1*s (Lab nr 10, 13, 16 och 18)
 - 1 laboratorium utanför 2*s (Lab nr 20)
- De är svårt att tolka enkätsvaren, med syftet att hitta avvikande utrustning och/eller provberedningsförfarande

Uppmaning

Efter ännu en ringanalys med spridningar utanför de precisionskrav som anges i standarden uppmanas ansvariga för provningsstandarderna att se över precisionsmått.

De laboratorier som ligger utanför 2*s uppmanas att se över utrustning och provningsförfarande och sedan återkomma till metodgruppen för att erhålla ett nytt prov för att verifiera att man åtgärdat problemet. Laboratorier som vid flera analyser ligger utanför 1*s bör se över sin utrustning och sitt provningsförfarande.

Slutsats

Spridningen i resultat mellan olika laboratorier vid denna och tidigare ringanalyser visar att man inte lyckas klara de precisionskrav som anges i standarderna för penetration och mjukpunkt. Amerikanska ASTM och AASHTO standarder har något vidare kravgränser, vilket skulle inneburit att spridningen för mjukpunkt skulle klarat precisionsmått i dessa standarder, medan spridningen för penetration fortfarande ligger långt utanför precisionsmått i standarden.

Av figur 9-12 framgår tydligt att det inte är spridningen mellan de olika bitumenproverna som orsakar spridningen utan systematiska skillnader mellan olika laboratoriers sätt att hantera metoden (utrustning och/eller provhantering).

Referenser

- SS-EN 1426:2007. Bestämning av penetration
- SS-EN 1427:2007. Bestämning av mjukpunkt - Kula och ringmetoden
- SS-ISO 5725:2003. Noggrannhet (riktighet och precision) för mätmetoder och mätresultat

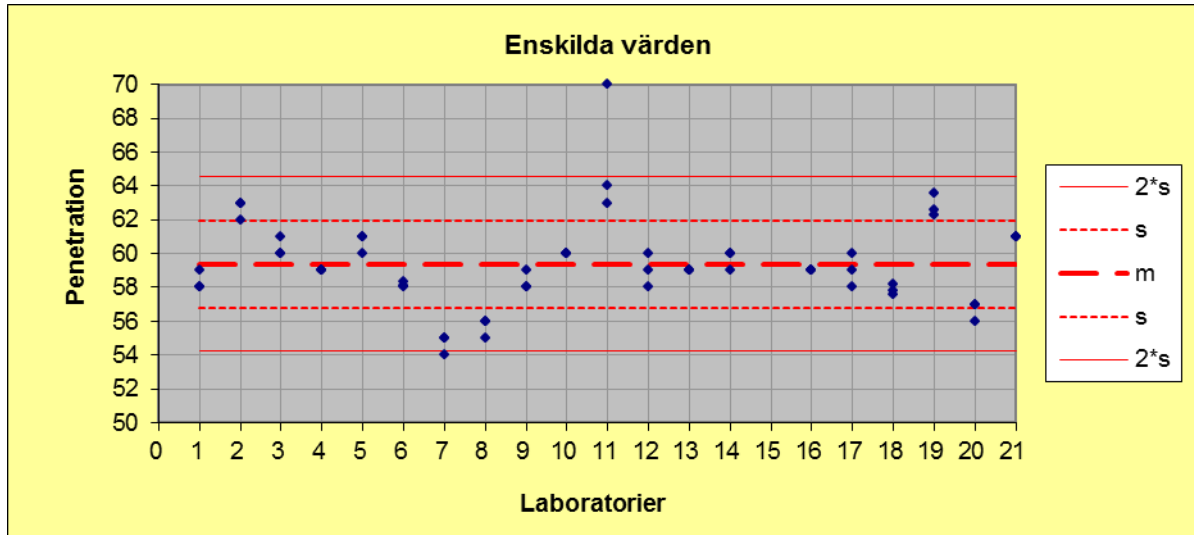
Bilagor

INNEHÅLLSFÖRTECKNING

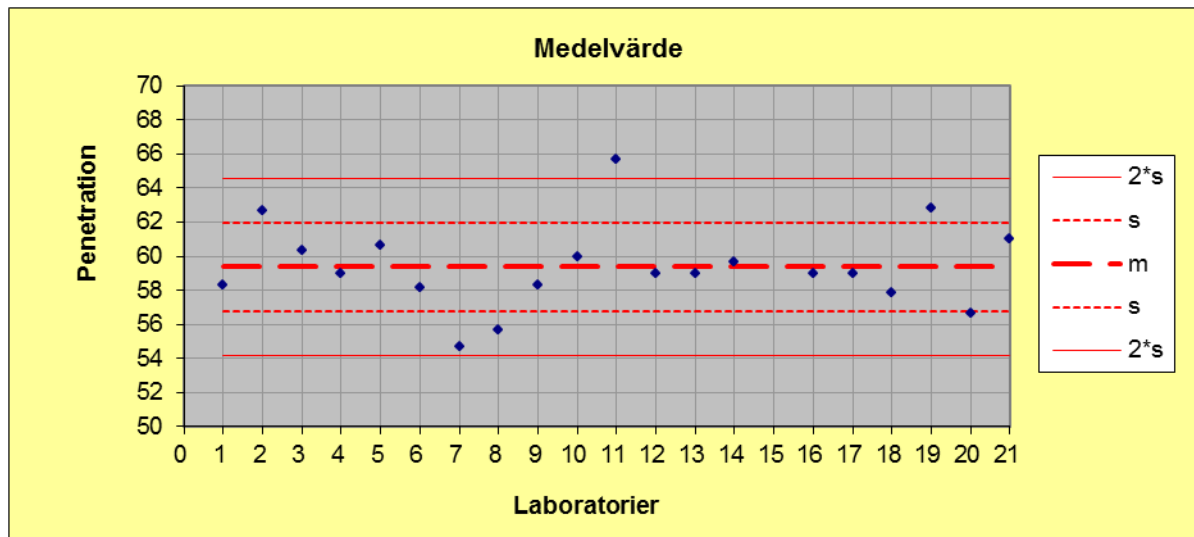
1. Penetration: Enskilda värden och medelvärden
2. Mjukpunkt: Enskilda värden och medelvärden
3. Statistisk beräkning av r och R enligt SS-ISO 5725
4. Enkät angående använd utrustning och provberedningsförfarande

Penetration enligt SS-EN 1426:2007**Tabell 4** Penetration på bitumen 50/70

Kod	Enskilda värden			Medelvärde	Stdav	V-%
	1	2	3			
1	58	59	58	58	0,58	1,0
2	63	63	62	63	0,58	0,9
3	60	60	61	60	0,58	1,0
4	59	59	59	59	0,00	0,0
5	61	61	60	61	0,58	1,0
6	58	58	58	58	0,00	0,0
7	54	55	55	55	0,58	1,1
8	56	55	56	56	0,58	1,0
9	59	58	58	58	0,58	1,0
10	60	60	60	60	0,00	0,0
11	70	63	64	66	3,79	5,8
12	60	58	59	59	1,00	1,7
13	59	59	59	59	0,00	0,0
14	60	60	59	60	0,58	1,0
15						
16	59	59	59	59	0,00	0,0
17	58	60	59	59	1,00	1,7
18	58	58	58	58	0,00	0,0
19	63	64	62	63	1,00	1,6
20	57	57	56	57	0,58	1,0
21	61	61	61	61	0,00	0,0



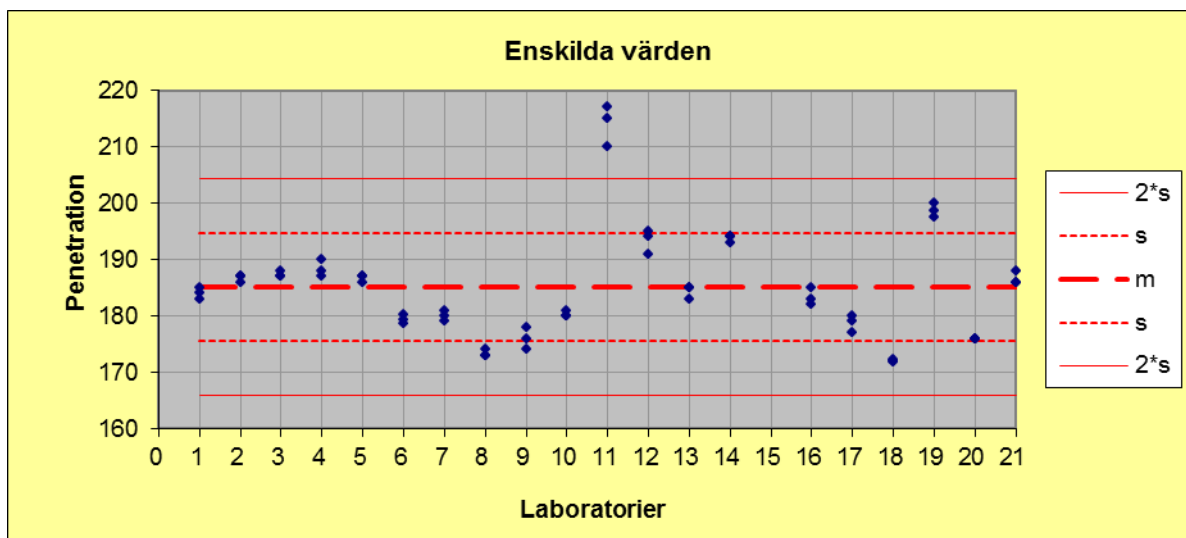
Figur 1 Penetration på bitumen 50/70 (enskilda värden)



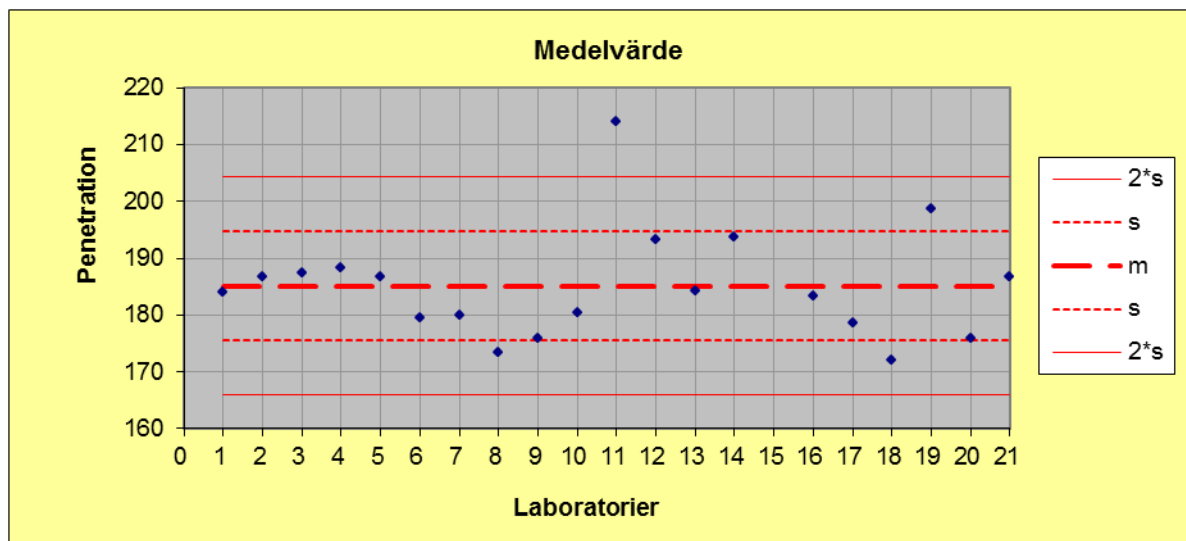
Figur 2 Penetration på bitumen 50/70 (medelvärden)

Tabell 5 Penetration på bitumen 160/220

Kod	Enskilda värden			Medelvärde	Stdav	V-%
	1	2	3			
1	183	185	184	184	1,00	0,5
2	187	186	187	187	0,58	0,3
3	187	188	187	187	0,58	0,3
4	190	188	187	188	1,53	0,8
5	187	187	186	187	0,58	0,3
6	179	180	179	179	0,58	0,3
7	180	181	179	180	1,00	0,6
8	174	173	173	173	0,58	0,3
9	176	174	178	176	2,00	1,1
10	180	181	180	180	0,58	0,3
11	217	210	215	214	3,61	1,7
12	191	194	195	193	2,08	1,1
13	183	185	185	184	1,15	0,6
14	194	194	193	194	0,58	0,3
15						
16	185	183	182	183	1,53	0,8
17	177	179	180	179	1,53	0,9
18	172	172	172	172	0,00	0,0
19	198	200	199	199	1,00	0,5
20	176	176	176	176	0,00	0,0
21	186	186	188	187	1,15	0,6



Figur 3 Penetration på bitumen 160/220 (enskilda värden)



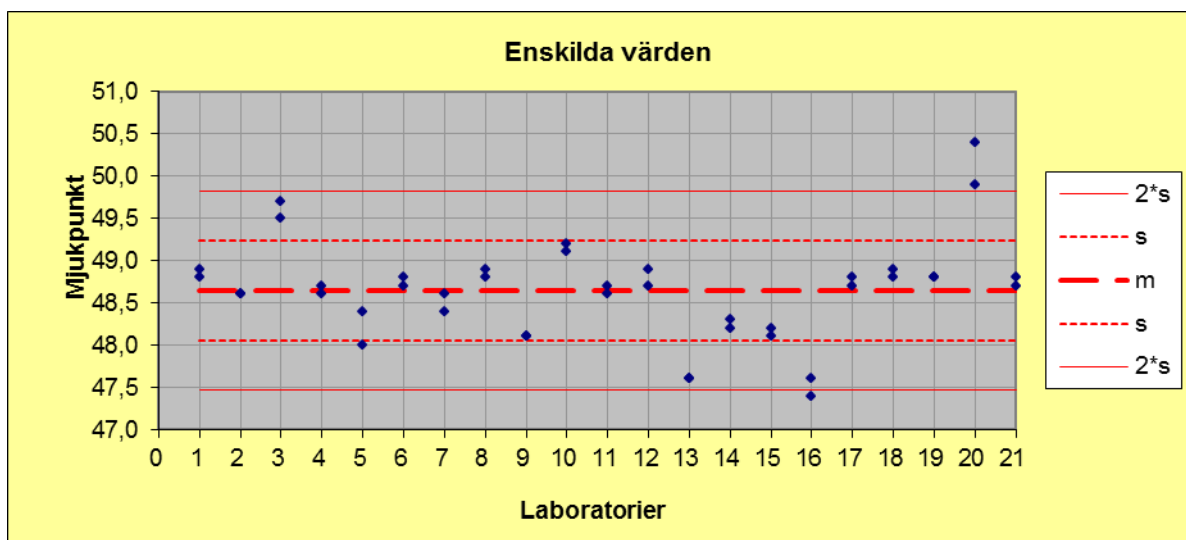
Figur 4 Penetration på bitumen 160/220 (medelvärden)

Bilaga 2

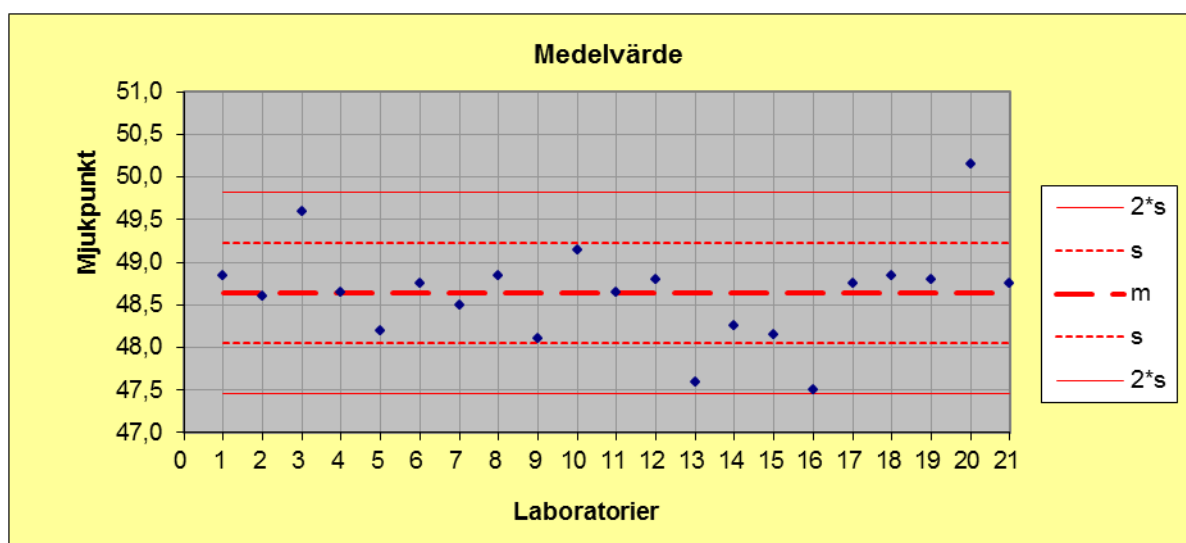
Mjukpunkt enligt SS-EN 1427:2007

Tabell 6 Mjukpunkt på bitumen 50/70

Lab kod	Enskilda värden		Medelvärde	Stdav	V-%
	1	2			
1	48,9	48,8	48,9	0,1	0,1
2	48,6	48,6	48,6	0,0	0,0
3	49,5	49,7	49,6	0,1	0,3
4	48,7	48,6	48,7	0,1	0,1
5	48,4	48	48,2	0,3	0,6
6	48,8	48,7	48,8	0,1	0,1
7	48,6	48,4	48,5	0,1	0,3
8	48,9	48,8	48,9	0,1	0,1
9	48,1	48,1	48,1	0,0	0,0
10	49,1	49,2	49,2	0,1	0,1
11	48,7	48,6	48,7	0,1	0,1
12	48,9	48,7	48,8	0,1	0,3
13	47,6	47,6	47,6	0,0	0,0
14	48,2	48,3	48,3	0,1	0,1
15	48,1	48,2	48,2	0,1	0,1
16	47,4	47,6	47,5	0,1	0,3
17	48,8	48,7	48,8	0,1	0,1
18	48,9	48,8	48,9	0,1	0,1
19	48,8	48,8	48,8	0,0	0,0
20	50,4	49,9	50,2	0,4	0,7
21	48,7	48,8	48,8	0,1	0,1



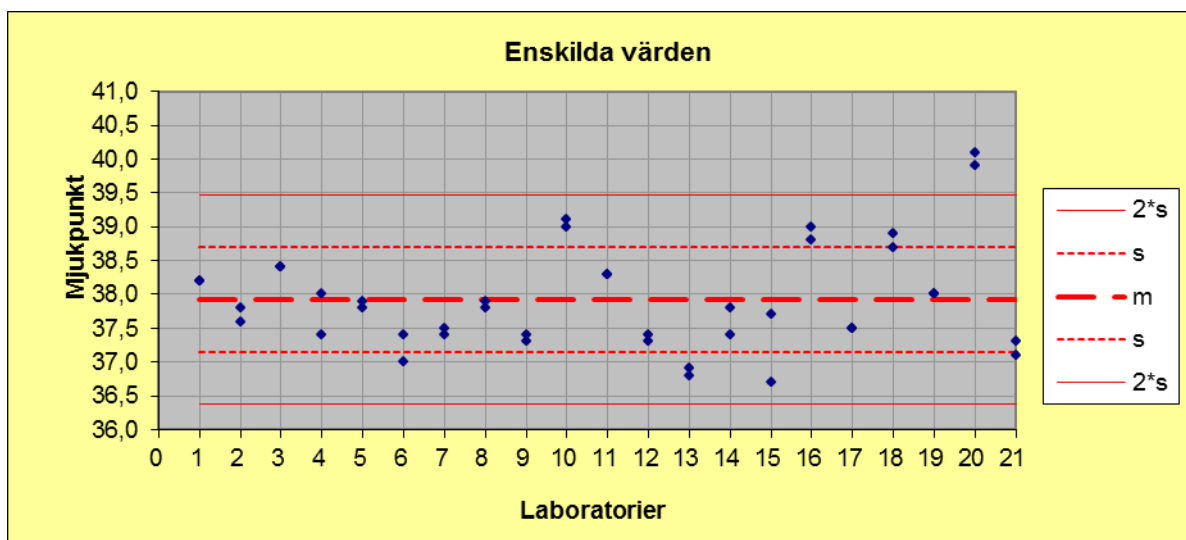
Figur 5 Mjukpunkt på bitumen 50/70 (enskilda värden)



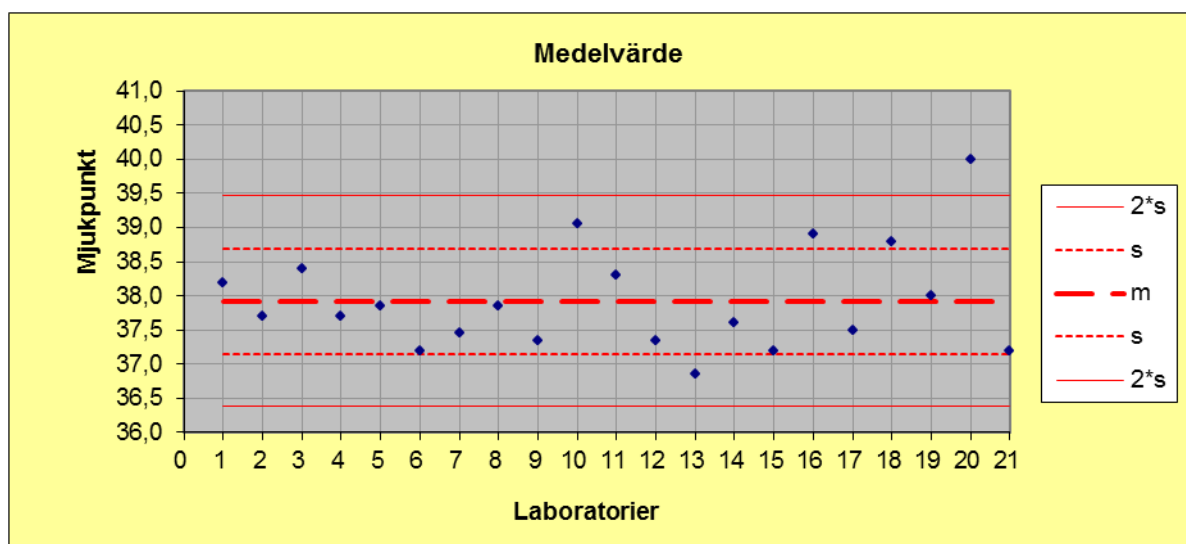
Figur 6 Mjukpunkt på bitumen 50/70 (medelvärden)

Tabell 7 Mjukpunkt på bitumen 160/220

Lab kod	Enskilda värden		Medelvärde	Stdav	V-%
	1	2			
1	38,2	38,2	38,2	0,0	0,0
2	37,6	37,8	37,7	0,1	0,4
3	38,4	38,4	38,4	0,0	0,0
4	38,0	37,4	37,7	0,4	1,1
5	37,9	37,8	37,9	0,1	0,2
6	37,0	37,4	37,2	0,3	0,8
7	37,5	37,4	37,5	0,1	0,2
8	37,9	37,8	37,9	0,1	0,2
9	37,4	37,3	37,4	0,1	0,2
10	39,1	39,0	39,1	0,1	0,2
11	38,3	38,3	38,3	0,0	0,0
12	37,3	37,4	37,4	0,1	0,2
13	36,8	36,9	36,9	0,1	0,2
14	37,8	37,4	37,6	0,3	0,8
15	36,7	37,7	37,2	0,7	1,9
16	38,8	39,0	38,9	0,1	0,4
17	37,5	37,5	37,5	0,0	0,0
18	38,9	38,7	38,8	0,1	0,4
19	38,0	38,0	38,0	0,0	0,0
20	40,1	39,9	40,0	0,1	0,4
21	37,1	37,3	37,2	0,1	0,4



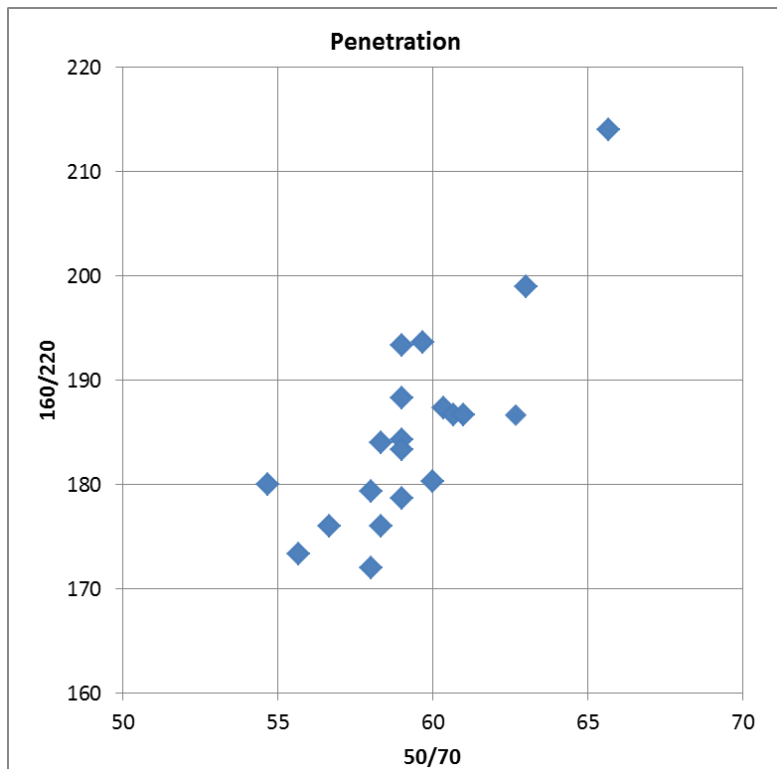
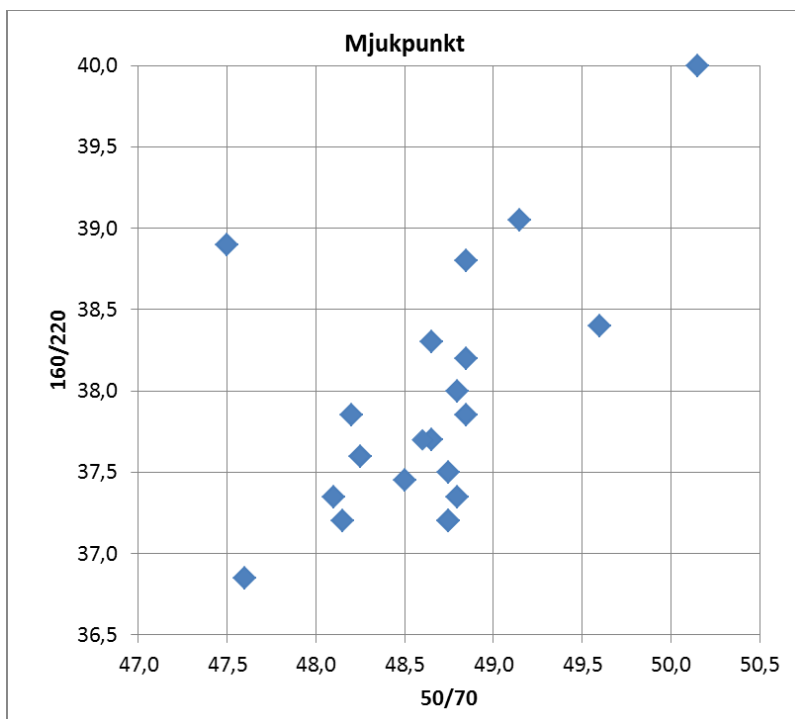
Figur 7 Mjukpunkt på bitumen 160/220 (enskilda värden)



Figur 8 Mjukpunkt på bitumen 160/220 (medelvärden)

Bilaga 2

Jämförelse mellan olika bitumenkvaliteter

**Figur 9** Jämförelse mellan penetration för de båda bitumenkvaliteterna på varje laboratorium**Figur 10** Jämförelse mellan mjukpunkt för de båda bitumenkvaliteterna på varje laboratorium

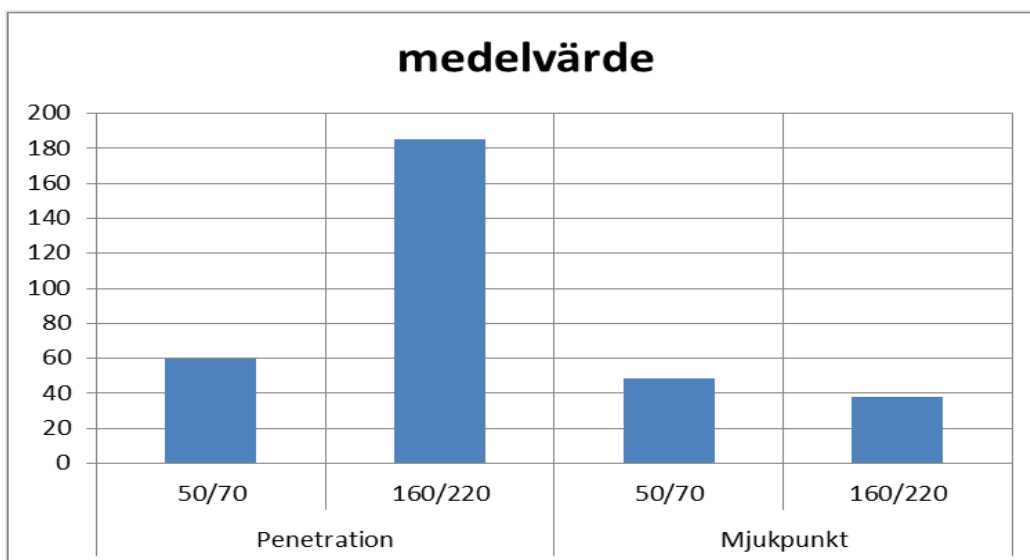
Jämförelser mellan penetration och mjukpunkt



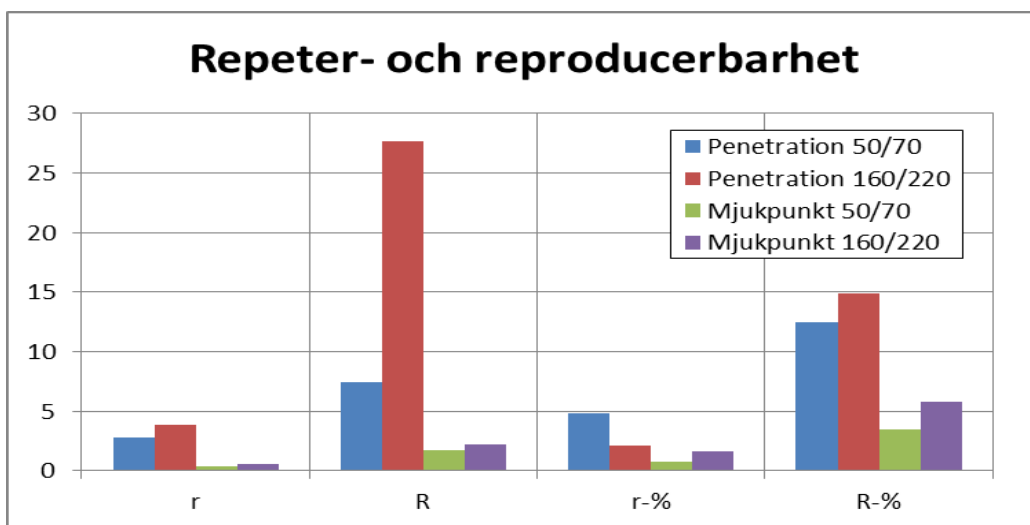
Statistisk beräkning av repeterbar- och reproducerbarhet enligt SS-ISO 5725

Tabell 8 Repeter- och reproducerbarhet

Metod	Bitumen	m	r	R	r-%	R-%
Penetration	50/70	59	2,8	7,4	4,8	12,5
	160/220	185	3,9	27,6	2,1	14,9
Mjukpunkt	50/70	48,6	0,4	1,7	0,7	3,5
	160/220	37,9	0,6	2,2	1,6	5,8



Figur 13 Medelvärden



Figur 14 Repeter- och reproducerbarhet (r och R)

Redovisning av provberedningsblankett

Penetration

Tabell 9 Använd utrustning

Utrustningstyp			
Kod	Automatisk	Halvautomatisk	Fabrikat på nålar
1		Herzog	Herzog
2		X	18520-0 Seta Standard Penetration Needle
3		X	Seta
4		Stanhope - SETA	SETA ASTM -IP
5		X	Stanhope-Seta
6		X	Stanhope-Seta
7		X	Stanhope-Seta
8		X	SETA ASTM
9		X	ASTM
10		X	Seta Asim
11		X	Seta Astm-IP
12		Strassentest 606 från 1988	Herzog (original med maskinen)
13		X	Petrottest
14		Ja	SETA
15			
16		Halvautomatisk	Seta
17		X	
18		Ja	SETA ASTM-IP
19		X	stanhope-seta
20	X		micron metodologi limitid
21		X	Stanhope-Seta

Tabell 10 Kalibrering av nålarna

Kalibrering av nålar				
Kod	Nej	Mot referensnål	Dimensionsmätning	Annat. Hur?
1		X	X	
2			X	
3			X	
4				Certifierade nålar köps vart annat år.
5		X	-	Microskopgranskning
6		Ja	Ja	
7		JA	JA	
8	Ja. Utfört av leverantör	Kommer göras nästa år!	Nej!	Nya nålar köpta 2011!
9			X	
10		X	X	
11			X	
12		JA	bussning och längd (ej vinkel)	microskåp för att se ev böjning och skador på spets
13		X	X	
14	Mäter bussning&nål men	ej vinklar. Kollar okulärt	microskåp för att se ev. böjning/skada på spets.	böjning/skada på spets.
15				
16		Mot referensnål		
17		Ja	Ja	
18		Ja	Jämför med referensnål	
19		okulärt mot refnål	nålars diameter mäts	
20		X		
21		X	X	

Tabell 11 Provberedning

Kod	Provberedning			
	50/70		160/220	
	Temperatur i värmeskåp, °C	Tid i värmeskåp, min	Temperatur i värmeskåp, °C	Tid i värmeskåp, min
1	160°C	2 tim 10 min	160°C	2 tim 10 min
2	140	60	140	60
3	140°C	1h 45min	130°C	1h 45min
4	140°C	2h 15min.	140°C	2h 15min.
5	140°C	90 min.	128°C	90 min.
6	130°C	120 min	125°C	105 min
7	135 °C	120 minuter	125 °C	90 minuter
8	160	70 min	160	40 min
9	140-150 oC	C:a 120min.	130-140 oC	C:a 120min.
10	140º	110 min	130º	110 min
11	130	110	130	110min
12	140	50min	130	50min
13	140 grader Celsius	75 min	130 grader Celsius	90 min
14	140	60 min	130	60 min
15				
16	135°C	120 min	125°C	110 min
17	140	1h15m	125	1h
18	140	110min	130	100min
19	125	100min	125	100min
20	110	1h	110	1h
21	140	90 min	130	

Tabell 12 Hantering efter upphällning av bitumen

Avluftning efter upphällning							
Kod	Temperatur, °C	Tid, min	Täckt burk (J/N)	Tid för avsvälning	Tid i vattenbad, 25°C	Provbukr, diameter	Provhöjd (bitumen)
1	160°C	5 min	Nej	90 min	90 min	60 mm	51 mm
2	140	5	N	90	90	58	40
3	Nej	Nej	Nej	1h 45min	1h 45min	58 mm	59 mm
4	140°C	2 minuter	Ja	115 min	115 min	60 mm	57 mm
5			J	120 min.	120 min.	60 mm	50 mm
6	130°C	5 min	Nej	90 min, täckt med loc	90 min	60 mm	49 mm
7	I värmeskåp	5 minuter	JA	90 minuter	90 minuter	48 mm	45 mm
8	20	?	Nej	2,5 timmar	4 timmar	56mm	34mm
9	C:a 140oC	5-10min.	J	90-120min.	90-120min.	inre dia.= 59,4mm	52mm
10	140º / 130º	5-10 min	J	90 min	90 min	56	54
11	130	5	Nej	110	120	58	55
12	samma som uppvärms	10min	ja med folie	90min	90min	innerdiam. 59mm	ca 50mm
13	140 grader Celsius	10+10 min	N	90 min	90 min	60 mm	50 mm
14		ca 10 min	Ja	90 min	90 min	60 mm	50 mm
15							
16	Ingen extra avluftning		Ja, vid avsvälning	100 min	100 min	58 mm	ca 55 mm
17	125	8min	n	1h30m	1h30m	58,5mm	55-57mm
18	Som vid provberedning	10min	J	110min	110min	58,80 mm, 68,00 mm	45,00 mm, 35,00 mm
19	125	5min	JA	100min	100min	59mm	över 45mm
20	110	30min	j	1h	1h	58	55
21	Rumstemp. 20	90 min	J	90 min	90 min	70	45

Mjukpunkt

Tabell 13 Temperering av prover till mjukpunkt

Lab	Bitumen 50/70		Bitumen 160/220	
	Temperatur i Värmeskåp	Tid i värmeskåp	Temperatur i Värmeskåp	Tid i värmeskåp
1	160°C	2 tim 10 min	160°C	2 tim 10 min
2	140	60	140	60
3	140°C	1h 45min	130°C	1h 45min
4	140°C	2h 15min.	140°C	2h 15min.
5	140 °C	90 min.	128°C	90 min.
6	130°C	120 min	125°C	105 min
7	135 °C	90 minuter	125 °C	90 minuter
8	160	70 min	160	40 min
9	140-150 °C	C:a 120min.	130-140 °C	C:a 120min.
10	140°	110 min	130°	110min
11	130	110	130	110
12	se ovan på pen	se ovan på pen	se ovan på pen	se ovan på pen
13	140 grader Celsius	75 min	130 grader Celsius	90 min
14	140	60 min	130	60 min
15	140	90	130	90
16	135°C	120 min	125°C	110 min
17	140	1h15m	125	1h
18	140	110min	130	100min
19	125	100min	125	100min
20	110	1h	110	1h
21	140	90	130	90