

# Grip op Asfalt

Eindrapportage

Bitumenkwaliteit en asfalt onderzoek met verschillende bemonsterde bitumina  
en haar invloed op de asfaltkwaliteit



## Colofon

Uitgegeven door Auteur	Rijkswaterstaat & Bouwend Nederland Werkgroep leden
E-mail	steunpunt-wegen-en-geotechniek@rws.nl
Datum	08 december 2024
Versie	Versie 1.0
Status	Definitief
Vrijgave	Alleen werkgroepleden & Opdrachtgever werkgroep.

De auteurs hebben een zo groot mogelijke zorgvuldigheid betracht bij het verwerken van de in deze uitgave vervatte gegevens. Toch moet de mogelijkheid niet worden uitgesloten dat zich onjuistheden in deze uitgave kunnen bevinden. De gebruiker van deze uitgave aanvaardt daarvoor het risico. Rijkswaterstaat en Bouwend Nederland sluit, mede voor de auteursrechthebbenden op bepaalde tekst, figuren en tabellen uit deze uitgave, iedere aansprakelijkheid uit voor schade die mocht voortvloeien uit het gebruik van deze uitgave. Overname uit deze uitgave is toegestaan, mits duidelijke bronvermelding plaatsvindt.

Omslagfoto: Asfalteren A15 nabij Gorinchem zomer 2024

# Voorwoord

Grip op asfalt is een praktisch toegepast onderzoeksproject in navolging van het project 'Grip op Bitumen' binnen het programma Asfalt-Impuls. Het doel was tweeledig: Aanvulling geven op het eerdere bitumenonderzoeksprogramma uit: 'Leerruimte RWS-Boskalis A4' en een openbaar toegankelijk onderzoeksrapport over de huidige kwaliteit van de gebruikte bitumineuze bindmiddelen in Nederland en haar invloeden op de asfaltkwaliteit. Met als wenselijk resultaat een handreiking te geven ter waarborging bitumenkwaliteit voor asfaltproducenten en de uiteindelijke wegbeheerders.

Dit onderzoek is een samenwerking en cofinanciering tussen Rijkswaterstaat en de Vereniging Bitumineuze werken (VBW), welke een onderdeel is van Bouwend Nederland.

Dank gaat uit aan Pascal Kregting en Inge van Vilsteren voor het opzetten en begeleiding van de werkgroep. Aan QRS afdeling van Boskalis Nederland voor het overdragen van de kennis en het delen van de data vanuit de 'Leerruimte' en Natascha Poeran voor haar initiële bijdrage aan de werkgroep. Overige dank gaat uit naar de asfaltcentrales en haar laboranten die hebben bijgedragen aan het bemonsteren van alle benodigde bitumina.

Grip op asfalt is in september 2022 gestart en bestaat bij oplevering uit:

Leden:

Jeroen Besamusca  
Sjaak Damen  
Fahrad Helmand  
Radjan Khedoe  
Liz Mensink  
Sayeda Nahar  
Robbert Naus  
Eric van Oosterhout  
René Stegeman  
Milliyon Woldekidan

# Samenvatting

De kwaliteit van bitumen staat onder druk, wat een grote invloed heeft op de kwaliteit van asfalt. Enerzijds vinden er verschuivingen plaats in de samenstelling van bitumen, voortkomend uit de brandstoffenindustrie, waar factoren zoals verduurzaming en geopolitiek bepalen welke ruwe grondstoffen worden gebruikt. Anderzijds verschuift ook de vraag naar bitumen, met een toenemende vraag naar zachtere PEN-grades.

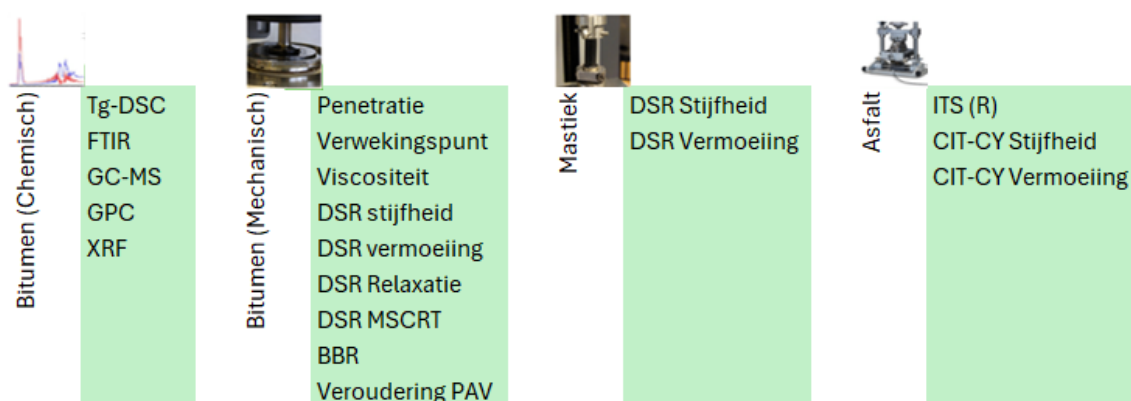
Een constante, beheersbare en aantoonbare kwaliteit van bitumen is van groot belang voor asfaltproducenten en -verwerkers, maar ook voor wegbeheerders. Praktijkervaring in de afgelopen jaren laten zien dat afwijkende kwaliteit kan leiden tot problemen bij productie en verwerking, en tot vroegtijdige schade. Om grip te krijgen op deze kwaliteit, zijn verschillende projecten ondernomen, waaronder Grip op Bitumen, de 'Leerruimte', en nu Grip op Asfalt. Deze projecten hebben als doel meer inzicht te geven in de invloed van veranderingen in bitumenkwaliteit op de kwaliteit van asfalt.

In het Grip op Asfalt-project heeft een team van technisch specialisten van Rijkswaterstaat en de VBW, samen met onafhankelijke experts uit de sector, een uitgebreid programma van chemische en mechanische proeven uitgevoerd op bitumen-, mastiek- en asfalt-niveau. Het primaire doel was om een set proeven te ontwikkelen die veranderingen in bitumenkwaliteit vastleggen en het bitumen met verhoogde risico's op slechtere asfaltkwaliteit kunnen identificeren.

## Onderzoeksprogramma

De methode van 'Grip op Asfalt' (GOA) onderzoekt in uitbreiding van het eerder werk ook de eigenschappen van de verschillende bitumina in mastiek en op asfaltniveau, hiermee wordt de link gelegd tussen de mogelijke afwijkingen die zich vertonen op chemisch vlak, de functionele prestaties van het bindmiddel on- en verouderd, in het mastiek en ook op asfaltniveau.

Terwijl er geavanceerde proeven beschikbaar zijn om veranderingen in bitumenkwaliteit vast te leggen, is in GOA aandacht besteed aan de praktische, eenvoudig toepasbare proeven die de sector snel kan toepassen om kwaliteitsafwijkingen te identificeren. De proeven die hiervoor geselecteerd zijn, zijn dus op basis van beschikbaarheid en uitvoerbaarheid bij de asfaltcentrale, snelheid van beproeven, de zeggingskracht van de proeven of de proef tot een technisch kader kan leiden met aanvullende specificaties van het bindmiddel. De in GOA meegenomen proeven zijn weergegeven in figuur 1.



Figuur 1: Onderzoeksopzet met bijbehorende proeven

## Onderzoeksresultaten

Uit de onderzoeksresultaten blijkt dat er regelmatig sporen van bitumen-vreemde elementen worden aangetroffen in bitumen. Van de 20 bemonsterde penetratiebitumen bevat ongeveer 50% sporen van zulke elementen. Bij bemonsterde polymeergemodificeerde bitumina (PmB) liggen deze percentages nog hoger. Hoewel sommige elementen, zoals ijzer, van nature in bitumen voorkomen, kan de gelijktijdige aanwezigheid van meerdere elementen zoals calcium, fosfor, zink en molybdeen wijzen op de mogelijke toevoeging van secundaire afvalstroomproducten, zoals Recycled Engine Oil Bottoms (REOB). Bij een kwart van de bemonsterde bindmiddelen (zowel penetratie als PmB) overschrijden deze spoorelementen de grenswaarden zoals opgesteld in de REOB-richtlijnen voor brandstoffen voor zeeschepen. Dit bevestigt de hypothese van het onderzoek dat de compositie van het huidige bitumen aan het veranderen is en dat de impact en risico hiervan beheerst moet worden.

Wat betreft de invloed van bitumenvreemde toevoegingen op bitumenkwaliteit, toont de analyse aan dat:

- Hogere concentraties bitumenvreemde toevoegingen een significante invloed hebben op de verouderingseigenschappen van bitumen.
- Een verhoogde verouderingsgevoeligheid van het bitumen leidt tot een verhoogd risico op schade bij lage temperaturen.
- Hogere concentraties bitumenvreemde toevoegingen in bitumen verminderen de waterbestendigheid van het mengsel, wat de duurzaamheid nadelig beïnvloedt.

Wat betreft de zeggingskracht van de proeven, toont de analyse aan dat:

- Er geen enkele proef beschikbaar is die zowel de aanwezigheid van bitumenvreemde stoffen als de invloed op de prestaties van bitumen/asfalt vastlegt.
- XRF het meest geschikte middel is om de aanwezigheid van bitumenvreemde stoffen en specifiek REOB te detecteren, omdat het snel, nauwkeurig en eenvoudig is.
- PAV veroudering gevolgd door BBR de beste methoden zijn om de gevoeligheid voor veroudering van bitumenvreemde stoffen op de functionele eigenschappen van het bitumen te beoordelen, hoewel deze proeven tijdrovend zijn.
- FTIR en DSR niet altijd onderscheidend, maar wel relatief eenvoudige en snelle methoden, zijn om de aanwezigheid van bitumenvreemde toevoegingen indirect te detecteren voor sommige bitumina.
- DSR-mastiek en ITSr relatief eenvoudige proeven zijn met een goede zeggingskracht om de invloed van het vreemde stoffen functioneel te beoordelen, maar ze zijn zeer tijdrovend en niet geschikt als methode voor ingangscntrole.
- GC-MS een geavanceerde proef is die mogelijk kan worden ingezet voor gedetailleerde analyses. Het onderscheidingsvermogen is echter beperkt en de resultaten moeten in perspectief worden geanalyseerd samen met andere proeven.

### Aanbevelingen

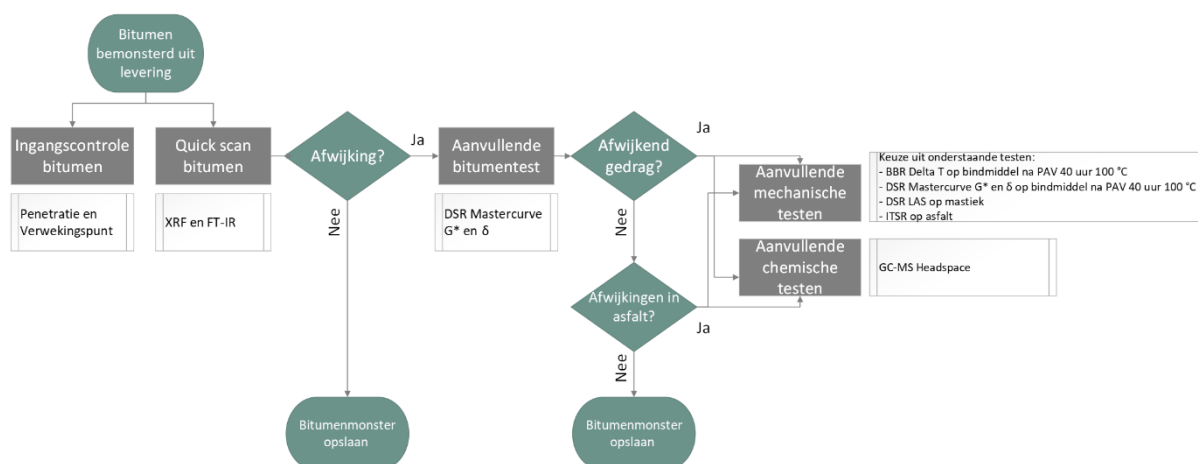
#### Controle op aanwezigheid van bitumenvreemde elementen:

In Europa heeft REOB geen specifieke REACH-registratie, zoals het geval is in de VS, waar REOB een eigen CAS-nummer bezit. In Europa kan hierdoor REOB in bitumen gemengd worden, zonder dat dit gemeld hoeft te worden. Dit brengt risico's met zich mee voor de aannemer en opdrachtgevers. Zolang REOB geen REACH-registratie heeft en deze situatie niet verandert, is het belangrijk om vast te stellen of REOB in het bitumen wel of niet aanwezig is. Aangezien de aanwezigheid van elementen zoals calcium, fosfor, zink en molybdeen niet gangbaar is in petrochemisch afkomstig bitumen, is het belangrijk om strengere controles uit te voeren op de aanwezigheid van deze elementen.

#### Controle inname bindmiddelen:

Gezien de huidige situatie wordt aanbevolen om de volgende controles uit te voeren om risico's te beperken. De testen zijn gekozen op basis van de praktische toepasbaarheid, eenvoud (snel uitvoerbaar), zeggingskracht en de beschikbaarheid van de proef in de sector. Naast de reguliere ingangscntrole penetratie- en verwekingspuntbepaling kan het volgende palet van testen worden uitgevoerd op nieuw bitumen. Zie voor een schematisch overzicht hiervan ook figuur 2.

1. Quick Scan op vers bitumen: XRF en FTIR
2. Bij een geconstateerde afwijking aanvullende bitumentest: DSR mastercurve G\* en fasehoek  $\delta$  van vers bindmiddel
3. Bij afwijkend gedrag kunnen de aanvullende testen worden uitgevoerd om de impact op mengselprestatie te beoordelen:
  - BBR Delta Tc na veroudering in de PAV 40 uur bij 100 °C
  - DSR mastercurve G\* en fasehoek  $\delta$  van bindmiddel na veroudering in de PAV 40 uur bij 100 °C
  - DSR LAS op mastiek
  - ITSr op asfalt
  - GC-MS headspace



Figuur 2: Aanbevolen proeven (screening)

# Inhoudsopgave

Voorwoord.....	3
Samenvatting.....	4
Inleiding.....	7
1. Methode en materialen.....	9
1.1. Methode.....	9
1.1.1 Proeven.....	10
1.1.2 Bemonstering.....	11
1.1.3 Uitvoering.....	11
1.1.4 Analyse.....	11
1.2. Materialen.....	11
1.2.1 Bereiding bindmiddelproefstukken (PAV).....	12
1.2.2 Bereiding mastiekproefstukken.....	13
1.2.3 Bereiding asfaltproefstukken.....	13
1.3. Referenties.....	14
2. Proefresultaten bindmiddel.....	15
2.1. Chemische samenstelling.....	15
2.1.1 XRF.....	15
2.1.2 Headspace GC-MS.....	16
2.1.3 FTIR.....	16
2.1.4 GPC.....	18
2.1.5 TG-DSC.....	21
2.2. Empirische resultaten.....	23
2.2.1 Penetratie.....	23
2.2.2 Verwekingspunt.....	24
2.2.3 Penetratie-index.....	25
2.2.4 Bending Beam Rheometer.....	26
2.2.5 Ductiliteit.....	26
2.3. Functionele eigenschappen.....	28
2.3.1 Viscositeit.....	28
2.3.2 Relaxatie.....	29
2.3.3 Stijfheid en fasehoek.....	30
2.3.4 Vermoeiing.....	34
2.3.5 Vervorming.....	36
2.4. Referenties.....	37
3. Proefresultaten mastiek.....	38
3.1. Frequency sweep resultaten.....	38
3.2. LAS resultaten.....	41
4. Proefresultaten asfalt.....	44
4.1. Indirecte splijtproef.....	44
4.1.1 Splijtsterkte.....	44
4.1.2 Watergevoeligheid.....	45
4.1.3 Splijtenergie en scheurtaaiheid.....	45
4.2. Cyclische proeven.....	46
4.2.1 Stijfheid.....	46
4.2.2 Vermoeiing.....	47
4.3. Referenties.....	48
5. Discussie resultaten.....	49
6. Conclusie.....	51

## Bijlagen

- Bijlage 1: Totaaloverzicht bitumina en proeven
- Bijlage 2: Bereiding en beproeven mastiekmonster
- Bijlage 3: Bitumen-eigen elementen XRF
- Bijlage 4: Uitslag headspace GC-MS
- Bijlage 5: Sulfoxide (S=O) groepen FTIR
- Bijlage 6: Uitslag GPC
- Bijlage 7: Equiviscositeitsmetingen voor polymeeergemodificeerde bitumina
- Bijlage 8: Viscositeitsmetingen
- Bijlage 9: Cross-over parameters van bitumina
- Bijlage 10: Cross-over parameters van de mastieken
- Bijlage 11: Resultaten Asfalt

# Inleiding

Bitumen en haar kwaliteit is een veel besproken aandachtspunt dat al lang speelt, wereldwijd en in Nederland. Deze discussie wordt verder gevoed door de ontwikkelingen op het gebied van de herkomst van het bitumen en verduurzamingsontwikkelingen van zowel de asfaltsector, als van producten hogerop in de aardolie-keten. De discussie wordt bovendien versterkt doordat de huidige eisen aan het bindmiddel slecht vertalen naar de verwachte prestatie van het bindmiddel in asfalt in de praktijk. Daarmee ontstaan er soms onverwachte en onverklaarbare resultaten in het asfalt, zowel tijdens productie, verwerking, en in de eerste jaren na aanleg. Deze kwaliteitsissues vormt een risico voor zowel de aannemer als de wegbeheerder, waardoor beide partijen gebaat zijn bij meer grip op hun asfalt.

## Geschiedenis

In 2020 is in het programma Asfalt-Impuls, een samenwerkingsinitiatief van de gehele asfaltsector, het programma 'Grip op Bitumen' opgeleverd. Haar doelstellingen waren om de meest recente bitumenontwikkelingen te beschrijven en de relevante bitumenkenmerken en de spreiding daarvan te benoemen. Dit resulteerde in het rapport: 'Asfalt Impuls, Grip op Bitumen – eindverslag' (2021) [1]. In de navolgende periode van 2020-2022 speelde er, in navolging van onverklaarbare verwerkingsproblemen en vroegtijdige schades op de A4 in 2019, een onderzoeksprogramma 'De leerruimte' waarin Rijkswaterstaat en aannemer Boskalis gezamenlijk onderzoek deden naar bitumenkwaliteit als mogelijke oorzaak voor de onverklaarbare problemen. Verschillende resultaten uit dat onderzoek zijn gepubliceerd in: 'The unexpected addition of materials to bitumen in the Netherlands, J. Besamusca, et al.' (2023) [2].

Vanwege de beperkte, maar inzichtelijk onderscheidende, resultaten en de meerwaarde voor gehele asfaltbranche is er gezamenlijk tussen Bouwend Nederland en Rijkswaterstaat besloten tot een opvolging en verdere invulling van de twee eerdere onderzoeksprogramma's. Dit werd 'Grip op Asfalt' en is gestart eind 2022.

## Probleemstelling

Bitumen voor de wegenbouw, penetratie bitumen NEN-EN 12591 [3] en gemodificeerde bitumen NEN-EN 14023 [4], die volgens CE geleverd zijn, voldoen eigenlijk altijd bij het afleveren bij de asfaltcentrale aan de opgegeven specificaties van penetratie en verwerkingspunt. Toch ontstaan er soms onverwachte en onverklaarbare problemen zowel tijdens productie, verwerking, en in de eerste jaren na aanleg. De oorzaak hiervan kan meervoudig zijn: De chemische samenstelling van het bitumen, de gebruikte blend, of het toevoegen van niet nader gespecificeerde en gedeclareerde additieven om het bitumen op specificatie te brengen [1]. Een veel genoemd component hierin zijn Recycled Engine Oil Bottoms, REOB, of Vacuum Tower Asphalt Extenders, VTAE. Dergelijke toevoegingen aan het bitumen kunnen leiden tot versneld verouderd gedrag, instabiliteit van het bitumen, of ander niet te specificeren gedrag tijdens verwerking en levensduur.

Ondanks dat de huidige NEN-EN 12591:2009 en NEN-EN 14023:2010 deels voorzien in eisen voor korte termijn veroudering, middels behoud van de penetratie en het verwerkingspunt, borgt dit onvoldoende de gewenste kwaliteit en gedrag van het huidige bitumen. Tevens is het bitumen allang verwerkt in het asfalt en aangelegd voordat de testresultaten van deze proef beschikbaar zijn.

Het is dus noodzakelijk om een methode te ontwikkelen en te onderbouwen, die op basis van snelle proeven op het bitumen bij de poort van de asfaltcentrale, kan bepalen of het bitumen mogelijke afwijkingen vertoont

## Doel

Het doel van Grip op Asfalt is het identificeren van eigenschappen, testmethoden en parameters die gebruikt kunnen worden om significante (negatieve) gevolgen van verschillende bitumen op de asfaltkwaliteit te belichten en onderscheiden. Met als bijkomend resultaat een werkzame handreiking aan de gehele asfaltsector om simpel, tijdsarm en praktijkvriendelijk een extra keuring aan de poort van de asfaltcentrale uit te kunnen voeren, welke risico gestuurd vanuit de resultaten van dit onderzoek, mogelijke onverklaarbare praktijkafwijkingen kunnen helpen voorkomen.

## Scope

Het onderzoek is gericht op de dagelijks toegepaste penetratiebitumina en polymeer-gemodificeerde bitumina in de huidige Nederlandse wegenbouwmarkt.

## Leeswijzer

Dit rapport is een samenvoeging van zowel de resultaten uit 'de leerruimte' als 'Grip op Asfalt'. Niet alle proeven zijn in beide programma's uitgevoerd, waardoor het soms lijkt dat gegevens ontbreken. Het wordt aanbevolen om het totaaloverzicht uit bijlage 1 bij te hand te nemen bij het lezen van de onderzoeksresultaten.

Het rapport is als volgt opgebouwd: Als eerste worden de soorten bitumina, de bijbehorende proeven en de bijbehorende onderzoeksmethode gegeven in hoofdstuk 1. Waarbij in hoofdstuk 2 de chemische, empirische en functionele resultaten op bindmiddel zijn gegeven. Hoofdstuk 3 geeft opvolgend het resultaat op mastiekniveau en hoofdstuk 4 de resultaten op asfaltniveau. In hoofdstuk 5 volgt de algemene discussie en aandachtspunten, met de conclusies en aanbevelingen in hoofdstuk 6.

## Referenties

- [1] Werkgroep Asphalt Impuls – Grip op bitumen. Eindverslag Grip op Bitumen, CROW (November 2021).
- [2] J. Besamusca et al. The unexpected addition of materials to bitumen in the Netherlands, EATA (2021).
- [3] NEN-EN 12591:2009 – Bitumen en bitumineuze bindmiddelen – Specificaties voor penetratiebitumen.
- [4] NEN-EN 14023:2010 – Bitumen en bitumineuze bindmiddelen – Specificaties voor met polymeren gemodificeerd bitumen.



# 1. Methode en materialen

In dit hoofdstuk wordt de onderzoeksmethode gegeven, alsmede de proeven en conform welke normering, dan wel afwijking daarvan, ze zijn uitgevoerd. Als tweede is een overzicht van alle bitumina die zijn onderzocht gegeven, inclusief de asfaltsamenstelling en gebruikte bouwstoffen.

## 1.1. Methode

Dit onderzoek is een voortzetting en uitbreiding van de resultaten van 'de leerruimte'. Dit onderzoek en haar opzet is grotendeels gebaseerd op de aanbevelingen daaruit. 'De leerruimte' richtte zich voornamelijk op de kwaliteit van het bitumen en de relatie tussen de chemische samenstelling en het on- en verouderd functioneel gedrag van het bitumen. Omdat de resultaten van 'de leerruimte' te specifiek waren en statistisch niet betrouwbaar waren om een uitspraak te doen, is ervoor gekozen om deze resultaten niet los te publiceren.

De methode van 'Grip op Asfalt' onderzoekt in uitbreiding van het eerder werk ook de eigenschappen van de verschillende bitumina in mastiek en op asfaltniveau, hiermee wordt de link gelegd tussen de mogelijke afwijkingen die zich vertonen op chemisch vlak, de functionele prestaties van het bindmiddel onverouderd en verouderd, in het mastiek en ook op het uiteindelijke asfaltniveau.

### Overwegingen

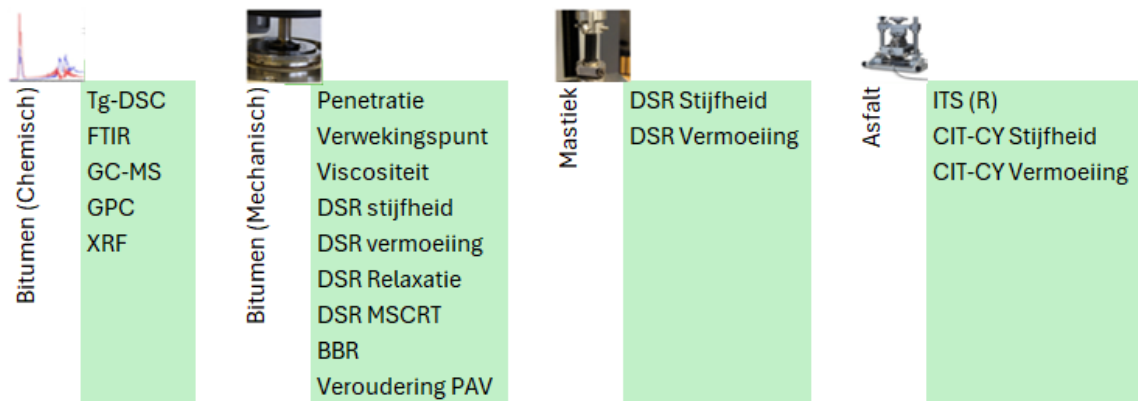
Er zijn vele proeven besproken om tot een keuze te komen van de in Grip op Asfalt samengestelde set, die het gedrag van bitumen en mastiek aan het gedrag van asfalt moet linken. Binnen voorafgaand project de 'Leerruimte' zijn matrices besproken die bitumen-eigenschappen aan proeven en aan asfalt-eigenschappen relateren. Deze matrices waren afkomstig uit onderzoek van het Asfalt Impuls 'Grip op Bitumen'-project.

Binnen het Grip op Asfalt project zijn aanbevelingen en ervaringen van beide voorgaande projecten meegenomen. Afwegingen in de samenstelling van de opzet zijn onder andere de kosten van proeven geweest, het benodigde aantal bitumenmonsters voor representativiteit, de zeggingskracht en eenvoud van een proef en de ervaring en beschikbaarheid van de proeven in Nederland. Aan de hand van deze voorgaande kennis, en de overleggen die geleid hebben tot het huidige proevenpakket, zijn o.a. de volgende proeven aan bod gekomen maar niet meegenomen:

- De korte-termijn veroudering na RTFOT en haar functionele prestaties. De focus is binnen dit onderzoek gelegd op lange-termijn verouderingsgedrag na PAV.
- De kookpuntverdeling (d.m.v. gesimuleerde destillatie) is niet in het testplan opgenomen, hoewel deze ook afwijkend gedrag kan aantonen van een bindmiddel. De mogelijkheid om de proefresultaten te koppelen aan het functioneel gedrag was het belangrijkste afwegingspunt hier.
- Breekpunt Fraass is niet meegenomen. Deze is dubbelop geacht met de keuze van de werkgroep voor de BBR en DSC proeven en is minder accuraat en onderscheidend.
- Termal Stress Restrained Specimen Test (TSRST). Deze test geeft informatie over het krimpgedrag en brose breukgedrag van asfalt. Echter is er binnen Nederland weinig ervaring met deze test, en wordt het gedrag bij lage temperaturen ondervangen door de keuze voor de BBR-test en DSR relaxatie en DSR Mastercurve op bitumen-niveau.
- Rolling bottle test. Deze proef onderzoekt de adhesieve interactie tussen bitumen en steen. Vanwege de scope en de invloed van het type steen is deze niet meegenomen in het onderzoek. Daarbij is de adhesie ook deels geborgd in de watergevoeligheidsproef en zou deze proef daarbij enkel een verdere onderbouwing geven.

### Gekozen onderzoeksopzet

De onderzoeksmethode is vierdelig opgebouwd: onderzoek op de chemische aspecten van het bitumen. De mechanische functionele eigenschappen van het bitumen en dit zowel onverouderd als lange termijn verouderd. De functionele eigenschappen van mastiek. En uiteindelijk de asfalteigenschappen. De gevonden resultaten worden hierbij per niveau met elkaar vergeleken op karakteristiek gedrag en afwijkingen. De belangrijkste relatie die gelegd moet worden zijn die tussen de chemische aspecten en die van het uiteindelijke asfaltniveau en dat die zich ook kenmerken in het functionele bitumen gedrag, waardoor het mogelijk wordt het bindmiddel beter functioneel te typeren op haar relatie tussen een snelle quick-scan op chemische aspecten en haar daadwerkelijk prestaties in het asfalt. Zie voor het overzicht van proeven ook figuur 1.1.



Figuur 1.1: Overzicht van beproevingsplan binnen Grip op Asfalt.

De proeven die hiervoor geselecteerd zijn op basis van beschikbaarheid en uitvoerbaarheid bij de asfaltcentrale, snelheid van beproeven, de zeggingskracht van de proef, de gedetailleerdheid van de proef en of de proef tot een technisch kader kan leiden met aanvullende specificaties van het bindmiddel. De ervaringen en resultaten vanuit 'de leerruimte' hebben hier ook grotendeels aan bijgedragen. Waarbij de ervaringen van 'de leerruimte' ook in 2 fasen zijn opgebouwd: Het eerste interne onderzoek gericht op de XRF-methode en de latere uitbreidingen daarvan op functioneel gedrag op bitumenniveau.

Het gekozen asfaltmengsel is een SMA 5. Dit is geen gangbaar mengsel. Maar een bitumenrijk, klein korrelig en relatief homogeen te beschouwen asfaltmengsel. Daarmee is de gelijkenis met mastiek zo groot mogelijk, met het doel om zoveel mogelijk te leren van de vertaalslag van gedrag van mastiek naar gedrag van asfalt.

### 1.1.1 Proeven

De proeven en de uitvoeringswijze zijn weergegeven in tabel 1.1. Indien proeven door afwijkingen toch anders zijn beproefd is dat vermeld bij het resultaat. Bepaalde proeven uit 'de leerruimte' zijn ook anders beproefd en dat is ook vermeld bij het resultaat en of een vergelijking dan ook mogelijk is. Het totaaloverzicht met welke proef op welk bitumen is uitgevoerd is weergegeven in Bijlage 1.

**Tabel 1.1: Proeven, standaarden en specifieke uitvoeringscondities.**

Proef	Standaard	Condities
<b>Bitumen mechanisch/functioneel</b>		
Penetratie	NEN-EN 1426:2015	T: 25 °C
Verwerkingspunt	NEN-EN 1427:2015	
Bending Beam Rheometer	EN 14771 - februari 2022 Ontw.	$\Delta T_c = T_s=300\text{MPa} - T_m=0.3 \text{ [}^\circ\text{C]}$
Kracht ductiliteit	EN 13589	T: +10 °C
Viscositeit	EN 13302	Met DSR - 100 °C - 135 °C - 150 °C - 165 °C - 185 °C
Amplitude Sweep + Frequency Sweep	EN 14770	T: - 10 °C - + 60 °C met stappen va 10 C; f: 0,1 - 400 rad/s
LAS	AASHTO T391-20	T: 10 °C vers en 20°C na PAV
Relaxatie	-	T: -10 °C en 60 minuten
MSCRT	prEN 16659:2024 ontw	Starttemp: 40 °C - Interval 5 °C tot falen/verwerkingspunt. - %R0,1 kPa en %R3,2 kPa

#### Bitumen chemisch

GPC		Methode KPI
Tg - DSC	ASTM E 1356	Methode Q8
Headspace-GC-MS x0,5		Methode Q8
FTIR	ATR - methode	Piekhoogte C=O @ 1700 cm-1 Oppervlakte 1720 - 1547 cm-1 Piekhoogte S=O @ 1033 cm-1 Oppervlakte 1067 - 1000 cm-1 Totale oppervlakte: 1810 - 500 cm-1 (baseline)
XRF	ASTM D 6443 - Calcium + Zink ASTM D 4927 - Fosfor	

#### Verouderingsprotocol

PAV veroudering	EN 14769	100 °C, 40 uur
-----------------	----------	----------------

#### Mastiek

proefstukbereiding	Granulatie	Ø 12 mm, in duplo
Frequency Sweep	EN 14770	T: - 10 °C - + 60 °C (+80 °C PMB) met stappen va 10 C; f: 0,1 - 400 rad/s
LAS	AASHTO T391-20	T: 20 °C, individueel ook aangepast

#### Asfalt

Proefstukbereiding		Maken 1 plaat per mengsel Boren 16 proefstukken - Ø 100 mm - h: 50 mm (ITS); h: 50 mm (CIT-CY) Protocol Functioneel opleveren
ITS(R)	NEN-EN 12697-23:2017	T: 15 °C
	NEN-EN 12697-12:2018	Serie van minimaal 4 proefstukken
CIT-CY vermoeiing	NEN-EN 12697-24:2018	f: 10 Hz; T: 20 °C
CIT-CY stijfheid	NEN-EN 12697-26:2018+A1:2022 en	f: 30; 10; 8; 5; 2; 1; 0,5; 0,2; 0,1; 30 Hz; T: 20 °C Serie van minimaal 9 proefstukken

### 1.1.2 Bemonstering

De bemonstering vond plaats binnen de poort van de asfaltcentrale op 4 verschillende classificaties penetratiebitumen, met een totaal van 20 bitumenmonsters en in totaal 12 polymeergemodificeerde bitumina. De bemonstering is totaal willekeurig gebeurt zonder vooraf de bitumenleverancier in te lichten. Dit is bij verschillende asfaltcentrales gebeurt op verschillende willekeurige datums. De monsternaam vond plaats tijdens het lossen van de bitumenvracht. Uitgangspunt was wel om alle reguliere leveranciers in de Nederlandse bitumenmarkt te bemonsteren. In totaal zijn er 9 verschillende leveranciers bemonsterd.

### 1.1.3 Uitvoering

De proeven zijn verdeeld onder de deelnemers van Grip op Asfalt. Hierbij heeft extern laboratorium Geos te Wellen (B) de mechanische proeven uitgevoerd op alle bitumina inclusief de PAV-veroudering. Q8 te Rotterdam heeft de chemische proeven op alle bitumina uitgevoerd. KWS te Hoogblokland heeft de DSR penetratiebitumina functioneel beproefd. Boskalis-QRS te Rotterdam heeft de PMB bitumen functioneel beproefd. Dibec te Leerdam heeft de asfaltproefstukken geproduceerd en beproefd met penetratiebitumen. AKC te Venlo heeft de asfaltproefstukken geproduceerd en beproefd van het PMB bitumen. Ze hebben hiervoor dezelfde bouwstoffen gebruikt. Dura Vermeer te Eemnes heeft het mastiek teruggewonnen uit de asfaltproefstukken en hier het mastiekonderzoek op alle bitumina uitgevoerd. De onderzoeken uit 'de leerruimte' zijn geheel uitgevoerd door Q8 te Rotterdam en Boskalis-QRS te Rotterdam.

### 1.1.4 Analyse

De resultaten worden per proef en per bitumen-grade onderling vergeleken waarbij uitbijters benoemd worden. Hierna volgt een niveau vergelijking waarbij de afwijkingen ook stelselmatig doorwerken, zo ja bij welke proeven en wat die afwijking is. Als laatste wordt beoordeeld welke proeven de grootste invloed hebben op de daadwerkelijke asfaltkwaliteit en de grootste preventieve zeggingskracht hebben.

## 1.2. Materialen

In totaal zijn er 3 verschillende bitumen bemonsteringsreeksen geweest. Het eerste moment vond plaats in 2019-2020 als reguliere ingangscntrole van de asfaltmolen, en zijn gebruikt als initieel onderzoek na de verwerkingsproblematiek en wat tot invulling heeft geleid van 'de leerruimte'. Dit zijn in totaal 10 PMB's geweest en zijn als 8D t/m 29D genummerd.

In bemonsteringsreeks 2 van 'de leerruimte' zijn 9 penetratiebitumina en 7 PmB's bemonsterd in de periode 2021-2022. 'Grip op Asfalt' heeft 11 penetratiebitumina en 5 PmB's in 2023 bemonsterd. De 'leerruimte' monsters zijn gelabeld als 8D t/m 29D en A t/m P. Grip op asfalt monsters zijn 1 t/m 16 gelabeld. In tabel 1.2 is het complete overzicht gegeven van de bemonsterde bitumina. Het totaaloverzicht met welke proeven er op welk bitumen en waarop mastiek en asfaltonderzoek is uitgevoerd is gegeven in Bijlage 1. De leveranciers zijn geanonimiseerd, maar wel bekend.

**Tabel 1.2: Overzichtstabel met bemonsterde bitumina, haar datum en codering**

monster	grade	Bemonstering
8		mei 2023
14	10/20 MG	oktober 2023
G		2022
H		2022
4		april 2023
9		2023
11	40/60	juni 2023
I		2022
J		2022
1		maart 2023
3		april 2023
5		april 2023
13	70/100	augustus 2023
K		2022
L		2022
P		2022
6		april 203
10	160/220	juni 2023
M		2022
N		2022
2	65/105-80	maart 2023
7	85/130-80	november 2023
12	75/130-60	augustus 2023
15	45/80-60	oktober 2023
16	60/90-90	oktober 2023
A	60/90-80	2021
B	45/80-65	2021
C	65/105-80	2021
D	60/90-90	mei 2022
E	65/105-80	juni 2022
F	85/130-80	juni 2022
O	60/90-90	2021
8D	60/90-90	november 2019
10D	75/130-60	september 2019
13D	70/130-50	november 2019
14D	60/90-90	oktober 2016
16D	85/130-80	januari 2020
17D	65/105-80	januari 2020
24D	60/90-90	februari 2020
26D	-	2020
28D	80/120-80	2020
29D	65/105-80	2020

### 1.2.1 Bereiding bindmiddelproefstukken (PAV)

De lange termijn veroudering op het bitumen is uitgevoerd conform EN14769 [1], middels PAV bij 100°C voor 40 uur. Er heeft geen korte-termijn veroudering hier voorafgaand plaatsgevonden.

### 1.2.2 Bereiding mastiekproefstukken.

De mastiek (bitumen, vulstof en zand) is verkregen middels het granuleren van een asfaltmonster, specifiek twee boorkernen. De boorkernen zijn uit dezelfde asfaltplaat getrokken als waarop het asfaltonderzoek plaatsvindt. De complete beschrijving voor het bereiden en beproeven van een mastiekmonster is opgenomen in bijlage 2.

### 1.2.3 Bereiding asfaltproefstukken

Het gekozen asfaltmengsel is een SMA 5, wat geen gangbaar mengsel is. Deze keuze is gemaakt om de gelijkheid met mastiek zo groot mogelijk te houden. De stap van mastiek naar asfaltmengsel is dus zo klein mogelijk, met het doel om zoveel mogelijk te leren van de vertaalslag van gedrag van mastiek naar gedrag van asfalt.

In het laboratorium zijn platen asfalt met een dikte van minimaal 70 mm geproduceerd met de onderstaande samenstelling. De enige variatie is het gebruikte bindmiddel. Uit deze laboratorium verdichte platen zijn cilindrische proefstukken met een diameter van 100 mm geboord. Na het boren worden aan de boven- en onderzijde van de kern gelijke hoeveelheden asfalt verwijderd om tot een proefstukhoogte van 50 mm te komen. De gebruikte bouwstoffen, samenstelling en eigenschappen van de proefstukken zijn te vinden in tabellen 1.3, 1.4 en 1.5.

Tabel 1.3: Bouwstoffen SMA 5

Bouwstof	Samenstelling [% m/m]
Bestone 2/5	72,3
Rivierzand 0/2	4,5
Bestone brekerszand 0/2	4,5
Wigro	11,3
Bindmiddel	7,2
Afdruipremmer	0,3

Tabel 1.4: Doelsamenstelling SMA 5

Door Zeef	[%]
8 mm	100
5,6 mm	97,3
4 mm	74,0
2 mm	30,0
0,5 mm	17,2
0,063 mm	10,8
Bindmiddelgehalte 'in'	7,2

Tabel 1.5: Eigenschappen SMA 5

Mengseleigenschappen	
Streefdichtheid	2325 [kg/m <sup>3</sup> ]
Holle Ruimte	4,0 [%]

Op cilindrische asfaltproefstukken uit deze platen zijn de volgende proeven uitgevoerd:

- ITS(R) volgens NEN-EN 12697-23:2017 [2] en 12697-12:2018 [3] bij 15°C
- CIT-CY Stijfheid volgens NEN-EN 12697-26:2018 + A1:2022 [4] bij 20°C
- CIT-CY Vermoeiing volgens NEN-EN 12697-24:2018 [5] bij 20°C en 10 Hz.

Voor de asfaltproeven zijn minimaal 18 kernen nodig, met een diameter van 100 mm en een hoogte van 50 mm. Voor de ITS(R)-proeven zijn minimaal 8 proefstukken nodig, waarvan 4 proefstukken worden geconditioneerd. Voor de CIT-CY-proeven zijn minimaal 10 proefstukken nodig: 9 proefstukken voor de daadwerkelijke stijfheids- en vermoeiingsproeven en één proefstuk om het gewenste kracht/vervormingsniveau vast te stellen.

Voorafgaand aan de vermoeiingsproeven wordt de stijfheid bij verschillende frequenties bepaald ('frequency sweep') conform Annex F van NEN-EN 12697-26. De CIT-CY-vermoeiingsproeven worden uitgevoerd conform Annex F van NEN-EN 12697-24 bij 10 Hz en bij 3 verschillende krachtniveaus, waarbij per krachtniveau minimaal 3 kernen worden beproefd.

Uit de platen zijn ook minimaal 2 kernen genomen voor mastiekonderzoek. De veroudering van de mastiek is daarmee hetzelfde als die van de asfaltproefstukken.

### 1.3. Referenties

- [1] NEN-EN14769:2023 – Bitumen en bitumineuze bindmiddelen – Lange-termijn verouderingsconditionering met een verouderingsdrukvat (PAV).
- [2] NEN-EN 12697-23:2017 – Bitumineuze mengsels – Beproevingmethoden – Deel 23: Bepaling van de splijttreksterkte van bitumineuze proefstukken.
- [3] NEN-EN 12697-12:2018 – Bitumineuze mengsels – Beproevingmethoden – Deel 12: Bepaling van de watergevoeligheid.
- [4] NEN-EN 12697-26+A1:2022 - Bitumineuze mengsels – Beproevingmethoden – Deel 26: Stugheid.
- [5] NEN-EN 12697-24:2018 - Bitumineuze mengsels – Beproevingmethoden – Deel 24: Weerstand tegen vermoeiing.

## 2. Proefresultaten bindmiddel

### 2.1. Chemische samenstelling

Met proeven zoals XRF, GC-MS en FTIR kan informatie opgedaan worden over de chemische componenten die aanwezig zijn in bitumen. In dit hoofdstuk wordt onder meer nagelopen welke componenten van nature niet in bitumen voor komen. Daarnaast kan met FTIR en GPC, en met thermale analyse d.m.v. DSC, inzicht verkregen worden in afwijkend verouderingsgedrag van een bindmiddel.

#### 2.1.1 XRF

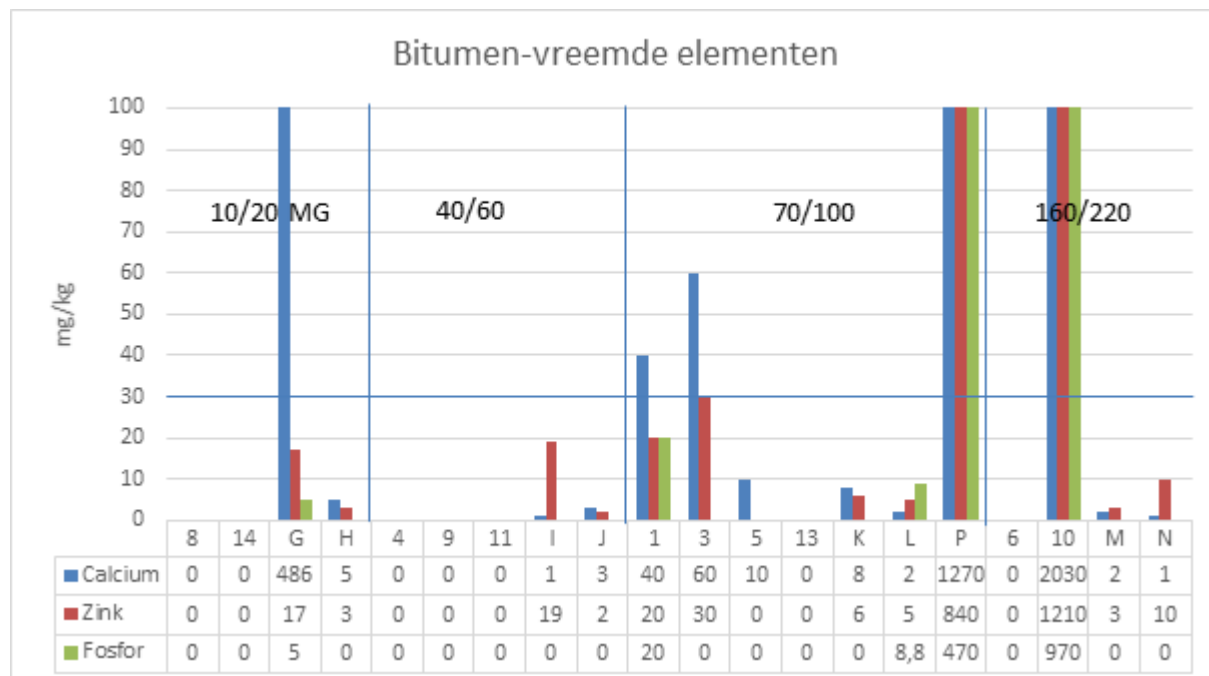
Met XRF is onderzoek gedaan naar zowel bitumen-eigen als bitumen-vreemde elementen. De gemeten bitumen-vreemde elementen als Calcium, Zink en Fosfor kunnen duiden op de aanwezigheid van REOB in de bitumina. Voor interpretatie van deze waarden zijn FHWA-HRT-18-043 [1] en ISO 8217 [2] inzichtelijk. De bron van FHWA weet de concentratie van REOB in asfalt te linken aan de hoeveelheid calcium die wordt aangetroffen door middel van XRF. De ISO 8217 standaard stelt voor maritieme brandstoffen een grens aan inmenging van REOB, waarbij een maximum geldt van 30 mg/kg calcium in combinatie met 15 mg/kg zink en/of fosfor, als inmenging van REOB. De voor bitumen in XRF bepaalde waarden zijn weergegeven in figuur 2.1 voor penetratie-bitumen, en figuur 2.2 voor polymeer-gemodificeerd bitumen.

Hieruit blijkt het volgende:

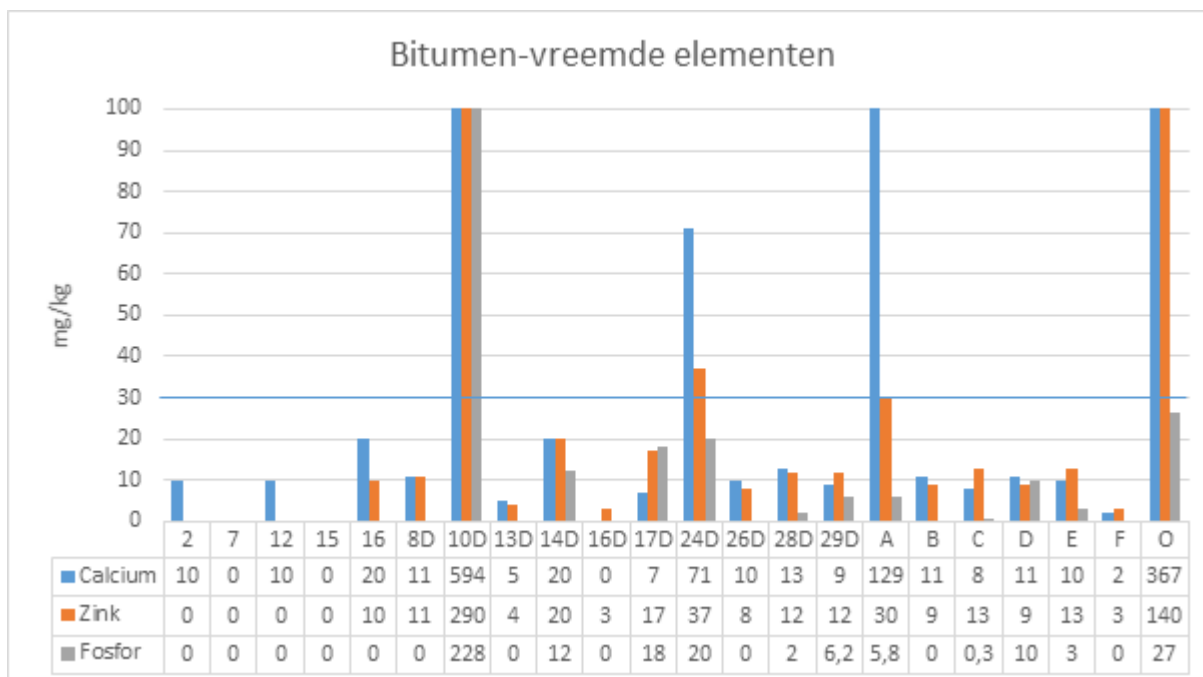
- 10/20MG sample G bevat REOB
- 70/100 samples 1,3 en P bevatten REOB
- 160/220 sample 10 bevat REOB
- PmB samples 10D, 24D, A en O bevatten REOB.

De onderlinge concentratie-verschillen zijn echter heel groot. Meerdere samples hebben dusdanig hoge concentraties vreemde spoorelementen, dat ervoor gekozen is deze waarden niet op volledig op de grafiek uit te drukken. Wat ook opvalt, is dat een aantal samples (70/100 bitumen 5, en PmB's 2 en 12) enkel calcium bevatten. Het is de auteurs onbekend waar dit aan kan liggen.

Voor volledigheid is in bijlage 3 ook de aanwezigheid van bitumen-eigen elementen opgenomen. Bitumen-eigen elementen zijn onder andere het zwavel-percentage, en de spoorelementen vanadium en nikkel. Er viel hierbij op dat alle geteste bitumina een relatief laag zwavelgehalte bezitten. 70/100 bitumen 5 heeft zelfs <1% zwavel. De verhoudingen van vanadium, nikkel en zwavel waren niet terug te herleiden naar single crude origin bitumina. Uit de bitumen-eigen elementen konden derhalve geen conclusies worden getrokken.



Figuur 2.1: XRF-uitslag voor aanwezigheid van spoorelementen Calcium, Zink en Fosfor in penetratiebitumina.



**Figuur 2.2: XRF-uitslag voor aanwezigheid van sporelementen Calcium, Zink en Fosfor in polymeergemodificeerde bitumina.**

### 2.1.2 Headspace GC-MS

Om te analyseren welke dampen er vrijkomen bij verhitting van de verschillende bitumina, is Headspace GC-MS uitgevoerd. Headspace GC-MS is geschikt voor het identificeren welke stoffen er aanwezig zijn in de dampen vrijkomend uit het bitumen. Er is de auteurs geen eenduidige werkwijze bekend voor het bepalen en interpreteren van dampen uit bitumen door middel van GC-MS, hiervoor is een werkwijze gebruikt van Q8.

Naast verschillende koolwaterstof-verbindingen die te verwachten zijn voor bitumina, zijn hier enkele opvallende substanties aangetroffen die niet bitumen-eigen zijn. Zo zijn in de dampen van PMB 2, 70/100 bitumen P, en 160/220 bitumen 10 siloxanen aangetroffen. De aangetroffen siloxanen worden veelal gebruikt als smeermiddelen, of anti-schuimmiddelen. In PMB 7 is een butylated hydroxytoluene antioxidant aangetroffen. In bijlage 4 is een tabel van de aangetroffen substanties per bitumen weergegeven.

### 2.1.3 FTIR

Met FTIR kan enerzijds gecontroleerd worden of afwijkende chemische groepen aanwezig zijn, en anderzijds kan door monitoring van carbonyl-groepen voor en na veroudering, een afwijkend verouderingsgedrag aangetoond worden. De ATR-FTIR metingen zijn verricht volgens de werkwijze van Q8. In bijlage 5 zijn aanvullend FTIR-analyses van de sulfoxide-pieken voor en na veroudering te vinden.

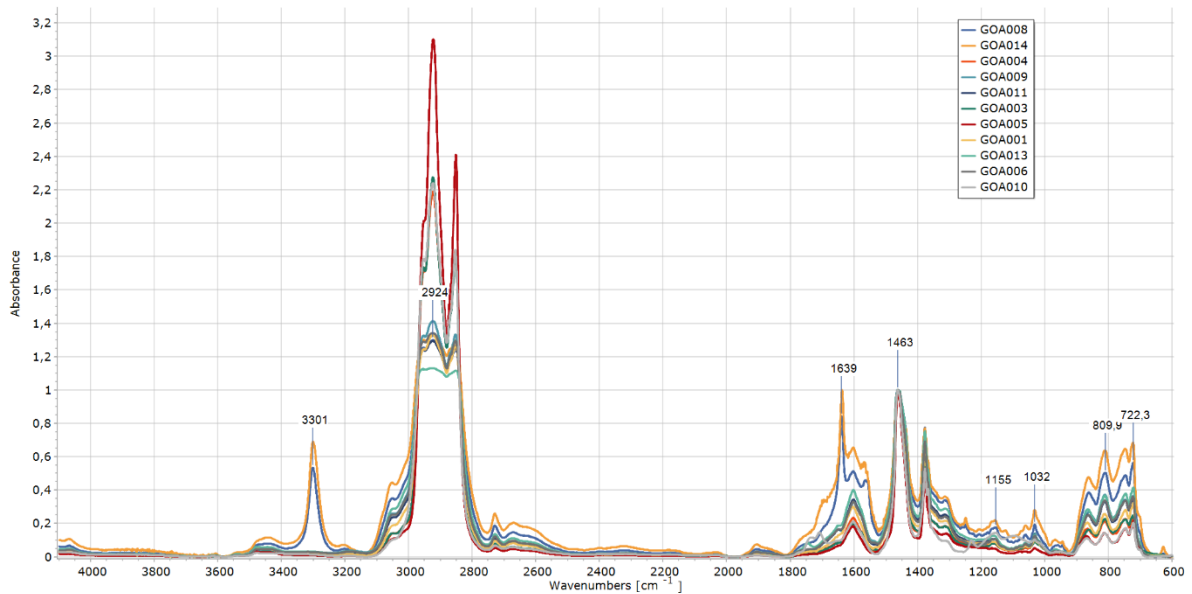
In figuur 2.3 is het volledige FTIR-spectrum voor een aantal penetratiebitumina te zien.

- In 160/220 bitumen 10 is in het FTIR-spectrum een piek rond  $1230\text{ cm}^{-1}$  waarneembaar. Deze piek duidt op PolyIsoButylene (PIB), wat afkomstig kan zijn van REOB uit de automobiellindustrie. Hier willen de auteurs de disclaimer plaatsen dat er ook REOB zonder PIB bestaat, en dat PIB ook in enkele gevallen toegepast wordt in bitumen, maar dat dit in principe niet in reguliere penetratie-bitumen mag voorkomen.
- 10/20 MG bitumina 8 en 14 vertonen ongebruikelijke amine-pieken ( $R_2\text{-NH}$ ) rond  $3301\text{ cm}^{-1}$  en  $1639\text{ cm}^{-1}$ . Dit kan voortkomen uit de toepassing van viscositeits-modificaties.

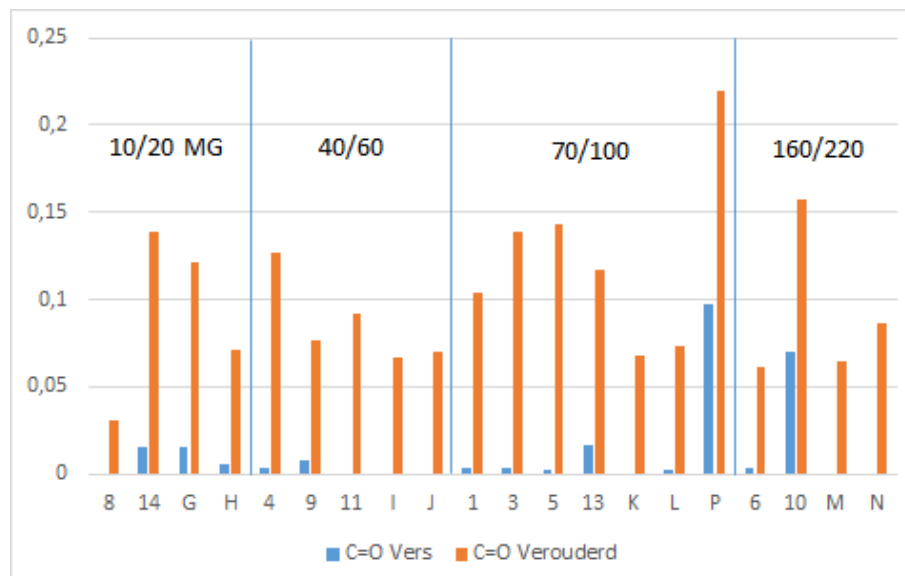
Figuur 2.4 laat de carbonyl-groepen zien vóór en na veroudering voor penetratiebitumen.

- 160/220 bitumen 10 en 70/100 bitumen P vertonen reeds carbonyl-pieken vóór veroudering. De precieze oorzaak hiervan is onduidelijk, dit zou bijvoorbeeld kunnen komen door aanwezigheid van REOB, of door de toepassing van 'Atmospheric Bottom Residues.' In principe komt dit niet voor in bitumen, aangezien bitumen zelf uit 'Vacuum Residue Bottoms' bestaat. Beide samples vertonen ook duidelijke aanwezigheid van REOB in XRF-analyse (zie ook paragraaf 2.1.1).





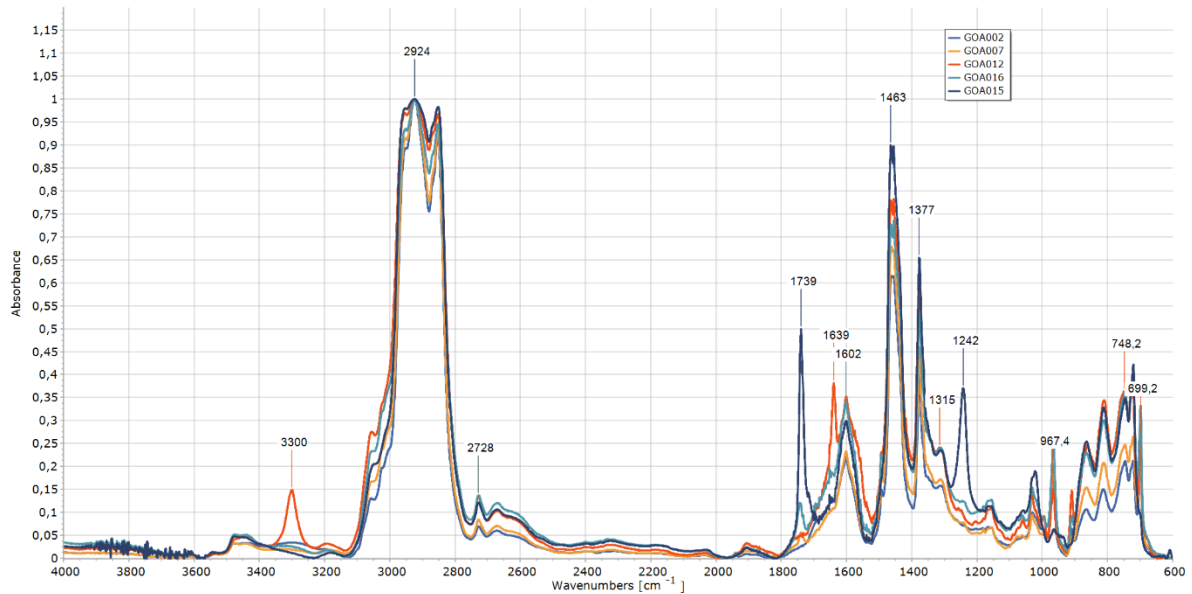
**Figuur 2.3: FTIR-spectrum van verse bemonsterde penetratiebitumina.**



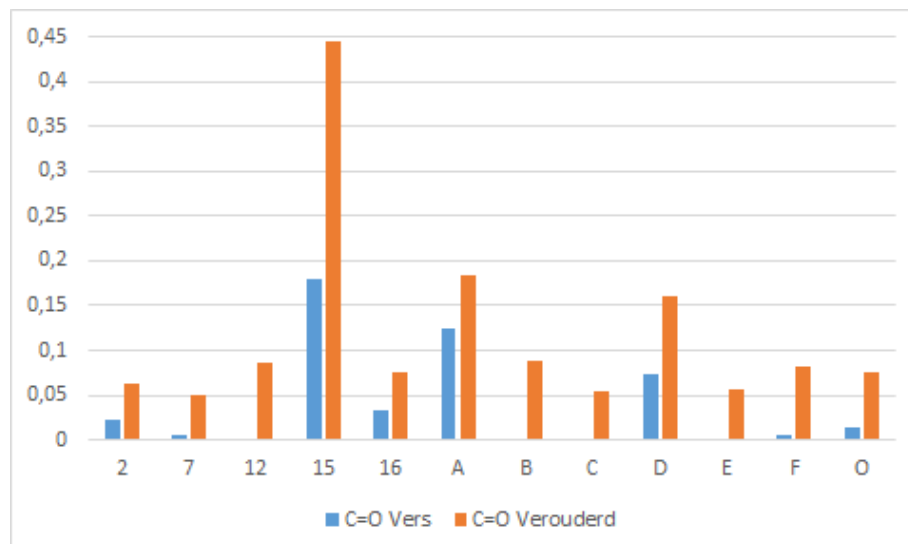
**Figuur 2.4: FTIR piekhoogte Carbonyl-piek (C=O) voor en na veroudering voor penetratiebitumina.**

Figuur 2.5 toont de FTIR-spectra voor polymeergemodificeerde bitumina. Figuur 2.6 laat de carbonylpieken voor en na veroudering zien voor de polymeergemodificeerde bitumina.

- Sample PmB 12 vertoont een aminepiek bij  $3300\text{ cm}^{-1}$  en  $1639\text{ cm}^{-1}$ . Dit kan een hechtverbeteraar zijn. SBS-modificaties kunnen problemen leveren met adhesie aan het aggregaat, hechtverbeteraars kunnen hiervoor compenseren. Zeker bij hogere gehalten aan modificaties, zo kan 6 wt% SBS-modificaties wel 12 vol% van een bindmiddel uitmaken.
- PmB 15 en A en D hebben een piek rond  $1739\text{ cm}^{-1}$ , dit betreft een piek van de EVA-modificatie in deze samples. Dit beïnvloedt de bepaling van de mate van veroudering voor carbonyl-groepen (C=O), en kan de oorzaak zijn van de aanwezigheid van een carbonyl-piek vóór veroudering in deze bitumina.



Figuur 2.5: FTIR-spectrum van verse bemonsterde polymoegemodificeerde bitumina.



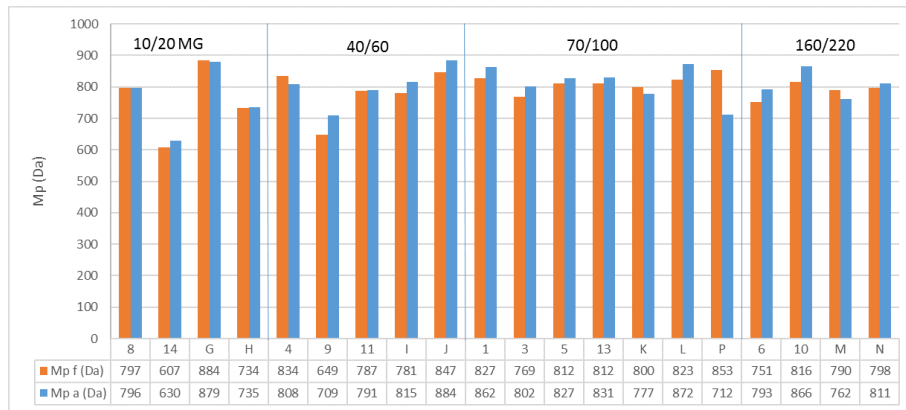
Figuur 2.6: FTIR piekhoogte Carbonyl-piek (C=O) voor en na veroudering voor polymoegemodificeerde bitumina.

#### 2.1.4 GPC

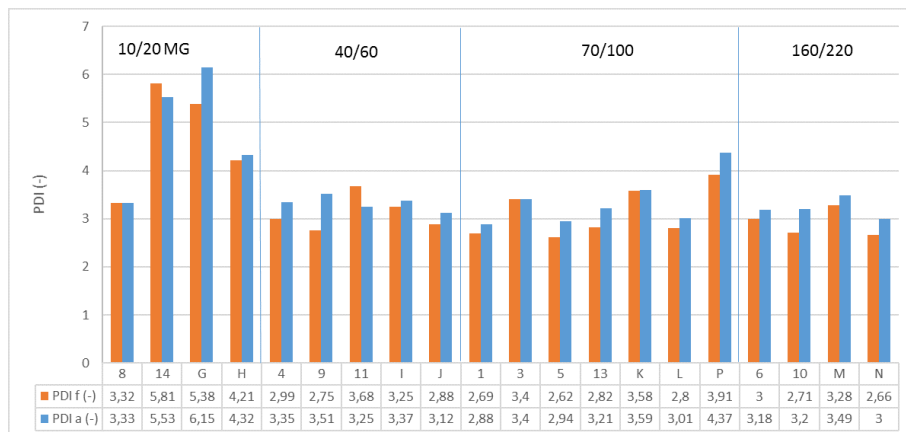
De verschillende molecuulgewichten die met hulp van een GPC bepaald worden, kunnen gelinkt worden aan verschillende eigenschappen van het bitumen. Zo is  $M_n$ , het nummer-gemiddelde molecuulgewicht, met name te linken aan zogenoemde colligatieve eigenschappen, zoals kook- en smeltpunt. Het gewichtsgemiddelde molecuulgewicht  $M_w$ , is te linken aan viscositeit en sterkte van het materiaal. Daarnaast geeft de  $PDI$ , of Polydispersiteitsindex, informatie over de spreiding in het molecuulgewicht. De GPC-metingen zijn verricht volgens de werkwijze van Q8

Figuur 2.7 toont de  $M_p$  voor penetratiebitumina. Figuur 2.8 laat de  $PDI$  voor en na veroudering zien voor penetratiebitumina. De  $M_n$  en  $M_w$  voor penetratiebitumina zijn opgenomen in bijlage 6.

- 40/60 bitumen 9, 10/20 MG bitumen 14 hebben een vrij lage 'hoogste piek'  $M_p$  in de molecuulgewichtsverdeling.
- Grote daling van  $M_p$  in 70/100 bitumen P voor en na veroudering.
- Voor de 10/20 MG's valt op dat er veel variatie zit in alle GPC-uitslagen tussen de verschillende bitumina van deze grade.
- 10/20 MG bitumina 14 en H vallen op met een hele hoge  $PDI$  (molecuulgrootte-verdeling).
- Voor de pen-bitumina vallen samples 11 en 14 op in dat ze een afname laten zien in de  $PDI$  na veroudering. Dit ligt voor normale pen-bitumina niet zozeer in de lijn van verwachting.
- $M_n$  geeft normaliter een toename met de veroudering van bitumen. Voor 40/60 bitumen sample 11, en 160/220 bitumen sample 6 is deze toename na veroudering echter heel groot.
- Voor 10/20 MG bitumen-sample 14 neemt  $M_w$  af na veroudering, dit is ongebruikelijk.



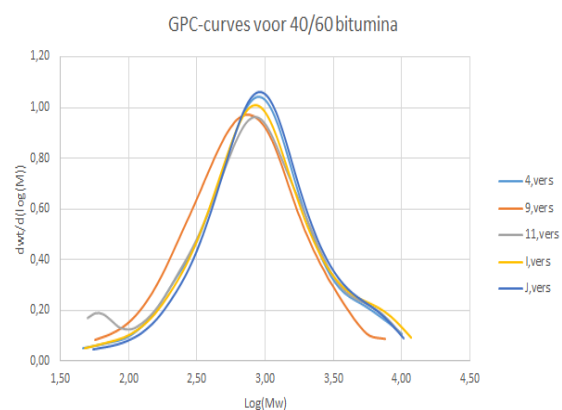
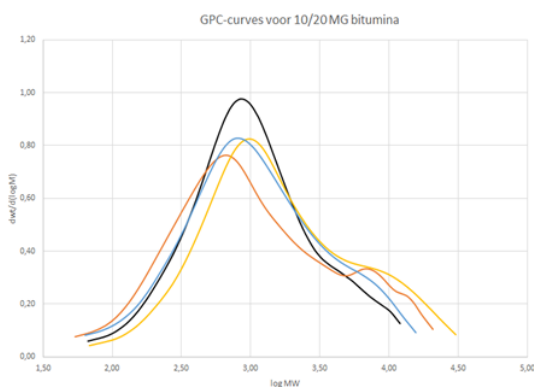
**Figuur 2.7: M<sub>p</sub> van penetratiebitumina. M<sub>p</sub> f geeft de onverouderde toestand weer, M<sub>p</sub> a geeft de verouderde M<sub>p</sub> weer.**

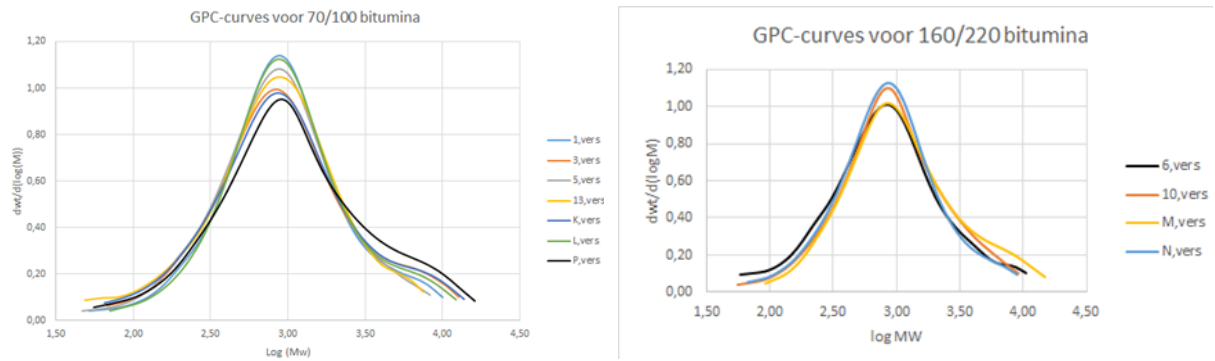


**Figuur 2.8: Polydispersiteitsindex (PDI) van penetratiebitumina. PDI f geeft de onverouderde toestand weer, PDI a geeft de verouderde PDI weer.**

Voor meer inzichtelijkheid is in figuur 2.9 de volledige GPC-curve van de verse penetratiebitumina opgenomen. Linksboven staan de 10/20MG bitumina, rechtsboven staan de 40/60 bitumina, linksonder de 70/100 bitumina, en tot slot rechtsonder de 160/220 bitumina.

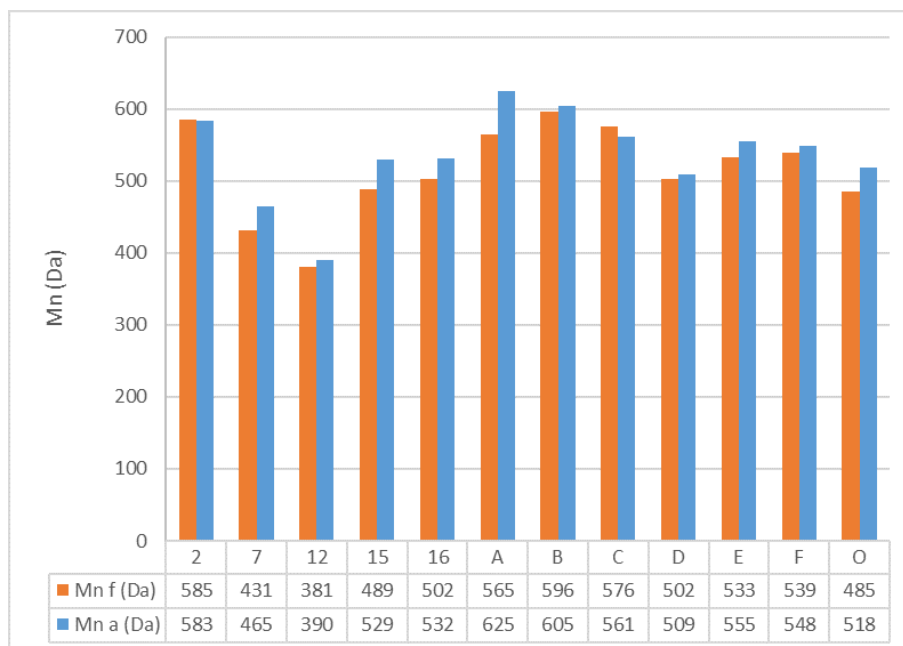
- Voor de 10/20MG bitumina is te zien dat er een soort tweede piek waarneembaar is bij hoge  $M_w$  in samples 14 en G.
- Vergelijkbaar vertoont 40/60 bitumen sample 11 juist een tweede piek bij lagere molecuulgewicht.
- Bij de 70/100 bitumina is waarneembaar dat sample P, welke duidelijk aanwezige REOB bevat volgens XRF, GC-MS, én FTIR, van alle samples binnen deze serie de laagste piek heeft, en een verschuiving naar rechts lijkt te vertonen.
- Voor de 160/220 bitumina bevat sample 10 de meest duidelijke aanwezigheid van REOB volgens XRF, GC-MS en FTIR-analyse. Dit lijkt echter slecht waarneembaar in de GPC-curve, mogelijk is deze grade te zacht om een verschuiving in molecuulgewicht door REOB te kunnen visualiseren.





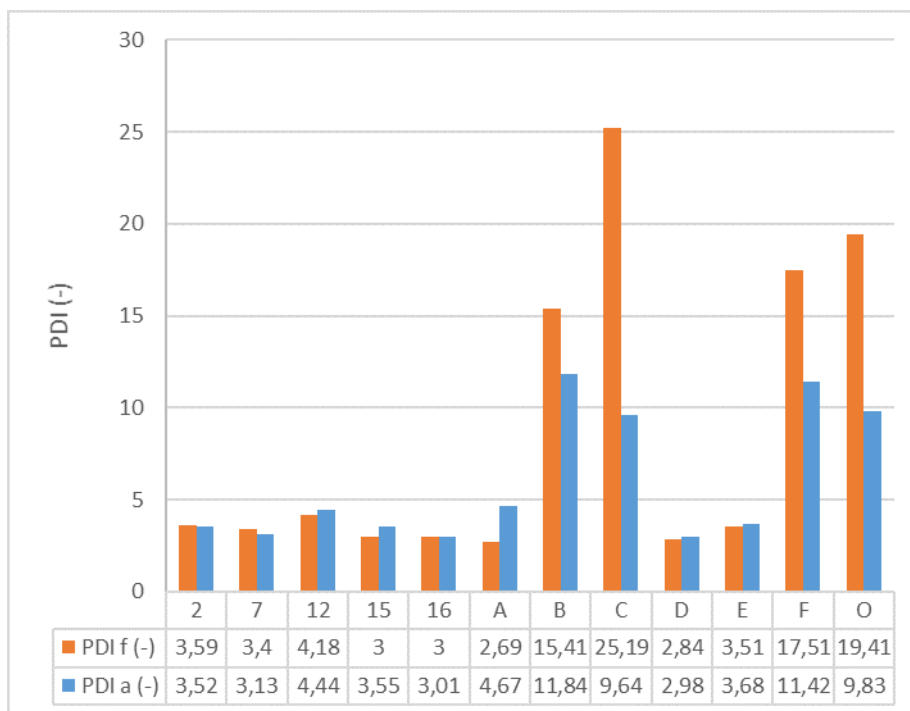
**Figuur 2.9: GPC-curves voor onverouderde penetratiebitumina. Linksboven: 10/20MG, rechtsboven: 40/60, linksonder: 70/100, rechtsonder: 160/220 bitumina.**

Figuur 2.10 toont de  $M_n$  voor polymeergemodificeerde bitumina. Figuur 2.11 laat de  $PDI$  voor en na veroudering zien voor polymeergemodificeerde bitumina. De  $M_w$  en  $M_p$  voor polymeergemodificeerde bitumina zijn opgenomen in bijlage 6.



**Figuur 2.10: Mn van polymeergemodificeerde bitumina. Mn f geeft de onverouderde toestand weer, Mn a geeft de verouderde  $M_p$  weer.**

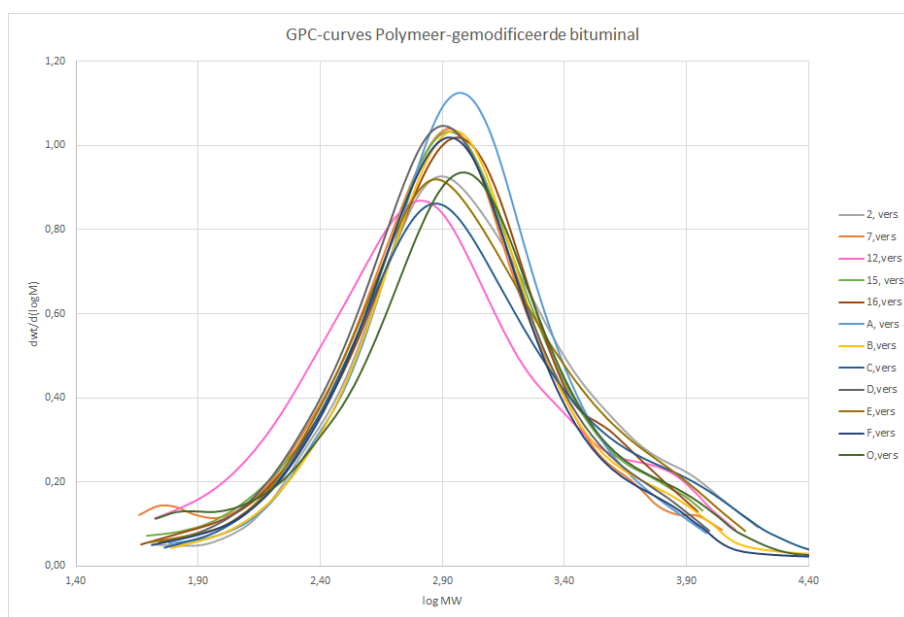
- PmB's 7 en 12 hebben een behoorlijk lage  $M_n$ .
- Voor  $PDI$  vallen samples B, C, F, en O juist op. De  $M_w$  van deze samples is ook hoog. Wat extra opvallend is in figuur 2.11, is dat samples C en E dezelfde productienaam van dezelfde leverancier bezitten. De bemonstering hiervan lag 1 jaar uit elkaar, dus de verschillen tussen C en E zijn extra opvallend.
- PmB 12 heeft een vrij lage 'hoogste piek'  $M_p$ .



**Figuur 2.11: Polydispersiteitsindex (PDI) van polymeergemodificeerde bitumina. PDI f geeft de onverouderde toestand weer, PDI a geeft de verouderde PDI weer.**

In figuur 2.12 is de volledige GPC-curve van de verse polymeergemodificeerde bitumina opgenomen.

- Hier valt te zien dat voor PmB 12 vermoedelijk gemodificeerd is op basis van een lichtere fractie penetratie-bitumen. Voor PmB O is waarschijnlijk juist met een wat zwaardere penetratie-bitumen als basis gewerkt.



**Figuur 2.12: GPC-curves voor onverouderde polymeergemodificeerde bitumina.**

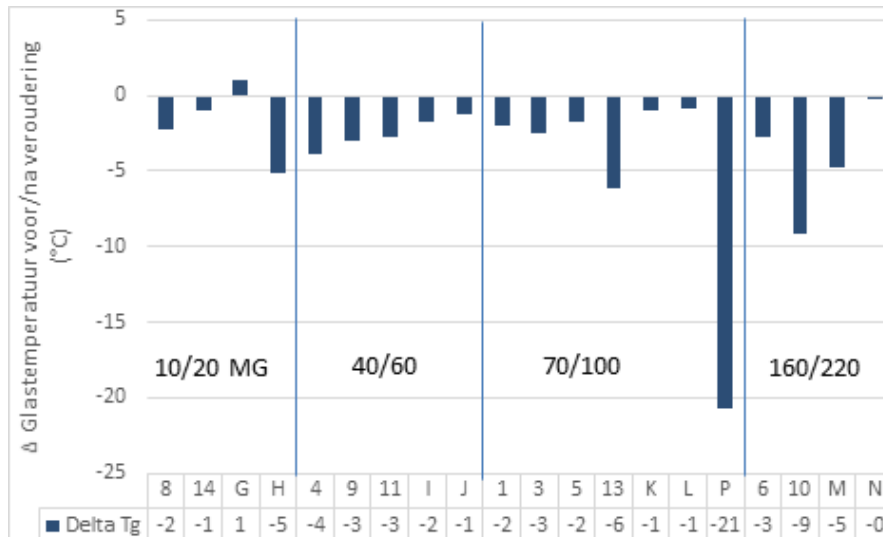
### 2.1.5 TG-DSC

Met hulp van een DSC kan de zogenaamde glas-transitie temperatuur ( $T_g$ ) vastgesteld worden, beneden deze temperatuur gedraagt een bitumen zich 'glasachtig', oftewel bros. Het glaspunt is bepaald als het buigpunt (of inflection point) volgens ASTM E 1356 [3].

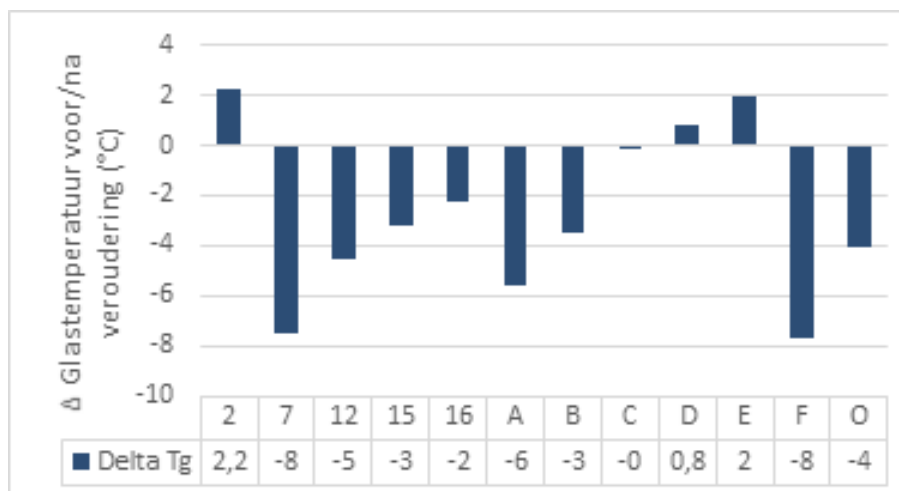
Voor dit onderzoek is het glaspunt bepaald voor en na het verouderen van bitumen ( $T_{g,unaged}$ , en  $T_{g,aged}$ , respectievelijk). Het verschil tussen beide is bepaald volgens  $T_{g,aged} - T_{g,unaged}$ . Een groot verschil tussen deze twee temperaturen duidt op een vergrote verouderingsgevoeligheid van het bindmiddel.

In figuren 2.13 en 2.14 zijn de verschillen in glastemperatuur te zien voor de penetratie-bitumina en de polymerge-modificeerde bitumina, respectievelijk. Opvallend bij de interpretatie is dat het verschil in glastemperatuur negatief is voor vrijwel alle bitumina, wat betekent dat het gedrag minder bros wordt. Verder zijn de uitslagen hoog bij de volgende samples;

- 70/100 bitumina 13 en P,
- 160/220 bitumen 10,
- PmB 7 en F.



Figuur 2.13: Verschil in glastemperatuur voor en na veroudering van de bemonsterde penetratiebitumina.

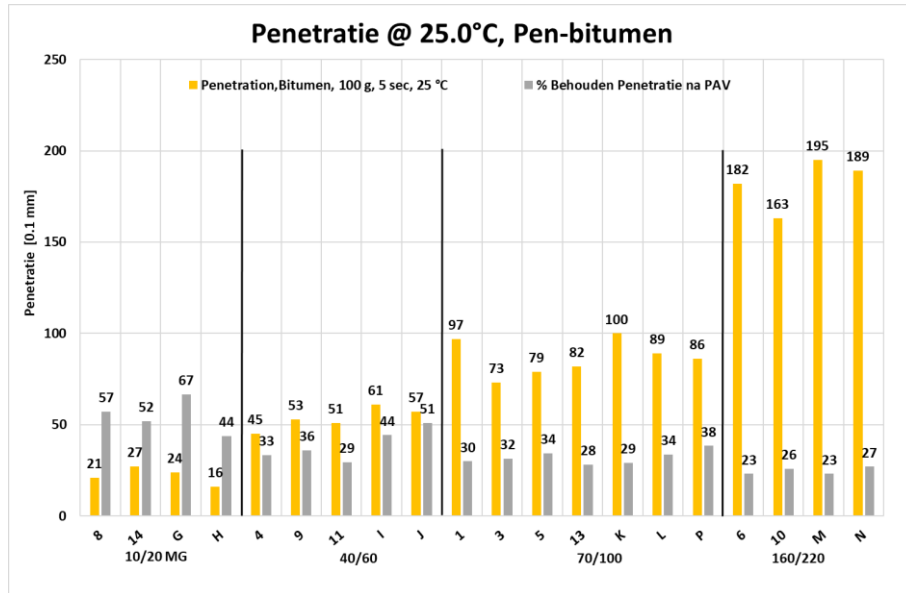


Figuur 2.14: Verschil in glastemperatuur voor en na veroudering van de bemonsterde polymerge-modificeerde bitumina.

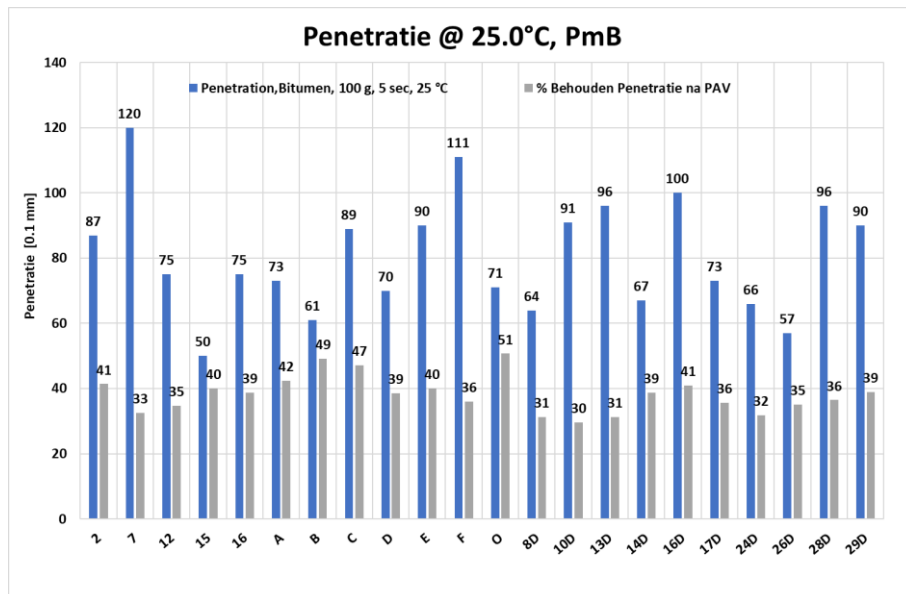
## 2.2. Empirische resultaten

### 2.2.1 Penetratie

De bepaalde penetraties conform EN 1426 [4] zijn gegeven in figuren 2.15 en 2.16. Dit is inclusief de behouden penetratie (%) na 40 uur PAV-veroudering. Aan de behouden penetratie na 40 uur PAV zijn geen eisen verbonden.



Figuur 2.15: Penetratie van penetratiebitumina voor veroudering (geel) en behouden penetratie (in %) na veroudering (grijs).



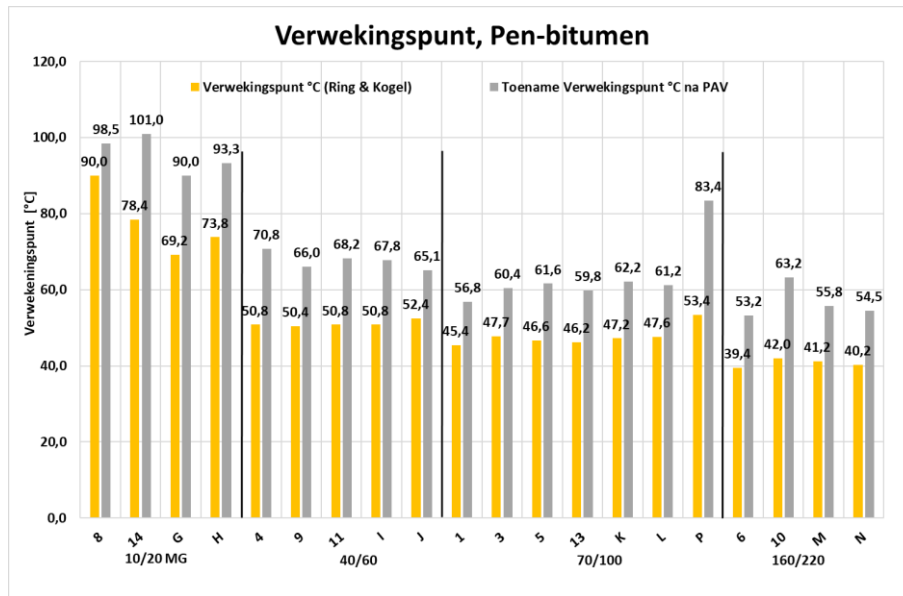
Figuur 3.16: Penetratie van polymeergemodificeerde bitumina voor veroudering (blauw) en behouden penetratie (in %) na veroudering (grijs).

Voor een opgegeven 10/20 MG bitumina zitten bijna alle bitumina in de 20/30 penetratieklasse. Monster I (40/60 bitumen) is net te zacht. De algemene trend voor penetratiebitumina laat zien dat hoe zachter het bitumen, hoe groter het percentage verlies na PAV-veroudering. Deze toename in verliespercentage voor zachtere bitumina is een bekend fenomeen.

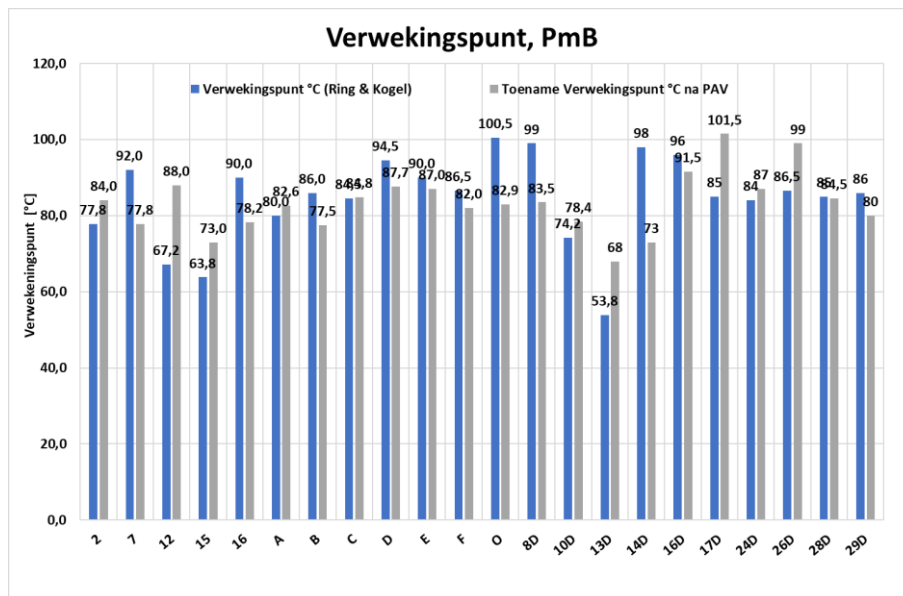
De polymeergemodificeerde bitumina laten geen zowel op verse specificaties als na PAV geen afwijkingen zien.

## 2.2.2 Verwekingspunt

Het verwekingspunt is bepaald conform EN 1427 [5] en de resultaten zijn gegeven in figuur 2.17 en 2.18. Dit is inclusief het verwekingspunt (°C) na 40 uur PAV-veroudering.



Figuur 2.17: Verwekingspunt van penetratiebitumina voor (geel) en na veroudering (grijs).



Figuur 2.18: Verwekingspunt van polymeergemodificeerde bitumina voor (blauw) en na veroudering (grijs).

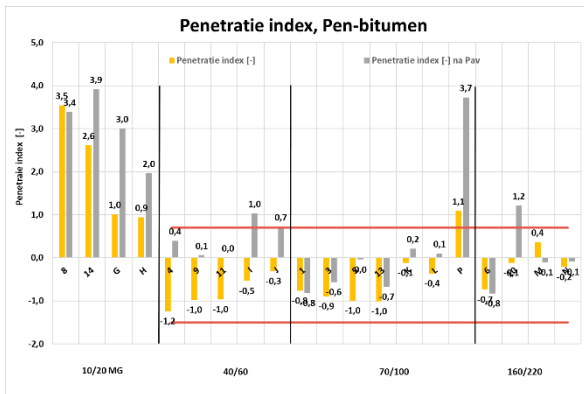
Op basis van het verwekingspunt wijken alle 10/20MG's af. Ook zit 70/100 penetratiebitumen P boven de specificatie van 51°C, met een gemeten verwekingspunt van 53,4°C. Na lange termijn veroudering wijken monsters 14 (10/20MG), P (70/100) en 10 (160/200) af van de overige monsters in hun klasse.

Polymeergemodificeerde bitumina laten geen directe afwijkingen zien. De algemene trend voor PmB's, dat een hoger verwekingspunt overeenkomt met hogere/zwaardere modificatie en dat deze juist afneemt na lange termijn veroudering, wordt hier ook waargenomen. PmB's met een laag verwekingspunt, vaak direct te relateren aan een lage hoeveelheid modificatie, zien een toename van dat verwekingspunt na lange termijn veroudering.

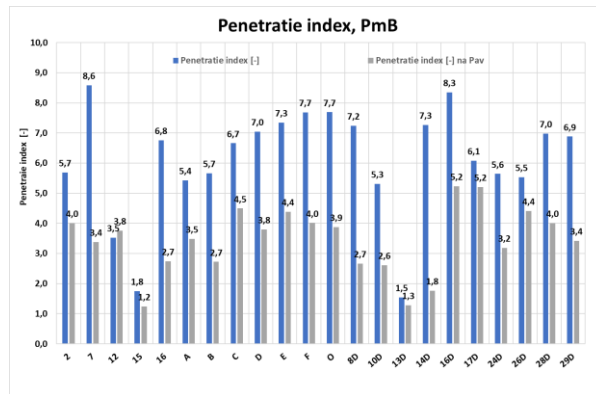


### 2.2.3 Penetratie-index

De penetratie-index (*PI*) is conform NEN-EN 12591:2009 annex A bepaald [6]. Voor polymeergemodificeerde bitumina bestaat hier geen classificatie voor conform NEN-EN 14023 [7]. De bijbehorende indicatieve limieten, severity class 2 is niet gespecificeerd in Nederland, voor verse penetratiebitumina zijn weergegeven in figuur 2.19.



Figuur 2.19: PI voor penetratiebitumina voor (geel) en na veroudering (grijs).

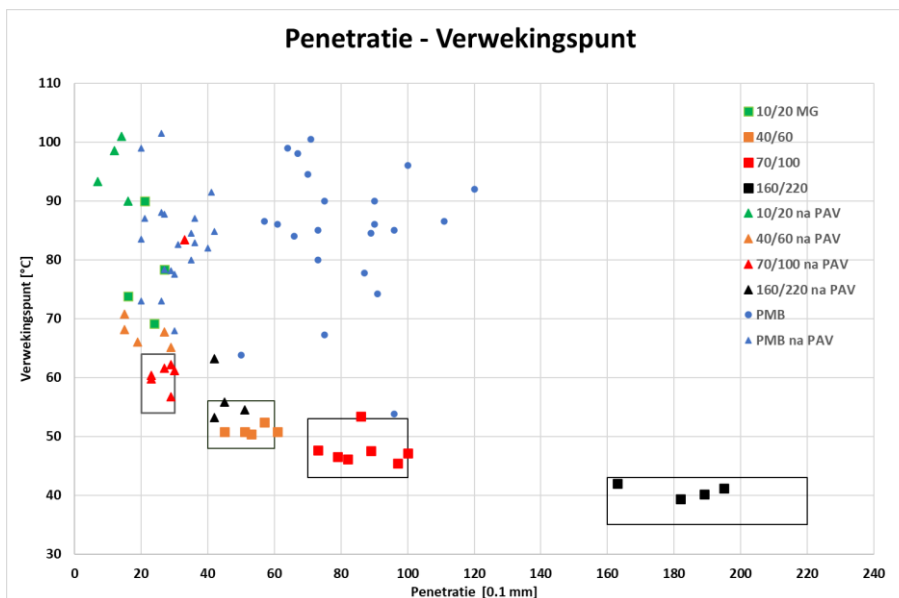


Figuur 2.20: PI voor polymeergemodificeerde bitumina voor (blauw) en na veroudering (grijs).

De 10/20MG bitumina laten allen een hoge penetratie-index, zien, net als PmB's hebben ze dus een lagere temperatuurgevoeligheid. 70/100 bitumen P wijkt hier ook af met een hoge *PI*. Bijna alle penetratiebitumina laten een toename zien van hun *PI* na PAV-veroudering. Uitschieters zijn hier 10/20MG sample 14, 70/100 sample P en 160/220 sample 10.

De polymeergemodificeerde bitumina laten een vergelijkbaar verloop zien. Opvallend zijn monsters 15 en 13D met een relatief lage *PI*, maar dit kan verklaard worden door de aanwezigheid van een EVA-modificatie i.p.v. SBS. Verder valt op dat monster 12 geen terugval heeft in de *PI* na PAV-veroudering.

Figuur 2.21 geeft een schematische vergelijking weer tussen de bepaalde penetratiewaardes en verwekingspunten. Zowel nieuw, als na PAV-veroudering. De gegevens kaders zijn conform de bijbehorende bitumenspecificaties. Voor de 10/20MG is klasse 2 uit tabel 1 van NEN-EN 13924-2 gebruikt, dit betreft de specificatie voor een 20/30MG [8].

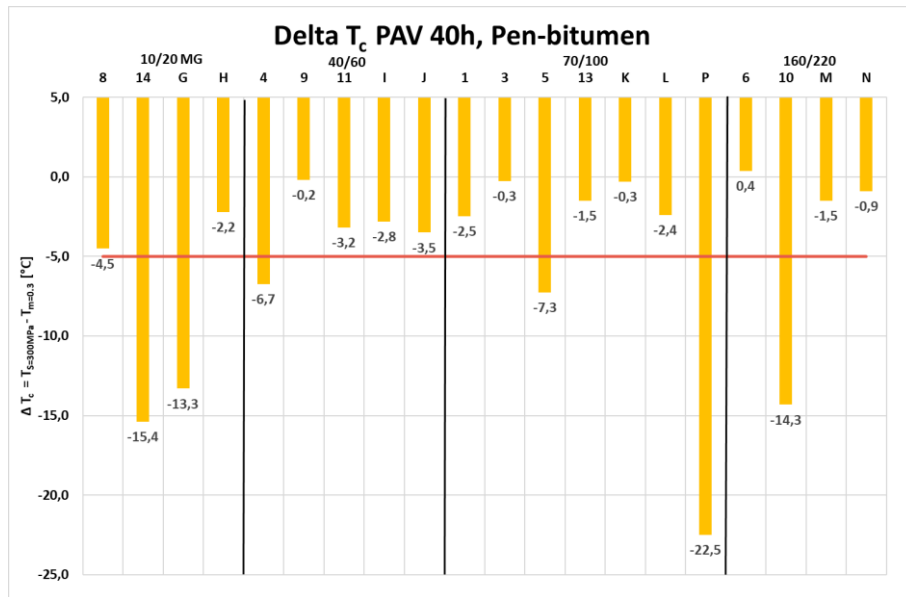


Figuur 2.21: Verwekingspunt uitgezet tegen penetratie voor zowel penetratiebitumina als polymeergemodificeerde bitumina.

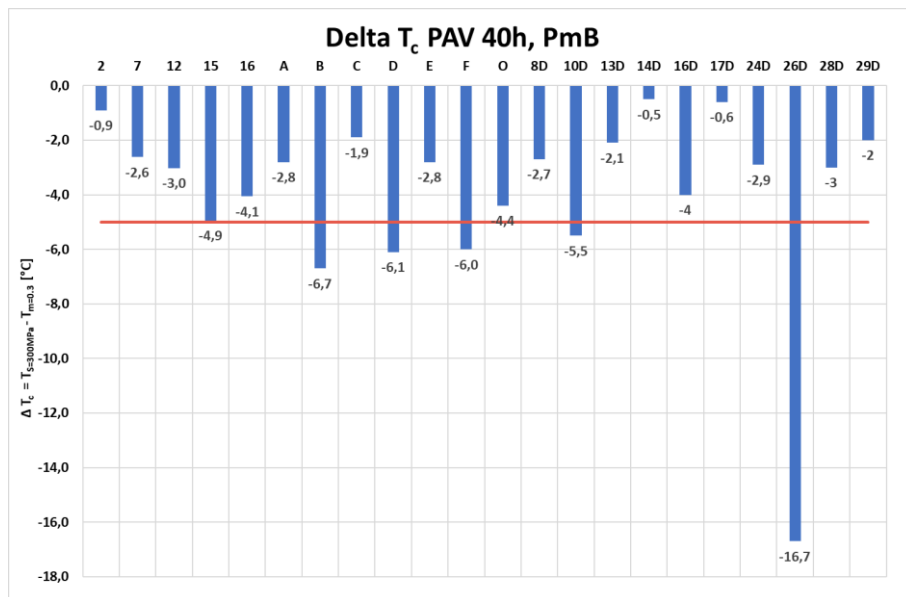
Geen van 10/20MG bitumen valt binnen de gegeven specificatie, echter kan de leverancier zelf voor MG haar specificatie grenzen opstellen en als klasse 1 definiëren. Deze 10/20MG bitumina laten een enorme spreiding zien onderling. Wat bij de penetratiebitumina opvalt zijn de monsters P (70/100) en 10 (160/220) welke zich, zowel voor en voornamelijk na PAV-veroudering ver hebben verwijderd van hun penetratieklasse-gemiddelde. Normaliter kan bij penetratiebitumina er van uit worden gegaan dat deze bij veroudering qua waarden voor penetratie en verwekingspunt migreren naar de specificaties voor een hardere penetratie-grade, samples P en 10 vallen na veroudering echter volledig buiten de specificaties voor alle penetratie-grades. Voor de polymeergemodificeerde bitumina zijn onderling geen directe relaties te leggen.

## 2.2.4 Bending Beam Rheometer

De Bending Beam Rheometer (BBR) is conform NEN-EN 14771 [9] uitgevoerd. De karakteristieke waarde hier is  $\Delta T_c$ . De gehanteerde limiet is gebaseerd op de specificaties die meerdere staten in de VS hanteren als limiet na 20 of 40 uur PAV-veroudering [10]. Voor Pmb's is het zeer waarschijnlijk dat het BBR-gedrag na lange termijn veroudering bepaald wordt door het gebruikte basisbitumen.



Figuur 2.22:  $\Delta T_c$  na veroudering voor penetratiebitumina.

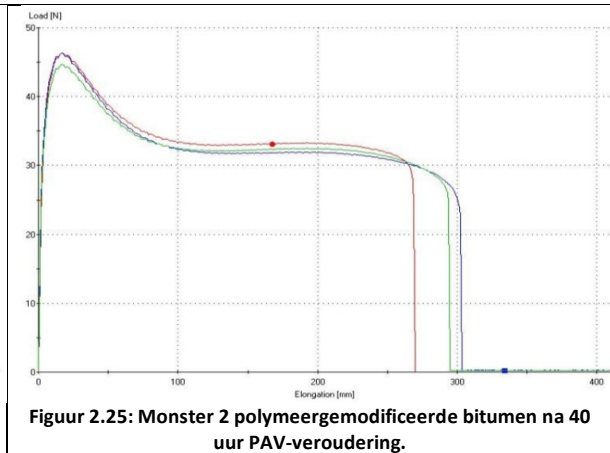
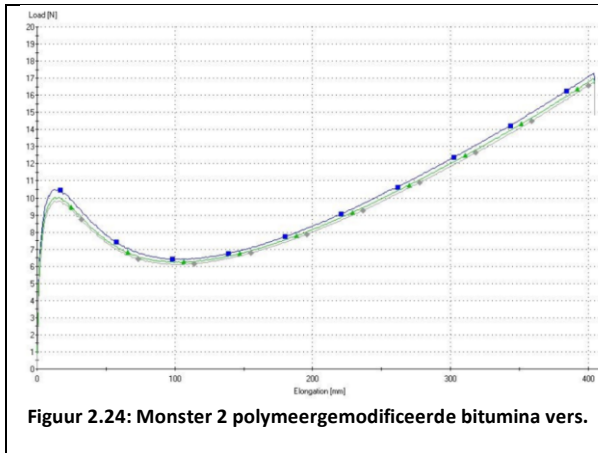


Figuur 2.23:  $\Delta T_c$  na veroudering voor polymeergemodificeerde bitumina.

Op basis van de gehanteerde limieten wijken 10/20 MG bitumina 14 en G, 70/100 bitumen P, en 160/220 bitumen 10 veel af. Bitumina 4 (40/60) en 5 (70/100) passeren net de gehanteerde limiet. Voor polymeergemodificeerde bitumina is het voornamelijk monster 26D die zwaar afwijkt.

## 2.2.5 Ductiliteit

De ductiliteitsproef (NEN-EN 13589 [11]) wordt enkel uitgevoerd op gemodificeerde bitumina en heeft enkel zeggingskracht op SBS-achtige gemodificeerde bitumina. Een voorbeeld van het verloop tijdens de proef op vers materiaal en na PAV-veroudering is gegeven in figuren 2.24 en 2.25.



De ductiliteitsproeven zijn enkel uitgevoerd op samples die binnen Grip op Asfalt bemonsterd zijn. De karakteristieke waarde is  $E^*_{0,2-0,4}$  (J/cm<sup>2</sup>). De resultaten zijn gegeven in tabel 2.1.

**Tabel 2.12: Ductiliteit van polymeergemodificeerde bitumina.**

Monster	Vers			PAV 40h			
	$E^*_{0,2}$	$E^*_{0,4}$	$E^*_{0,2-0,4}$	Breuk	$E^*_{0,2}$	$E^*_{0,4}$	$E^*_{0,2-0,4}$
	[J/cm <sup>2</sup> ]	[J/cm <sup>2</sup> ]	[J/cm <sup>2</sup> ]	[mm]	[J/cm <sup>2</sup> ]	[J/cm <sup>2</sup> ]	[J/cm <sup>2</sup> ]
2	1,5	3,9	2,4	289	2,8	-	-
7	1,1	2,6	1,5		5,6	11,2	5,7
12	2,6	5,6	3	122	-	-	-
15	5,1	8,7	3,6	0	-	-	-
16	2,4	6	3,6	290	4,12	-	-

De tabel laat kenmerkend het verschil zien tussen het EVA-gemodificeerde sample 15, en de SBS-gemodificeerde bitumina na lange termijn veroudering. Ondanks dat sample 7 relatief het laagste elastische gedrag laat zien, is dit het enige bitumen wat na veroudering niet gebroken is voor einde proef. Er kunnen verder geen onderlinge vergelijkingen en conclusies gemaakt worden.

## 2.3. Functionele eigenschappen

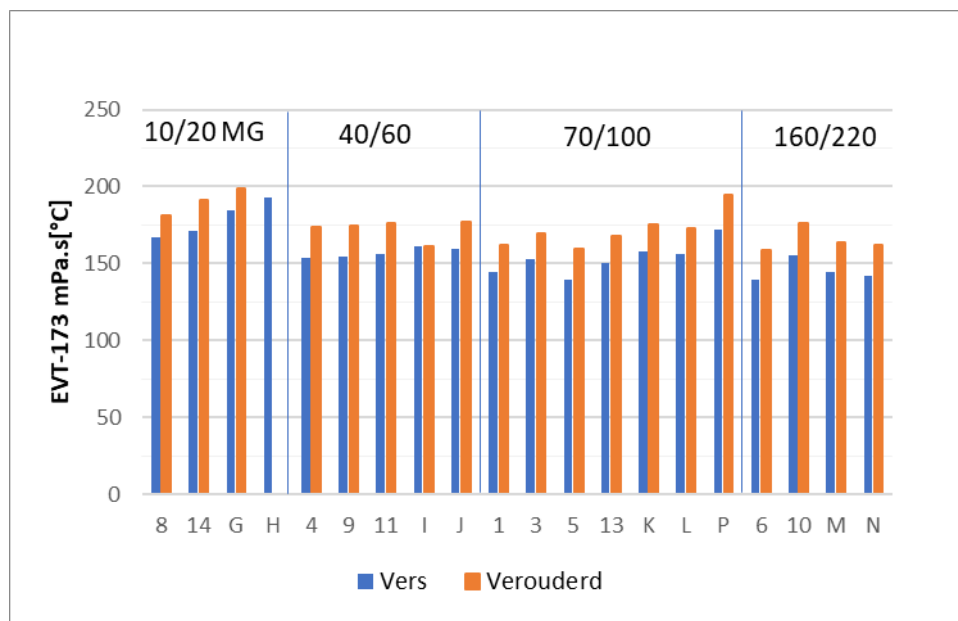
### 2.3.1 Viscositeit

Viscositeitsmetingen zijn uitgevoerd volgens de NEN-EN 13302 [12], met behulp van een Dynamische Schuif Rheometer (DSR). De metingen zijn uitgevoerd op zowel verse als verouderde bitumina. Normaliter worden viscositeitsmetingen voor de bepaling van de Equiviscouse-Temperatuur (*EVT*) uitgevoerd na veroudering door middel van de Rolling Thin Film Oven Test (RTFOT). In dit onderzoek zijn de metingen echter uitgevoerd na 40 uur PAV-veroudering.

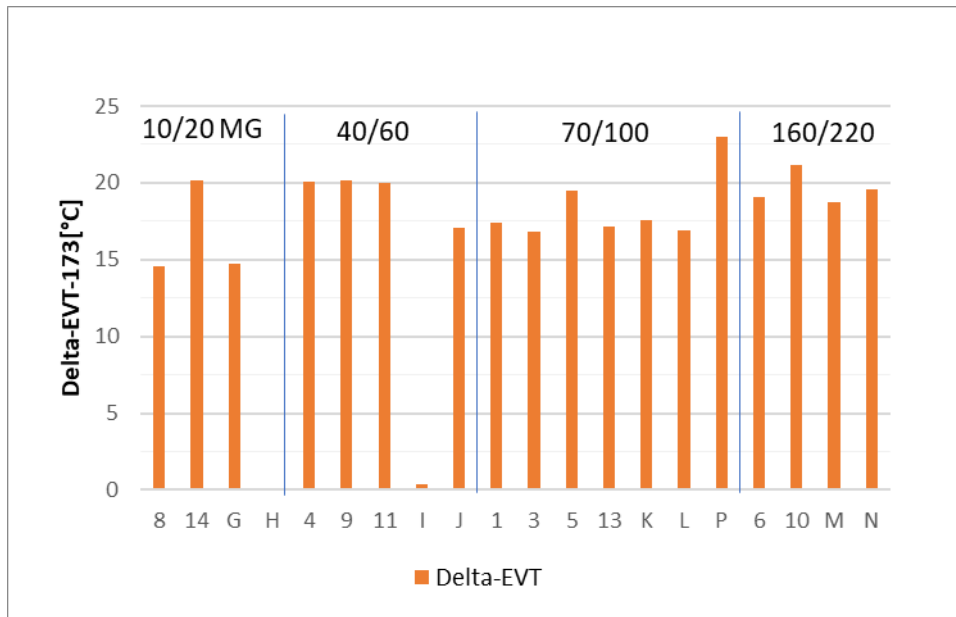
Hoewel de bepaling van de *EVT* na 40 uur veroudering op zichzelf geen zinnige betekenis heeft, kan deze methode worden gebruikt om de verouderingsgevoeligheid van verschillende bindmiddelen met elkaar te vergelijken

In figuren 2.26 en 2.27 staan de *EVT*'s voor en na veroudering, en de temperatuurval ( $\Delta EVT$ ) weergegeven voor verschillende penetratie-bitumina en de 10/20 multigrades. De *EVT* is ook bepaald voor de polymeergemodificeerde bitumina, maar aangezien aan deze resultaten geen conclusies konden worden verbonden, zijn deze metingen ter informatie opgenomen in bijlage 7.

- Bij de 10/20 MG samples valt op dat 14 een hele hoge temperatuurval heeft.
- De metingen voor 40/60 bitumina zijn niet naar verwachting. Voor sample I wordt uitgegaan van een meetfout, maar ook de temperatuurval van 20°C voor de andere samples wordt te hoog geacht in vergelijking met de (lagere) temperatuurval voor de zachtere 70/100 en 160/220 bitumina.
- Bij de 70/100 bitumina maken samples 5 en P de grootste sprongen in *EVT* voor en na veroudering.
- Bij onderlinge vergelijking van de bitumina per pen-grade, is bij de 160/220 bitumen de *EVT* van sample 10 het hoogst.



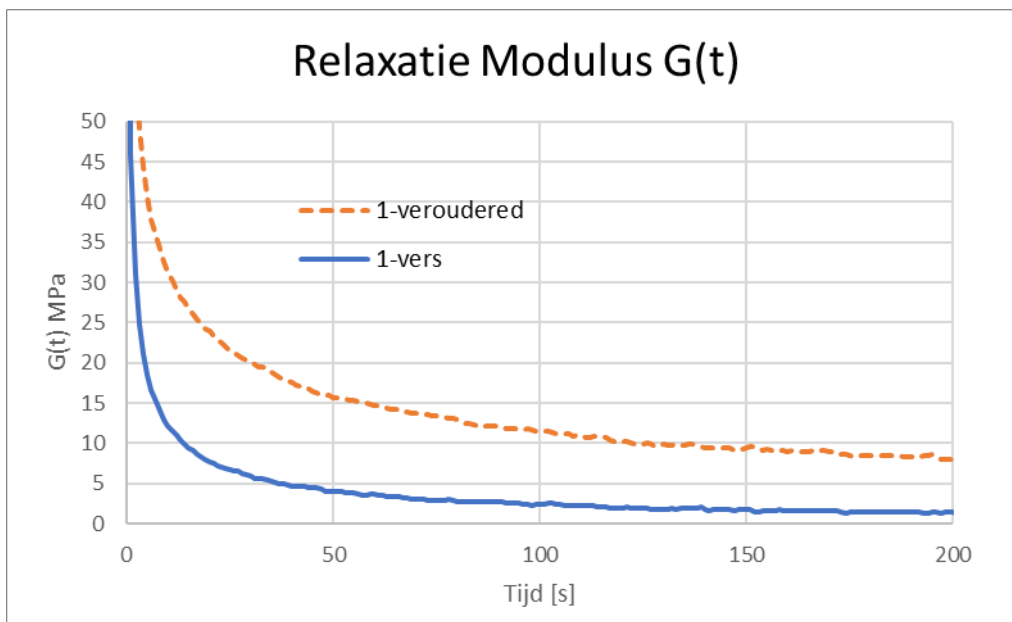
Figuur 2.26: *EVT* bij 173mPa.s voor MG en penetratie bitumina.



Figuur 2.27:  $\Delta$ EVT bij 173mPa.s na veroudering voor MG en penetratie bitumina.

### 2.3.2 Relaxatie

De relaxatiemodulus van een materiaal kan worden gemeten door het opleggen van een constante rek of vervorming op het materiaal in het tijdsdomein. In dit project is deze proef uitgevoerd op alle bindmiddelen bij  $-10^{\circ}\text{C}$ . Een constante rek van 0,1% is opgelegd op het proefstuk, en de relaxatie (spanning) in het materiaal is gemeten gedurende een tijdsduur van 1 uur. De gemeten spanning in het materiaal per eenheid rek, de relaxatiemodulus  $G(t)$ , kan worden berekend. De figuur 2.28 hieronder geeft de relaxatie modulus weer van een bindmiddel voor en na veroudering.



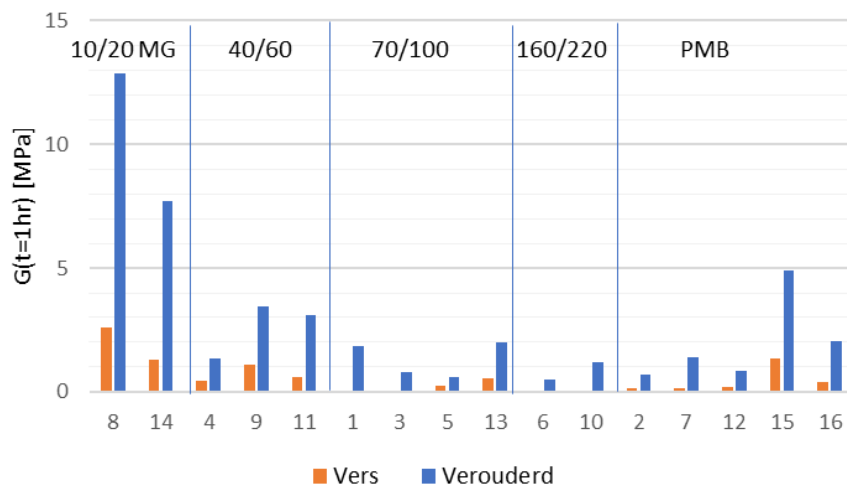
Figuur 2.28: Relaxatiemodulus  $G(t)$  van bitumen 1, vóór (blauw) en na veroudering (oranje).

Uit figuur 2.28 is te zien dat het relaxatievermogen van een bindmiddel afneemt naarmate het verouderd. Het relaxatiegedrag van mastiek is vooral belangrijk om de spanningen ten gevolge van dag-en-nacht temperatuurswisselingen op te vangen. Hoe sneller de spanning in de mastiek relaxeert hoe minder spanningsopbouw plaatsvindt. Voor een ZOAB/SMA mengsel zijn de mastercurve-eigenschappen bij een frequentie van  $10^{-5}$  Hz bij  $-10^{\circ}\text{C}$  relevante parameters voor dag-nacht temperatuurschommelingen.

In het tijdsdomein is de bepaling van de relaxatieparameter die hoort bij de 24-uurs temperatuurcyclus uitdagend. Vooral omdat er een lange tijd (uren) nodig is om inzicht te krijgen in het relaxatiegedrag van de mastiek bij  $-10^{\circ}\text{C}$ , en over een periode/belastingtijd (relaxatietijd) die bij dag-nacht temperatuurschommeling hoort. Dit heeft consequenties voor de inzet van de DSR-machinerie. Een manier om de proeftijd te verkorten is door het toepassen van Tijd-Temperatuur-superpositie principe waarbij het lange-termijn relaxatiegedrag van een mastiek bij  $-10^{\circ}\text{C}$  indirect kan worden bepaald bij hogere temperatuur en kortere tijden. Door deze techniek kan de 6-uurs test bij  $-10^{\circ}\text{C}$  verkort worden tot 1 uur bij  $-5^{\circ}\text{C}$ . Een techniek hiervoor is beschreven in het artikel *Asfalt Wegdek Test voor SMA van de CROW Infradag 2022* [13].

In dit project is de relaxatiedata tot 1 uur bij  $-10^{\circ}\text{C}$  gemeten. Dit is korter dan de tijd die we nodig hebben om de dag-nacht temperatuurschommelingen op mengselniveau te simuleren. Echter, op bindmiddeniveau is zo'n lange relaxatietijd ook niet nodig, omdat het relaxatievermogen van het bitumen beter is dan dat van het mengsel. Dit is ook te zien door de snelle relaxatie van de spanning, vooral bij de verse bindmiddelen

Voor alle bindmiddelen van Grip op Asfalt project is dus de relaxatiemodulus na 1 uur,  $G(t=1\text{uur})$ , voor en na veroudering als een vergelijkende parameter gebruikt. Hoe hoger de  $G(t)$  bij 1 uur is, hoe hoger de interne spanning in het bitumen. Dat zal ook leiden tot een mengsel met een lager relaxatievermogen bij  $-10^{\circ}\text{C}$  (6uur). De  $G(t=1\text{uur})$  voor alle bindmiddelen zijn hieronder in figuur 2.29 samengevat. Voor een gedetailleerder overzicht is in bijlage 8 een tabel van de relaxatiemoduli te vinden. Voor de samples uit de Leerruimte project zijn destijds geen relaxatie-eigenschappen bepaald, enkel de genummerde samples 1 t/m 16 vanuit Grip op Asfalt zijn bepaald.



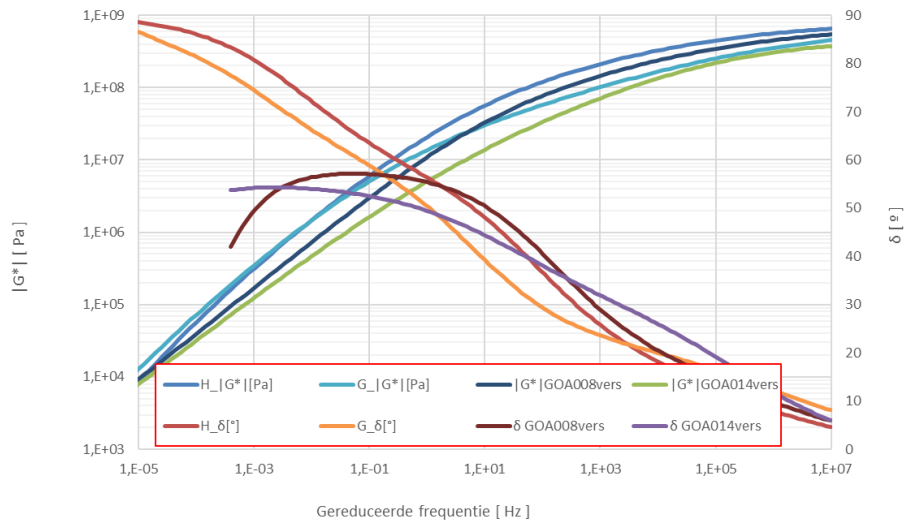
**Figuur 2.29: Relaxatiemodulus na 1 uur, zowel vers (oranje) en na veroudering (blauw).**

- Van de 10/20MG bitumina heeft sample 8 het minste relaxatievermogen.
- De 40/60 bitumina 9 en 11 hebben een hoge modulus, terwijl deze samples bij de viscositeitsmetingen geen bijzonderheden vertoonden.
- Uit de 70/100 categorie hebben bitumina 1 en 13 het minste relaxatievermogen na veroudering.
- Uit de 160/220 categorie heeft bitumen 10 het minste relaxatievermogen na veroudering.
- Van de PmB's heeft bitumen 15 het minste relaxatievermogen. Hier moet bij vermeld worden dat bitumen 15 een EVA-gemodificeerd is, de andere PmB's zijn SBS-gemodificeerd. Het verouderingsgedrag van een EVA kan anders zijn dan dat van een SBS-gemodificeerd bitumen.

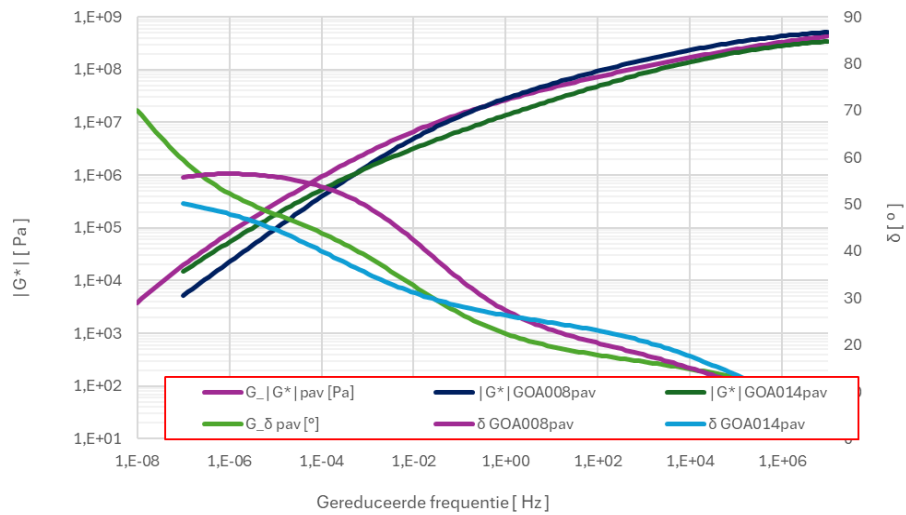
### 2.3.3 Stijfheid en fasehoek

Hieronder zijn de mastercurve vergelijkingen tussen de verschillende bindmiddelen per groep (10/20MG, 40/60, 70/100 en 160/220, en polymeergemodificeerde bitumina) weergegeven, zowel in verse toestand als na PAV-veroudering, in de figuren 2.30 t/m 2.37.

De cross-over temperatuur en cross-over frequentie voor de bitumina zijn te vinden in bijlage 9. In het rapport wordt niet specifiek ingegaan op de cross-over waarden voor polymeergemodificeerde bitumina, omdat hier geen heldere conclusies uit getrokken konden worden.

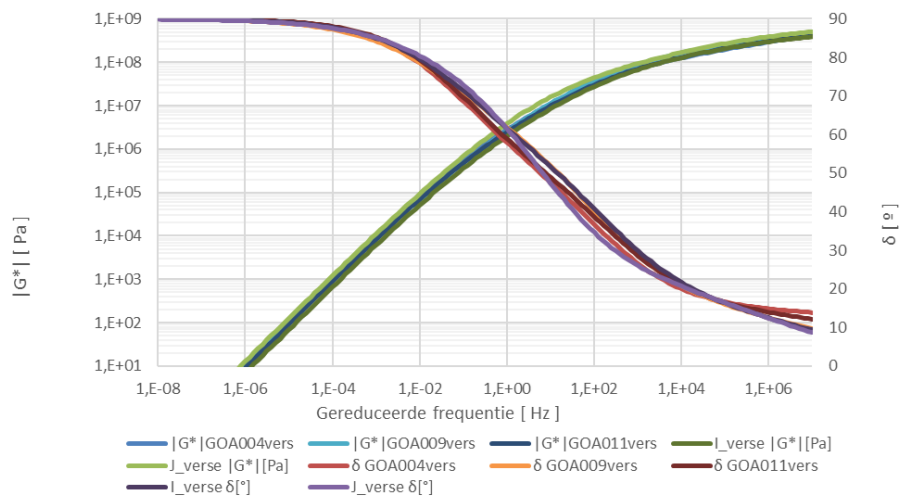


**Figuur 2.30: Mastercurve vergelijking van verschillende 10/20MG bindmiddelen in verse toestand.**

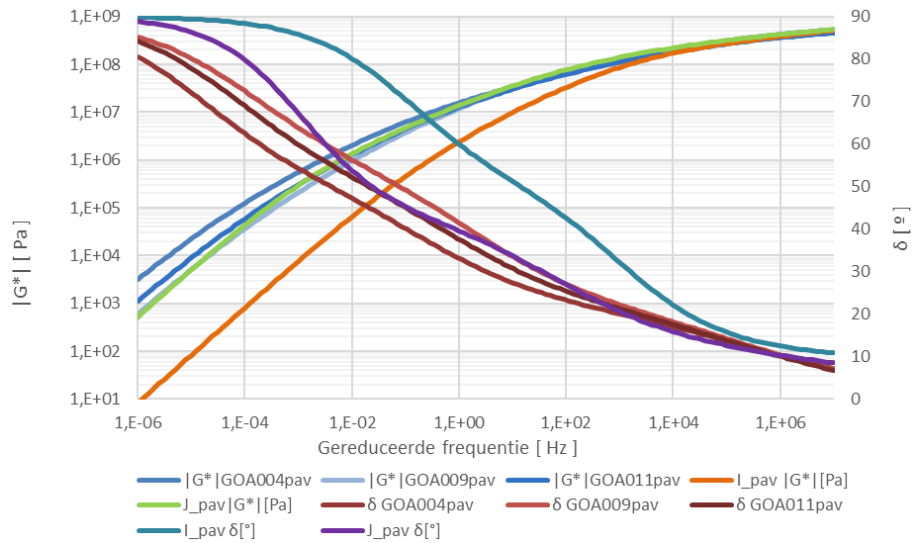


**Figuur 2.31: Mastercurve vergelijking van verschillende 10/20MG bindmiddelen na PAV-veroudering.**

-De fasehoek van samples 8 en 14 vertonen karakteristieken die overeenkomen met die van polymoegemodificeerde bitumina. Voor deze bitumina zijn ook afwijkende pieken bij de FTIR-resultaten gevonden in figuur 2.3 Qua stijfheid valt sample 14 wat lager uit bij alle frequenties. Dit zien we ook terug in de stijfheid van de mastieken.



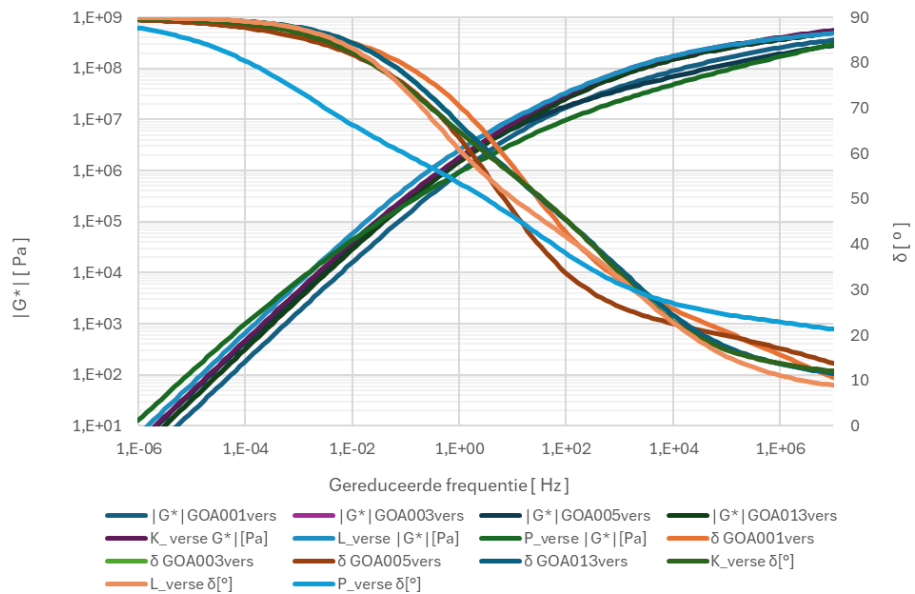
**Figuur 2.32: Mastercurve vergelijking van verschillende 40/60 bindmiddelen in verse toestand.**



**Figuur 2.33: Mastercurve vergelijking van verschillende 40/60 bindmiddelen na PAV-veroudering.**

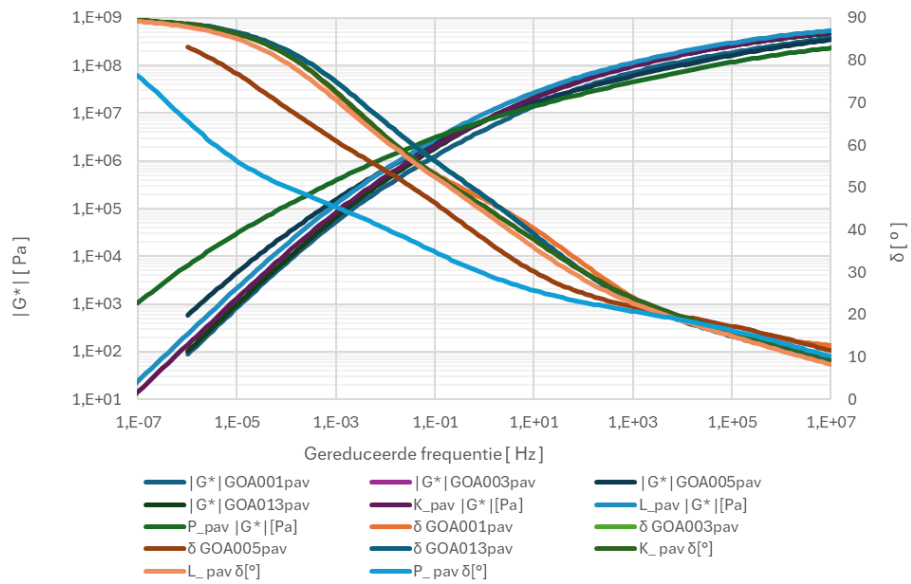
-De MC-eigenschappen van de 40/60 bitumina zijn zeer vergelijkbaar. Vooral de verse eigenschappen zijn van constante kwaliteit. Na veroudering zijn er wat verschillen te zien, echter zijn deze ook beperkt.

-De uitzondering zijn de eigenschappen van bitumen I, welke na veroudering de mastercurve-eigenschappen onveranderd is gebleven. Dit is zeer waarschijnlijk een meetfout of een verwisseld monster tijdens de uitvoering van de testen.



**Figuur 2.34: Mastercurve vergelijking van verschillende 70/100 bindmiddelen in verse toestand.**

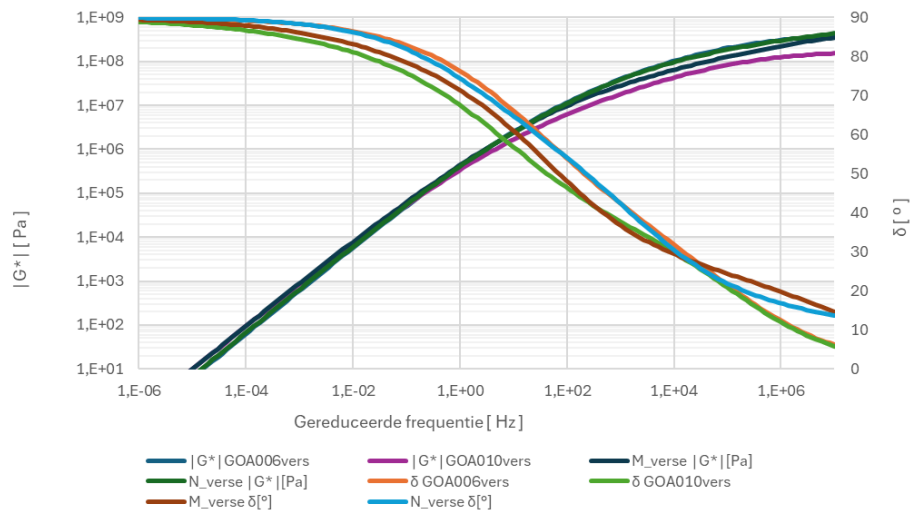




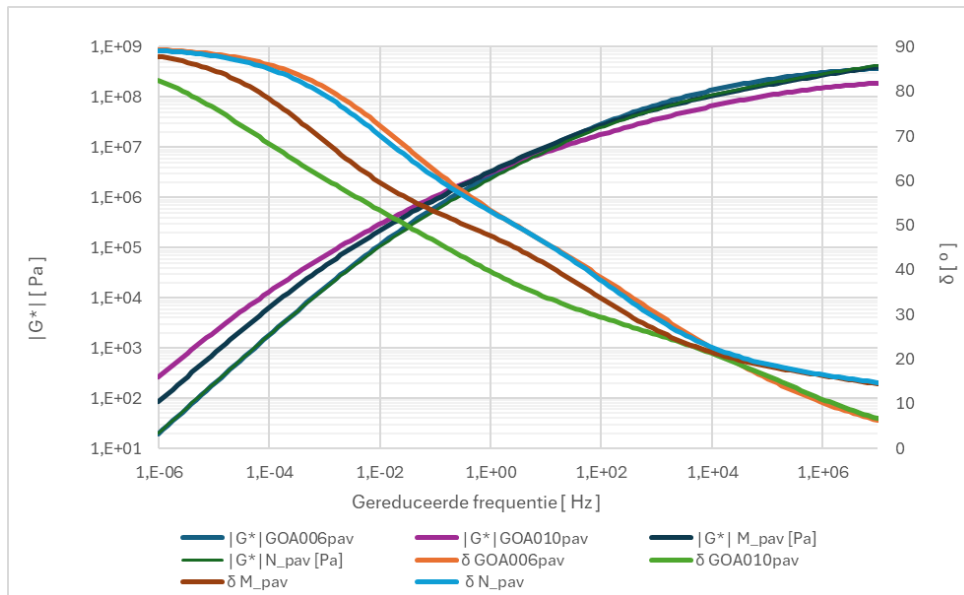
**Figuur 2.35: Mastercurve vergelijking van verschillende 70/100 bindmiddelen na PAV-veroudering.**

-Uit de mastercurve resultaten is afwijkend gedrag te zien voor Bitumen P, vooral in de fasehoek van de verse bitumina, en in zowel de fasehoek als  $G^*$  na veroudering. De gevoeligheid voor veroudering is te zien aan de sterke toename van de  $G^*$  na veroudering ten opzichte van de andere bitumina.

-Uit de 70/100 bitumen categorieën bevatten bitumen 1, 3 en P sporen van REOB. Het gehalte REOB in Bitumen P is significant hoger. De REOB in samples 1 en 3 leidt niet tot significant afwijkend gedrag in de mastercurve eigenschappen. Het afwijkend gedrag van bitumen 5 is niet geassocieerd met de aanwezigheid van REOB.



**Figuur 2.36: Mastercurve vergelijking van verschillende 160/220 bindmiddelen in verse toestand.**

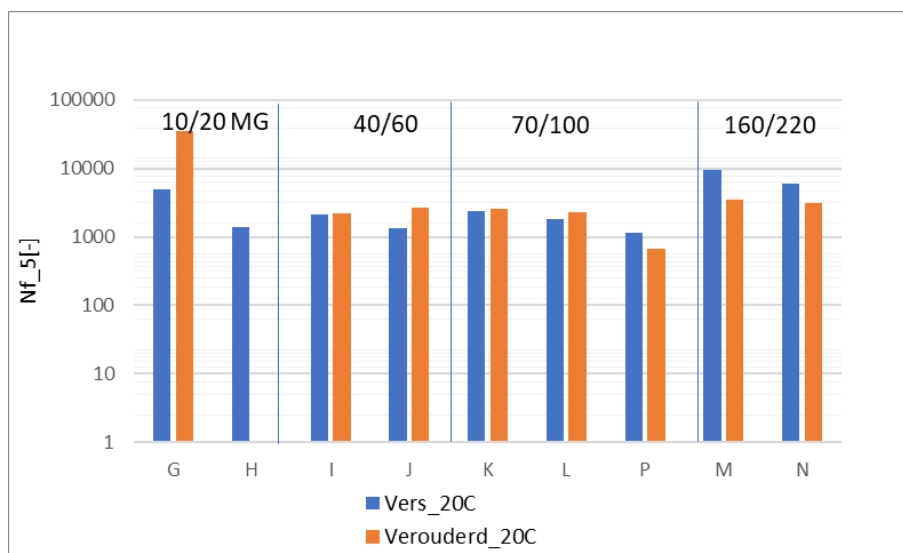


Figuur 2.37: Mastercurve vergelijking van verschillende 160/220 bindmiddelen na PAV-veroudering.

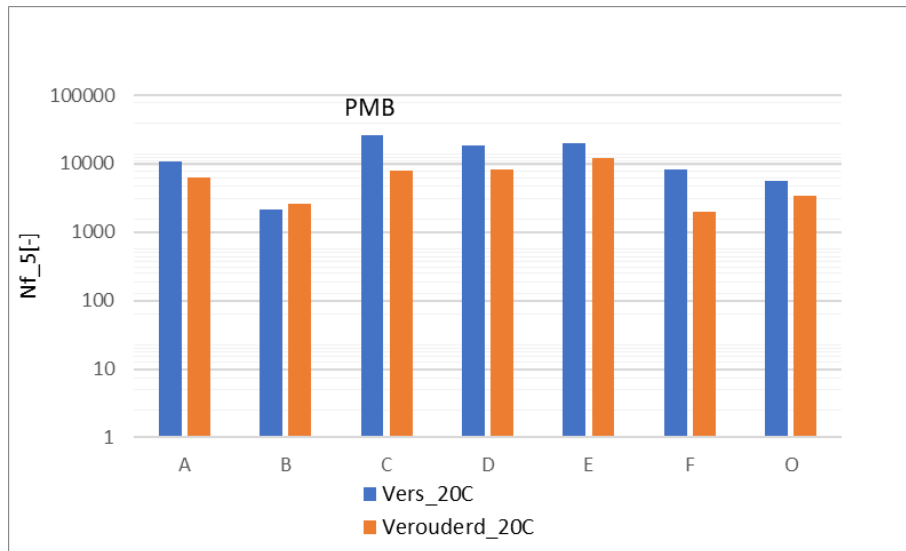
-Bij de 160/220 bindmiddelen zijn samples 10 en M meer verouderingsgevoelig. Deze vertonen een grotere toename in elastisch gedrag dan de andere bitumina.

### 2.3.4 Vermoeiing

De LAS-proeven in het Leerruimte-project zijn uitgevoerd voor verse en verouderde bitumina bij 20°C. Uit de resultaten blijkt dat voor sommige bindmiddelen de vermoeiingslevensduur van het bindmiddel na veroudering beter wordt. Een mogelijke verklaring daarvoor zou kunnen zijn dat bij 20°C het verse bitumen zich zo viskeus gedraagt dat de scheurvorming hypothese (continuum damage mechanics hypothese) die in de LAS-proef is aangenomen, niet plaatsvindt waardoor de resultaten misleidend zijn. In het Grip op Asphalt-project is daarom besloten om de testtemperatuur voor de verse bitumina te verlagen. Hierdoor zijn alle verse bitumina in het GoA-project bij 10°C getest. De LAS proeven op de verouderde bitumina zijn bij de standaardtemperatuur van 20°C uitgevoerd. Vanwege het verschil in testtemperaturen is het niet mogelijk om de resultaten van het Leerruimte-project en het GoA-project samen te toevoegen. De resultaten van deze projecten zijn apart geanalyseerd. De resultaten voor de LAS-tests van de leerruimte zijn hieronder weergegeven in figuren 2.38 en 2.39. De resultaten voor het GoA-project zijn weergegeven in figuren 2.40 en 2.41.



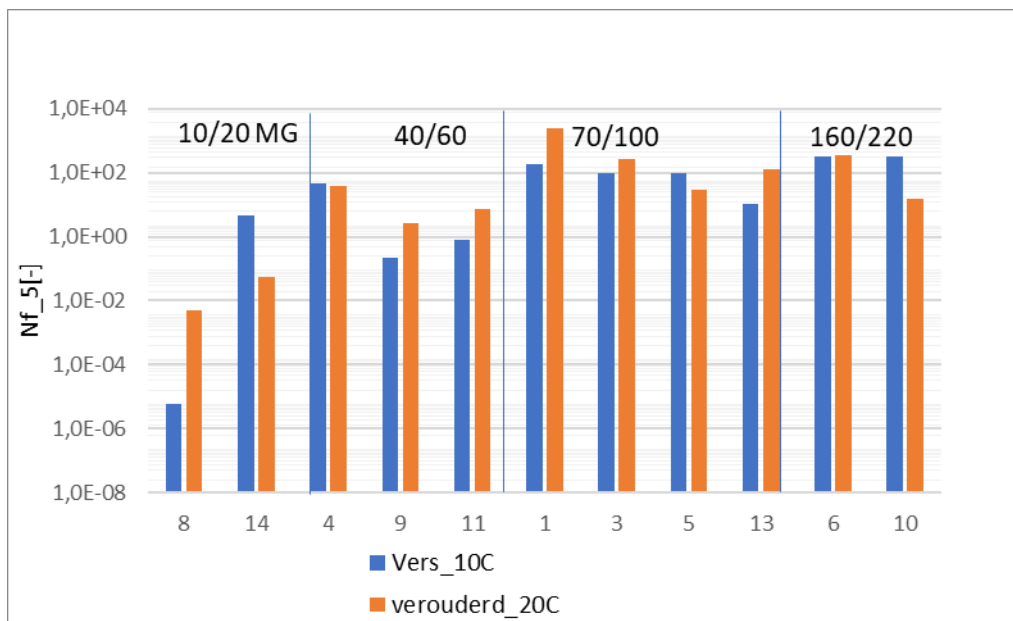
Figuur 2.38: Vermoeiingslevensduur voor en na PAV voor niet-gemodificeerde bitumina uit het leerruimte project.



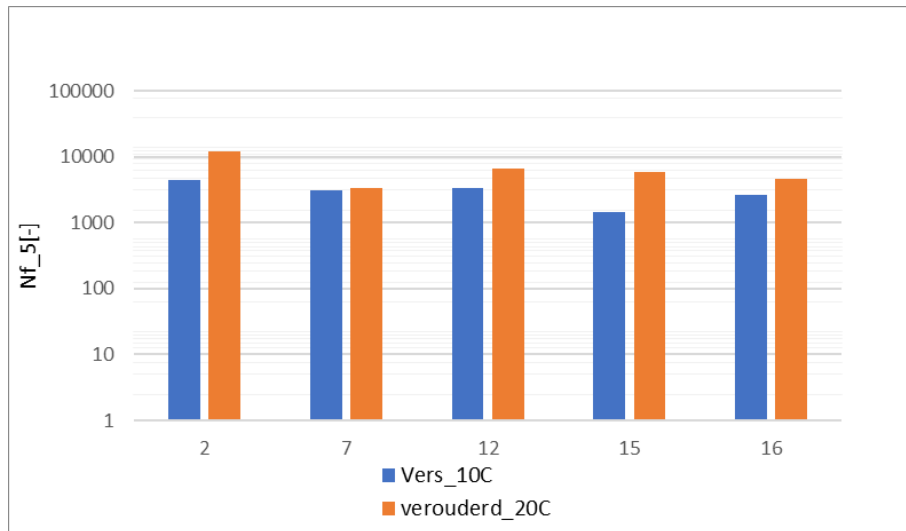
**Figuur 2.39: Vermoeingslevensduur voor en na veroudering voor polymeergemodificeerde bitumina uit het leerruimte project.**

-Vooraf voor de niet-gemodificeerde bitumina is de vermoeingslevensduur van de bindmiddelen na veroudering grotendeels gelijk of beter dan in verse toestand.

-Uit de 70/100 categorie, vertoont bitumen P ander gedrag.



**Figuur 2.40: Vermoeingslevensduur voor en na PAV voor niet-gemodificeerde bitumina uit het GoA project.**

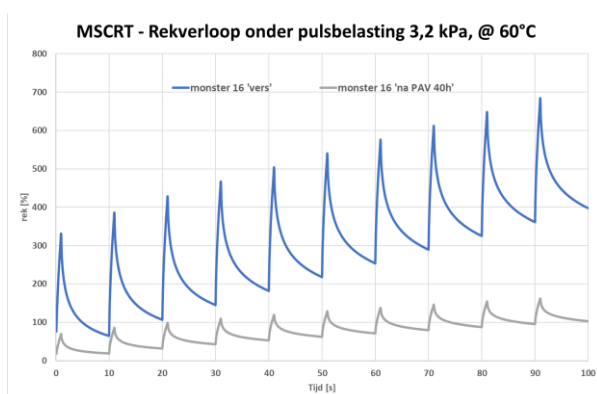


Figuur 2.41: Vermoeingslevensduur voor en na PAV voor polymeergemodificeerde bitumina uit het GoA project.

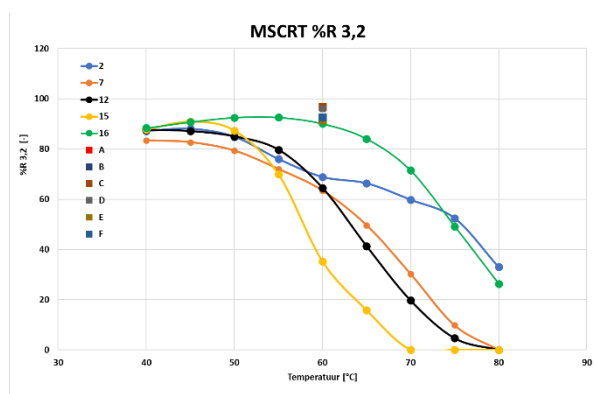
- Van de 10/20MG bitumina is sample 14 afwijkend. De andere samples, zowel uit de leerruimte, als bij GoA, hadden een hogere  $N_f$  na veroudering. Hier is voor bitumen 8 dezelfde trend gevonden, alhoewel de GoA bitumina in verse toestand bij 10°C getest zijn. Voor bitumen 14 is  $N_f$  na veroudering hoger dan  $N_f$  voor verse toestand bij 10°C.
- De 40/60 bitumina vertonen onderling vergelijkbare resultaten.
- In de 70/100 groep heeft bitumen 13 de laagste  $N_f$  in verse toestand. Na veroudering heeft bitumen 5 een lagere  $N_f$  t.o.v. de verse  $N_f$  op 10°C.
- Bij de 160/220 bitumina wijkt sample 10 af. Na veroudering is  $N_f$  veel kleiner dan de verse  $N_f$ .
- Voor de Pmb's konden geen veelzeggende conclusies gemaakt worden.

### 2.3.5 Vervorming

De weerstand tegen vervorming van de polymeergemodificeerde bitumina is gemeten met de multi stress creep recovery test (MSCRT). Deze meet het elastisch-viskeus herstel na vervorming en de blijvende plastische vervorming. Grip op asfalt Pmb's zijn volgens prEN 16659:2024 ontw beproefd en Pmb's uit 'de Leerruimte' volgens: EN 16659:2015. Het verschil tussen beide methodes is een 'sweep' meting in de 2024 versie tegenover een enkele puntmeting in de 2015 versie. Alleen de 3,2 kPa pulsbelasting is hier gegeven. De 0,1 kPa belasting is niet onderscheidend genoeg bevonden. De karakteristieke waarden zijn: de hoeveelheid niet herstelbare kruipconformiteit  $J_{nr,3,2}$  (1/kPa), een lagere waarde is een beter herstelvermogen en het percentage herstel  $\%R_{3,2}$  kPa. Figuur 2.42 geeft een algemeen verloop van een enkele meting met pulsbelasting van 3,2 kPa bij 1 temperatuur. Figuur 2.43 geeft de resultaten van de  $\%R_{3,2}$  kPa parameter over de verschillende temperaturen. In 'de leerruimte' is enkel 1 temperatuur beproefd, welke resulteren in de zeer gegroepeerde puntmeting.



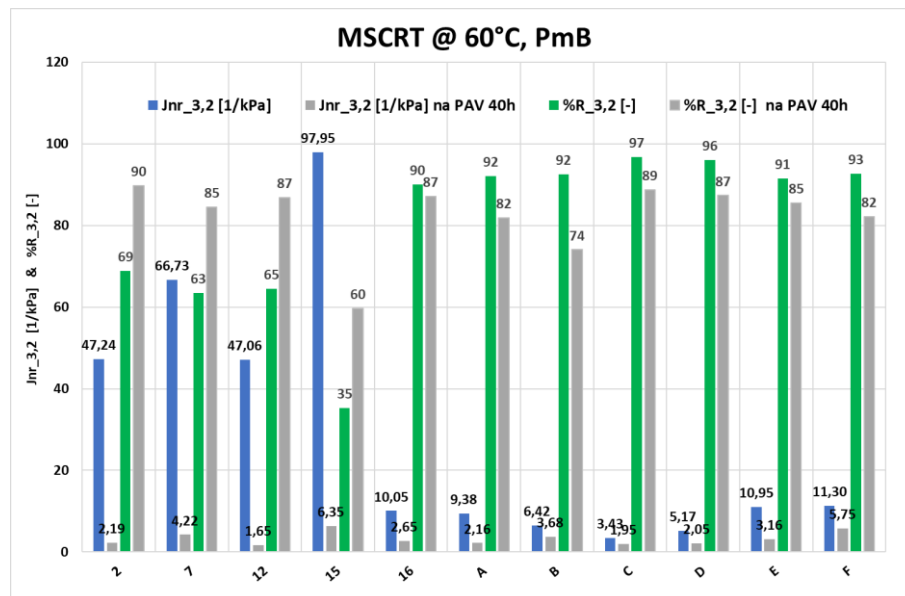
Figuur 2.42: MSCRT voorbeeld rekverloop



Figuur 2.43:  $\%R_{3,2}$  kPa van Pmb

De resultaten uit figuur 2.43 laten zien dat bij een hogere temperatuur het bitumen meer blijvend vervormd. Waarbij het omslagpunt een gelijke temperatuur zou moeten hebben met het verwekingspunt. De parameter %R<sub>3,2</sub> kPa met een temperatuursweep is daarmee meer onderscheidend op nieuw bitumen dan een enkele temperatuursmeting.

Het resultaat van  $J_{nr,3,2}$  en %R<sub>3,2</sub> kPa vers als verouderd zijn beide gegeven in figuur 2.44.



Figuur 2.44: MSCRT  $J_{nr,3,2}$  en %R<sub>3,2</sub> voor en na veroudering bij 60°C voor PmB

Er is duidelijk onderscheid aanwezig tussen de bitumina vanuit Grip op Asphalt en die vanuit de 'de leerruimte' en de twee verschillende Normen waarmee de proef is uitgevoerd. Daarmee is een vergelijkende analyse lastig. Enerzijds wordt het proefstuk in de oude norm maar 2 maal belast, waarbij in de vernieuwde Norm het proefstuk zodanig vaak belast is tijdens de 'sweep' dat het zeer goed mogelijk is dat het vervormd voorbij het lineaire gebied. Er kan vanuit de  $J_{nr,3,2}$  parameter gesteld worden dat deze aanzienlijk afneemt na de PAV, oftewel de absolute hoeveelheid vervorming na belasting en de terugvering neemt aanzienlijk af. Het percentage herstelbare vervorming %R<sub>3,2</sub> neemt juist toe na de PAV. Het bindmiddel is harder geworden en is daarmee direct minder viskeus. Echter laat 'de leerruimte' hier een tegenovergesteld beeld zien met wel een afname. Dit is zondig afhankelijk van de gebruikte modificatie en het basisbitumen dat met de gebruikte verschillende soorten modificaties onderling geen vergelijkende conclusie mogelijk is.

## 2.4. Referenties

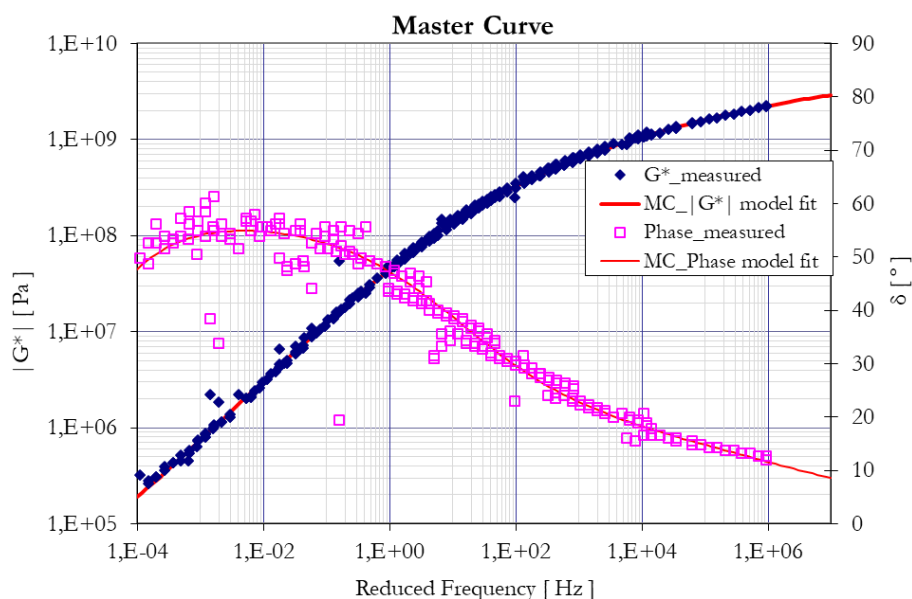
- [1] Field Analysis of Asphalt Binders for Recycled Engine Oil Bottoms (REOB) using Handheld XRF Spectrometers. FHWA-HRT-18-043.
- [2] NEN-ISO 8217:2024 – Producten uit aardolie, synthetische en hernieuwbare bronnen – Brandstoffen (klasse F) – Specificaties voor scheepsbrandstoffen.
- [3] ASTM E 1356-23 – Standard Test Method for Assignment of the Glass Transition Temperatures by Differential Scanning Calorimetry.
- [4] NEN-EN 1426:2015 – Bitumen en bitumineuze bindmiddelen – Bepaling van de naaldpenetratie.
- [5] NEN-EN 1427:2015 – Bitumen en bitumineuze bindmiddelen – Bepaling van het verwekingspunt – Ring- en kogelmethode.
- [6] NEN-EN 12591:2009 – Bitumen en bitumineuze bindmiddelen – Specificaties voor penetratiebitumen.
- [7] NEN-EN14023:2010 - Bitumen en bitumineuze bindmiddelen – Specificaties voor met polymeren gemodificeerd bitumen.
- [8] NEN-EN 13924-2:2014 - Bitumen en bitumineuze bindmiddelen – Specificaties voor speciale bitumen – Deel 2: Multigrade bitumineuze bindmiddelen.
- [9] NEN-EN 14771:2023 - Bitumen en bitumineuze bindmiddelen – Bepaling van de buigkruipstijfheid – Buigproef Rheometer (BBR).
- [10] Asphalt Institute. State-Of-The-Knowledge: Use of the Delta Tc Parameter to Characterize Asphalt Binder Behavior, IS-240 (2019).
- [11] NEN-EN 13589:2018 - Bitumen en bitumineuze bindmiddelen – Bepaling van de trekeigenschappen van gemodificeerd bitumen door de kracht-ductiliteit-methode.
- [12] NEN-EN 13302:2018 - Bitumen en bitumineuze bindmiddelen – Bepaling van viscositeit van bitumen met gebruik van een rotatieviscometer.
- [13] B. Gaarkeuken, R. Hermsen, R. Huurman. Asphalt Wegdek Test voor SMA – Mastiekeigenschappen en de levensduur van SMA, CROW Infradag (2022).

### 3. Proefresultaten mastiek

De mastiek bevat bitumen, vulstof en zand. Tijdens het Leerruimte-onderzoek zijn geen proeven op mastiek verricht, aangezien dat met name een verkennend onderzoek op bitumen was, naar aanleiding van aan bitumenkwaliteit gerelateerde incidenten op projecten. In het vervolgonderzoek, Grip op Asfalt, is er gekeken naar een bredere bemonstering van bitumen van verschillende asfaltcentrales. In deze fase is ook besloten, niet alleen onderzoek op bitumenniveau, maar ook op de mastiek en het asfaltmengsel uit te voeren. Hierdoor zijn de mastiekresultaten enkel beschikbaar voor de bitumina bemonsterd tijdens het "Grip op Asfalt" project. De functionele eigenschappen van de mastieken zijn hieronder beschreven.

#### 3.1. Frequency sweep resultaten

Op basis van de frequency sweep resultaten uit de DSR zijn mastercurves voor de mastieken opgesteld. De mastercurves (MC) zijn opgesteld bij een referentietemperatuur van 20°C. De gemeten data is beschreven door een MC-model. De kwaliteit van de modelbeschrijving is hieronder weergegeven in figuur 3.1. De spreiding in de gemeten punten voor de fasehoek komt door de aanwezigheid van zand in de mastiek, wat leidt tot ruis in de metingen. Dit is in het geval van DSR-metingen aan mastiek een normaal fenomeen. De gegevens die in de trend van het model vallen, zijn representatief voor de intrinsieke eigenschappen van de mastiek.



Figuur 3.1: Illustratie van MC voor mastiek GoA-10 (model en gemeten data)

#### Cross-over parameters

Uit de mastercurveresultaten kunnen verschillende parameters worden gelezen, onder andere de cross-over frequentie waarbij de fasehoek van de mastiek 45° wordt, of de cross-over temperatuur waarbij de fasehoek 45° wordt bij 0,4 Hz. Het cross-over punt heeft een significante betekenis. Het is een punt waar het viskeuze en elastische gedrag van de mastiek precies in balans zit. Voor of na het cross-over punt domineert het elastische of viskeuze gedrag meer dan de andere. De verschuiving van dit punt wijst aan de verandering van eigenschappen.

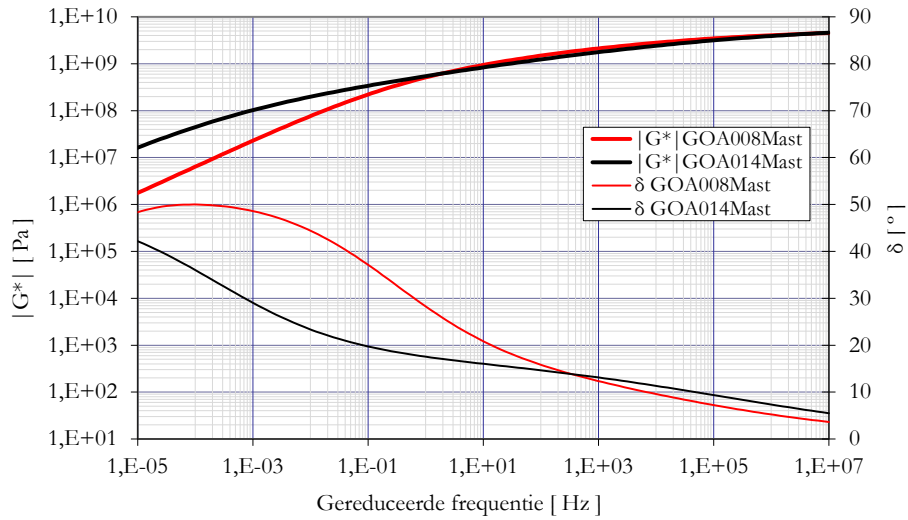
Bij veroudering bijvoorbeeld, wordt het bitumen bros, waarbij het cross-over punt verschuift naar hogere temperaturen of lagere frequenties. Door het analyseren van het cross-over punt kunnen de gevolgen van de bindmiddelen voor veroudering of andere veranderingen geanalyseerd worden.

Voor bindmiddelen/mastieken waarbij de fasehoek niet boven 45° komt, of als er meerdere punten zijn waarop de fasehoek van het bindmiddel 45° wordt (bijvoorbeeld voor polymeer gemodificeerde bitumina), heeft het cross-over punt een beperking in zeggingskracht. Ook hier moet de kanttekening geplaatst worden, dat voor mastieken het moeilijker kan zijn om een cross-over punt te bereiken in elastisch en viskeus gedrag. Een mastiek is immers een redelijk vaste stof, waarin het aandeel aan vloeïend, viskeus gedrag beperkt is.

Voor de mastiek in dit onderzoek werden deze parameters vergeleken per groep: 10/20MG, 40/60, 70/100 en 160/220, en polymeergemodificeerde bitumina. Uit de vergelijking blijkt dat de cross-over frequentie/temperaturen niet geschikte parameters zijn om mastieken te vergelijken. Dit is omdat niet alle mastieken zich viskeus gedragen bij hogere temperaturen. Vooral wanneer de fasehoek onder 45° blijft bij hogere temperaturen, is het bepalen van de cross-overparameter niet mogelijk. Hierdoor ontbreekt de parameter voor de betreffende mastiek. De vergelijking van deze parameters levert geen bruikbare informatie. Deze resultaten zijn, ter informatie, in bijlage 10 toegevoegd.

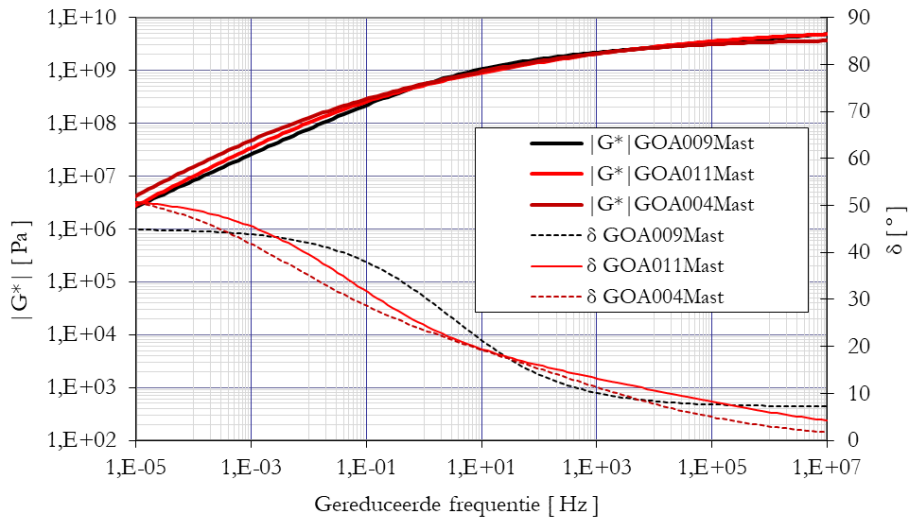
### Mastercurve vergelijkingen

Hieronder zijn de mastercurve vergelijkingen tussen de verschillende mastieken per groep (10/20MG, 40/60, 70/100 en 160/220, en polymeergemodificeerde bitumina) weergegeven, in figuren 3.2 t/m 3.6, respectievelijk. Alle mastercurves zijn opgesteld bij de referentie-temperatuur van 20°C.



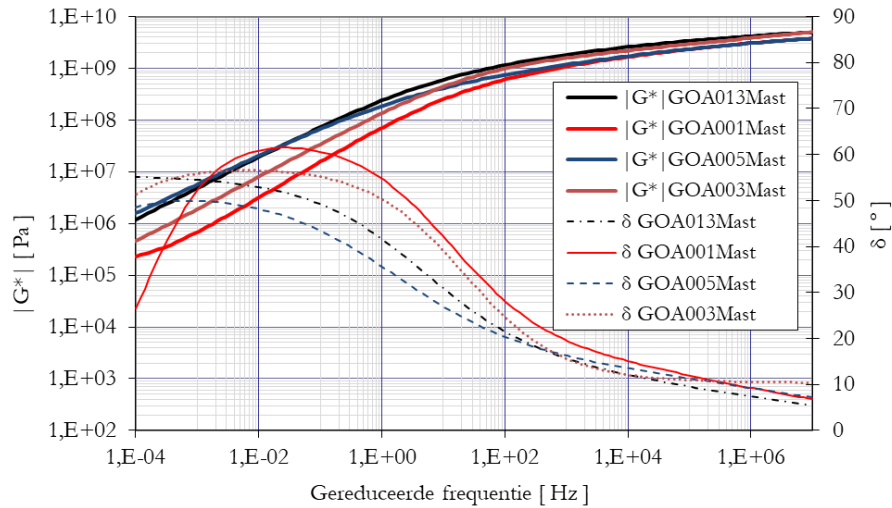
**Figuur 3.2: Mastercurve resultaten van 10/20MG mastieken bij 20°C.**

- Bij hoge frequenties zijn de 10/20MG Mastieken zeer vergelijkbaar.
- Bij lagere frequenties vertoont Mastiek 8 een lagere stijfheid (en daarmee een hogere fasehoek).



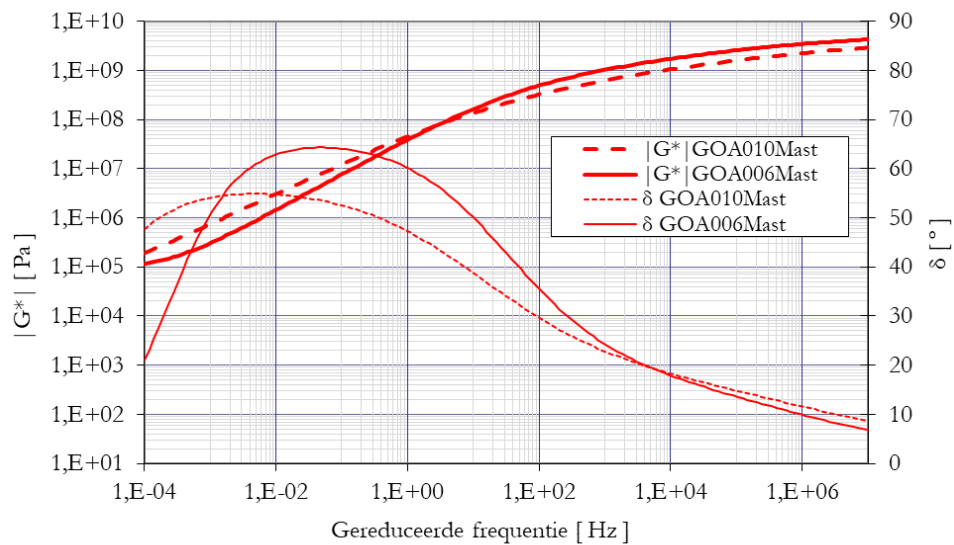
**Figuur 3.3: Mastercurve resultaten van 40/60 mastieken bij 20°C.**

- De mastercurve resultaten van de 40/60 mastieken zijn onderling zeer vergelijkbaar. Er is hier geen sprake van afwijkend gedrag ten opzichte van elkaar.



**Figuur 3.4: Mastercurve resultaten van 70/100 mastieken bij 20°C.**

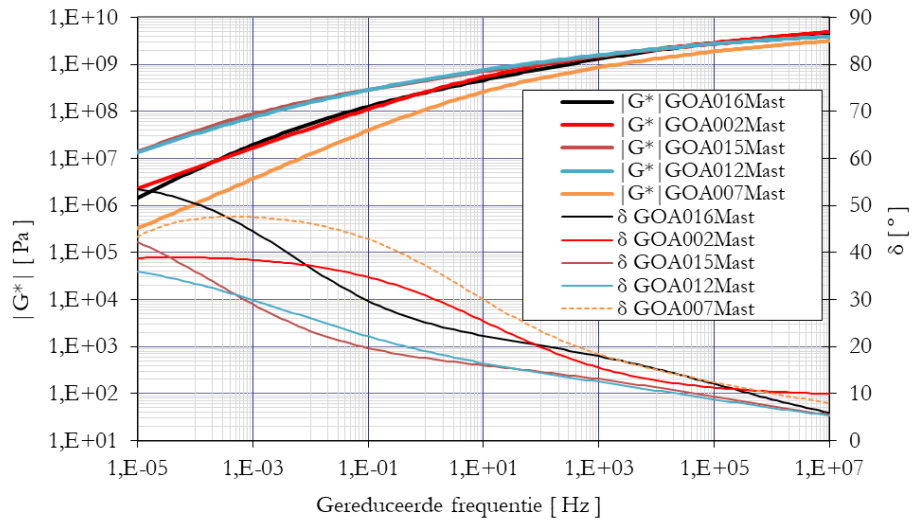
Mastiek 1 en mastiek 3 vertonen een lagere stijfheid bij lagere frequenties. Vooral mastiek 1 wijkt duidelijk af van de groep. De afname in de fasehoek op lagere frequentie is een gevolg van toepassing van een zachter bitumen in de mastiek, waarbij de invloed van het zand op de fasehoek dominant wordt. Mastiek 1 komt van een wat zachter bitumen met een hoge penetratie. Mastiek 3 komt van een wat stijver bitumen met een lagere penetratie, maar deze blijkt een zachtere mastiek te geven. Er zijn voor deze beide bitumina in de penetratie en verwekingspunt na veroudering geen afwijkingen gevonden.



**Figuur 3.5: Mastercurve resultaten van 160/220 mastieken bij 20°C.**

-Mastercurves van mastiek 6 en mastiek 10 vertonen een vergelijkbaar gedrag. De waargenomen verschillen zijn te beperkt om naar afwijkend gedrag te kunnen verwijzen.





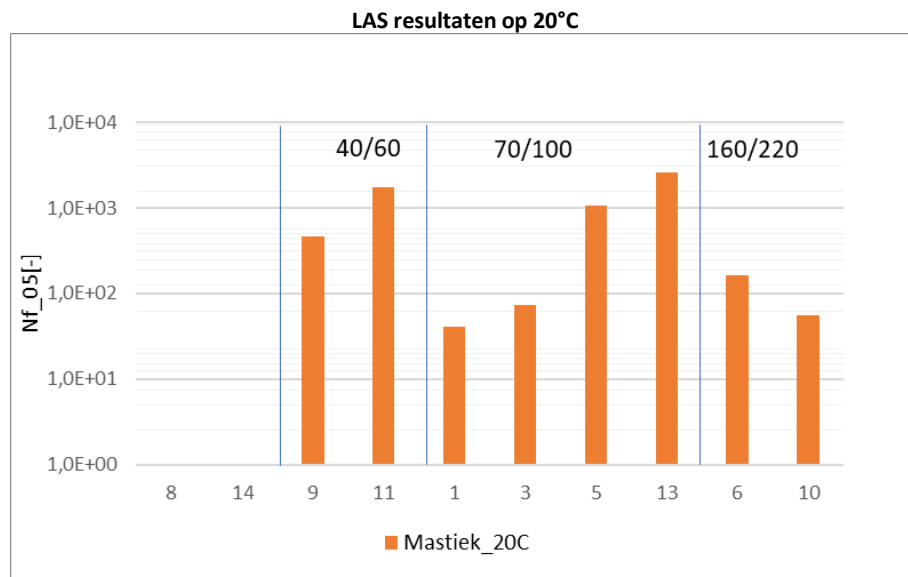
**Figuur 3.6: Mastercurve resultaten van polymeergemodificeerde mastieken bij 20°C.**

- Voor de polymeergemodificeerde mastieken treffen we grote verschillen aan in de mastercurve eigenschappen. Dit komt onder andere omdat de PmB's verschillend zijn in type en in modificatie-graad.
- Relatief gezien is mastiek 7 het meest flexibel (lagere stijfheid).
- Mastieken 12 en 15 zijn het stijfst. Voor mastiek 15 is dit naar verwachting aangezien dit een EVA-modificatie betreft. Mastiek 12 viel hier juist in op gezien het type polymeermodificatie.

### 3.2. LAS resultaten

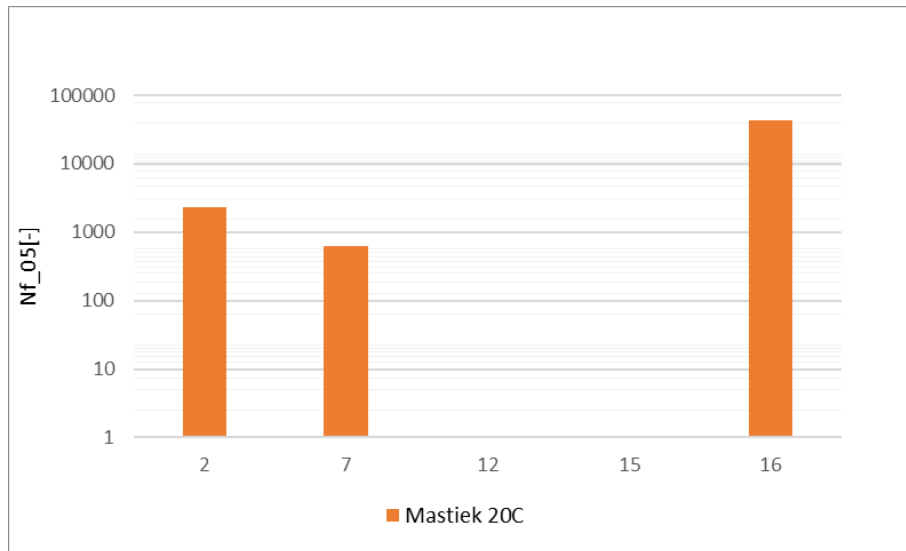
De Linear Amplitude Sweep, of LAS, is een testmethodiek om zicht te krijgen op het vermoeingsgedrag van een bitumen of mastiek. In het geval van mastieken, zijn de tests voor de stijvere samples uitgevoerd bij een hogere temperatuur, omdat de samples anders te stijf zijn voor een succesvolle meting. De metingen zijn uitgevoerd bij 20°C en bij 30°C, en zijn te zien in figuren 3.7 t/m 3.10.

In het algemeen beveelt de werkgroep aan om goed op te letten op het meten bij de juiste temperaturen, ook als deze afwijken van de norm. Het juiste gedrag van de mastiek moet gekarakteriseerd worden, hiervoor kan beter niet aan de uiterste temperatuurgrenzen gemeten worden om maar aan de norm of machine-eisen te kunnen voldoen.



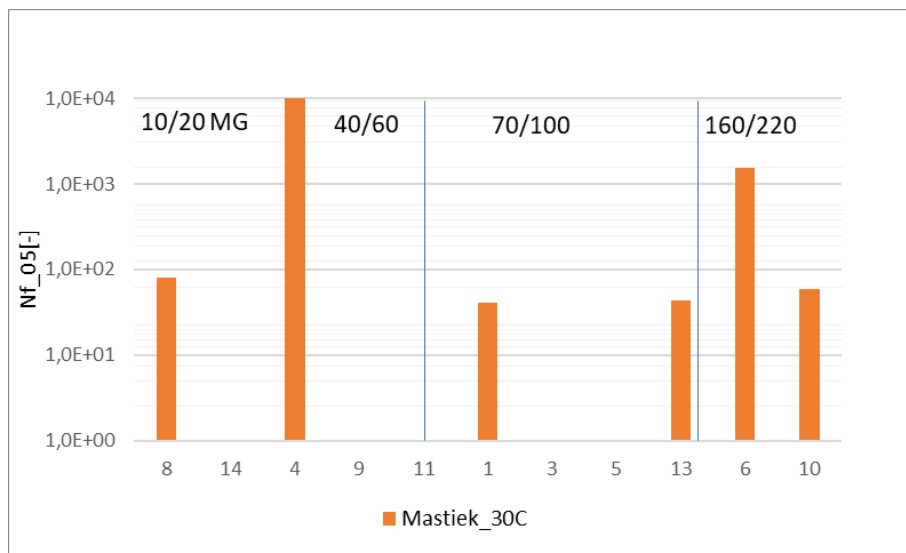
**Figuur 3.7: LAS resultaten Nf(0,5) op 20°C voor de mastieken met penetratie-bitumina.**

- De LAS-proeven op de 10/20 MG mastieken 8 en 14 zijn uitgevoerd bij 30°C, deze zijn gepresenteerd in figuur 3.9.
- Bij de 40/60 bitumina was de mastiek van sample 4 te stijf om bij 20°C te kunnen beproeven. LAS proeven voor deze mastiek zijn uitgevoerd op 30°C, en zijn dus gepresenteerd in figuur 3.9.
- Voor de 70/100 bitumina is er een enorm verschil tussen de samples 1 en 3 ten opzichte van de samples 5 en 13.



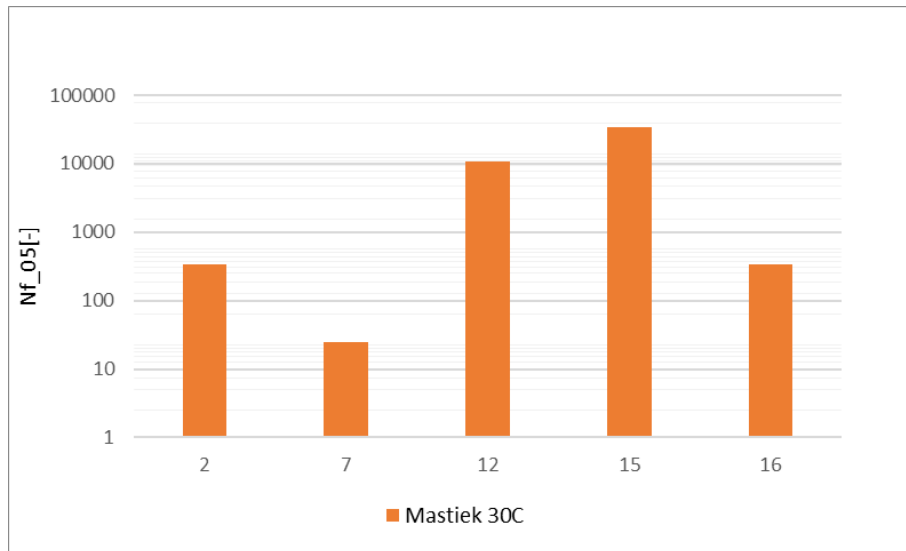
Figuur 3.8: LAS resultaten Nf(0,5) op 20°C voor de mastieken met polymeergemodificeerde bitumina.

- Mastiek 12, en 15 waren te stijf om LAS op 20°C uit te kunnen voeren. Bij 30°C kon deze wel worden uitgevoerd, deze resultaten zijn te zien in figuur 3.10. Dit gedrag is in lijn met de resultaten voor de mastercurves van de polymeergemodificeerde mastieken zoals getoond in figuur 3.6, waar deze twee mastieken stijver bleken.



Figuur 3.9: LAS resultaten Nf(0,5) op 30°C voor de mastieken met MG en penetratie bitumina.

- Bij 30°C is 10/20MG mastiek 14 nog steeds te stijf gebleken om te kunnen meten. Bij de bepaling van de mastercurve in figuur 3.2 is ook naar voren gekomen dat deze mastiek stijver is dan mastiek 8.
- De trend voor mastieken 6 en 10 is gelijk aan bij 20°C.
- mastiek 4 (40/60) was bij 20°C te stijf om LAS te kunnen bepalen. Op 30°C laat deze een zeer hoog vermoeiingsleven ( $N_f > 5 \cdot 10^4$ ) zien.



Figuur 3.10: LAS resultaten  $N_f(0,5)$  op 30°C voor de mastieken met polymeergemodificeerde bitumina.

- De gevonden data voor de polymeergemodificeerde mastieken correleert goed met de mastercurves zoals getoond in figuur 3.6. Een hogere  $N_f$  gaat gepaard met een hogere stijfheid.
- Mastieken 2 en 7 tonen dezelfde trend als bij 20°C in figuur 3.8, maar er wordt een lagere  $N_f$  gevonden dan bij 20°C. De verwachting was dat bij hogere temperaturen de  $N_f$  ook hoger zou zijn, omdat een bitumen bij hogere temperaturen meer vloeit en daarmee meer healing kan vertonen. Ditzelfde gedrag wordt ook gevonden voor mastic 16.
- Daarmee is het resultaat tussen de temperaren niet geheel eenduidig en is het daarmee complex om een conclusie te trekken uit dit resultaat.

## 4. Proefresultaten asfalt

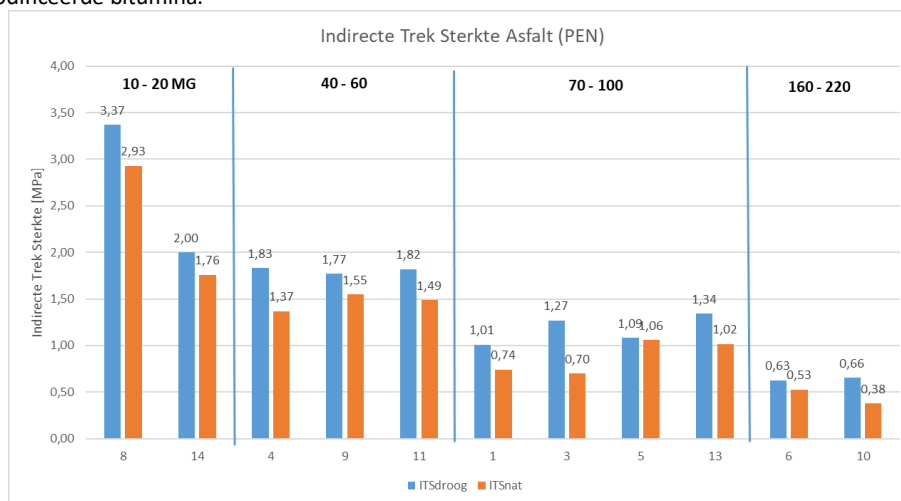
In dit hoofdstuk zijn de resultaten van de asfaltproeven weergegeven. Dit zijn: TS(R) bij 15 °C; CIT-CY en vermoeiing bij 20 °C. Het gekozen asfaltmengsel in dit onderzoek is een SMA 5. Deze keuze is gemaakt om de gelijkenis met mastiek zo groot mogelijk te houden. Naast de hieronder gegeven figuren, is een totaaloverzicht van de verrichte proeven op asfaltproefstukken gegeven in bijlage 11.

### 4.1. Indirecte slijtproef

De indirecte slijtproef (ITS(R)) is uitgevoerd volgens NEN-EN 12697-23:2017 en 12697-12:2018 [1,2] bij 15°C. Hierbij is de slijtsterkte en de watergevoeligheid bepaald. Aanvullend zijn de slijtenergie en scheurtaaiheid bepaald. Dit is alleen voor de asfaltmengsels met penetratiebitumen uitgevoerd. Voor de mengsels met polymeergemodificeerd bitumen zijn de resultaten van de slijtenergie en scheurtaaiheid niet beschikbaar.

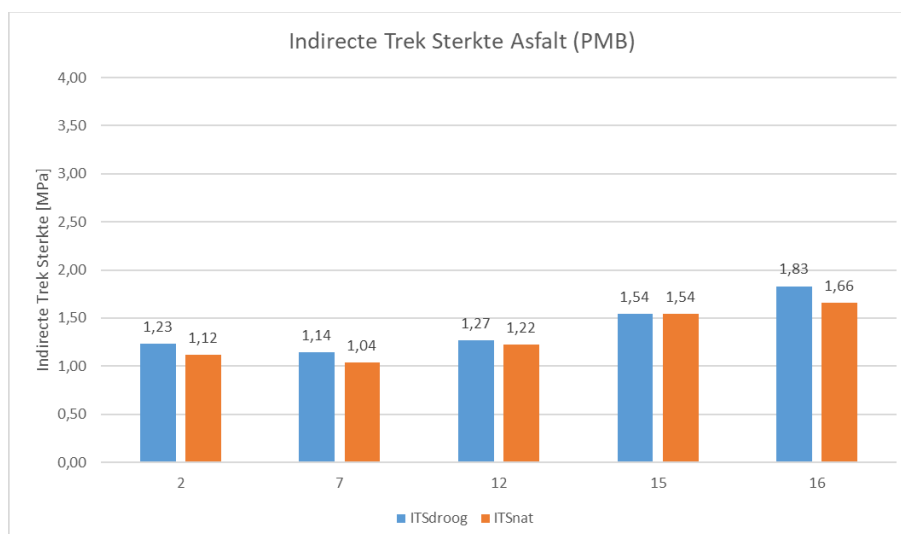
#### 4.1.1 Slijtsterkte

In figuur 4.1 is de indirecte treksterkte of slijtsterkte voor droge en natte beproeving weergegeven voor proefstukken op basis van penetratie en multigrade bitumina. Figuur 4.2 bevat deze resultaten voor de proefstukken op basis van polymeergemodificeerde bitumina.



Figuur 4.1: Indirecte treksterkte van proefstukken op basis van penetratie en multigrade bitumina.

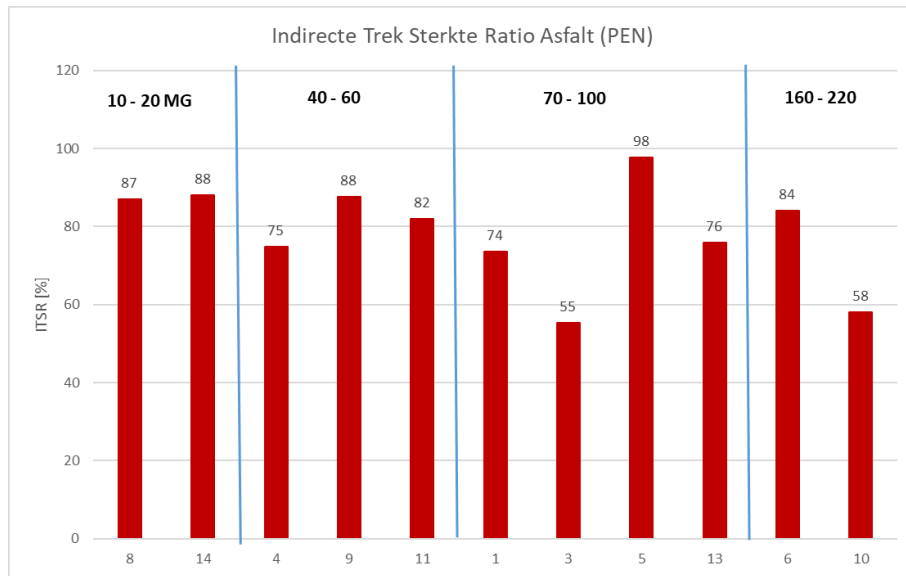
Opvallend is het verschil in “droge” slijtsterkte van de 10/20MG samples 8 en 14. De slijtsterkte van 14 komt dichterbij een pen 40/60 bindmiddel. De variatie van de slijtsterkte van de mengsels met pen 40/60 bitumen is niet groot, net als de mengsels met pen 160/220 bitumen. De slijtsterkte van de mengsels pen 70/100 bitumen varieert iets meer. De resultaten voor slijtsterktes en watergevoeligheid van de polymeergemodificeerde bindmiddelen wijken niet af van de verwachting.



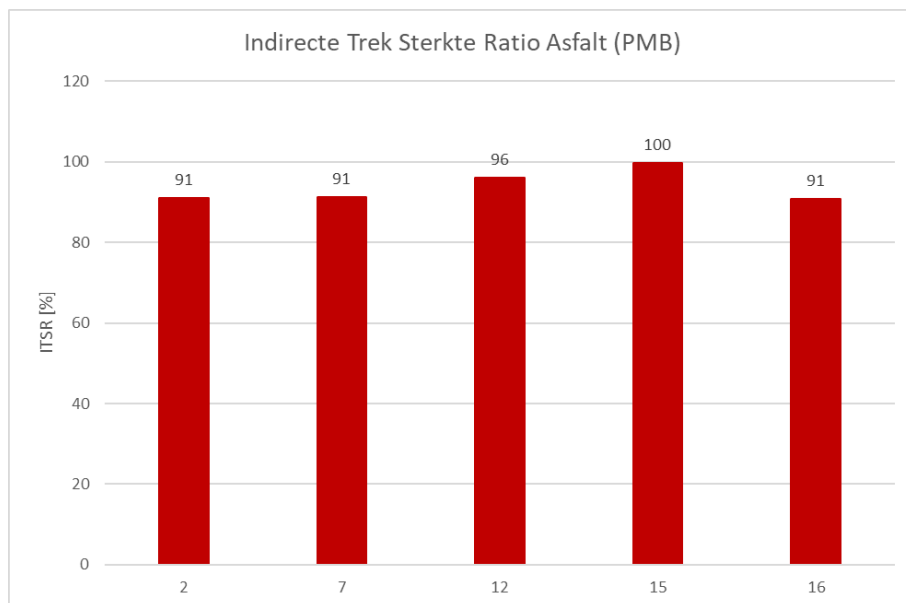
Figuur 4.2: Indirecte treksterkte van proefstukken op basis van polymeergemodificeerde bitumina.

### 4.1.2 Watergevoeligheid

Figuren 4.3 en 4.4 laten de ratio's tussen de indirecte treksterktes (*ITSR*) zien voor enerzijds de proefstukken uit penetratie en multigrade bitumina, en anderzijds de proefstukken op basis van polymeergemodificeerde bitumina. Met de *ITSR* wordt de mate van watergevoeligheid weergegeven. Idealiter is dit getal groter dan 80%, voor een SMA-mengsel.



Figuur 4.3: Watergevoeligheid (*ITSR*) in % voor proefstukken op basis van penetratie en multigrade bitumina.

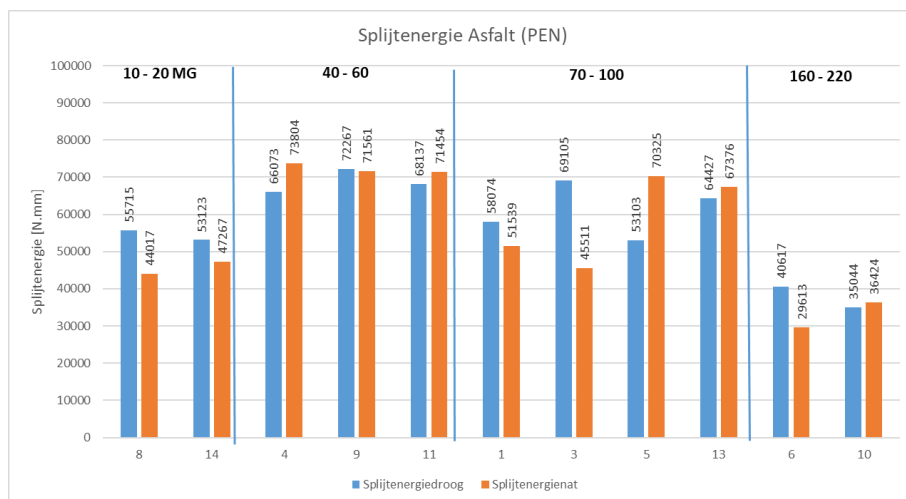


Figuur 4.4: Watergevoeligheid (*ITSR*) in % voor proefstukken op basis van polymeergemodificeerde bitumina.

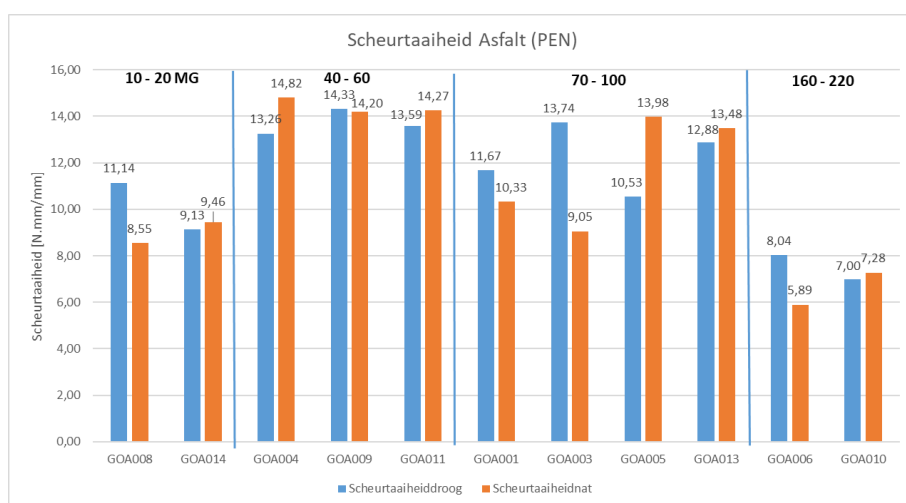
Asfaltmonsters van 70/100 bitumen 3 en 160/220 bitumen 10 hebben een lage *ITSR*-waarde. De invloed van de conditionering is bij deze bitumina sterk afwijkend ten opzichte van de andere penetratiebitumina. Alle gemodificeerde bindmiddelen hebben een *ITSR* boven de 90%. Dit zijn gangbare resultaten.

### 4.1.3 Spletenergie en scheurtaaiheid

In figuur 4.5 is de spletenergie voor proefstukken op basis van penetratie en multigrade bitumina weergegeven. Figuur 4.6 laat voor deze proefstukken de scheurtaaiheid zien. Voor de mengsels met PmB zijn de resultaten van de spletenergie en scheurtaaiheid niet beschikbaar.



Figuur 4.5: Slijtenergie van proefstukken op basis van penetratie en multigrade bitumina.



Figuur 4.6: Scheurtaaiheid van proefstukken op basis van penetratie en multigrade bitumina.

De variatie in scheurtaaiheid is sterker aanwezig in de populatie van pen 70/100 bitumen. Het verschil in de scheurtaaiheid bij asfaltmonsters van 70/100 bitumina 3 en 5 zijn heel hoog. Het valt hierbij ook op dat dit voor zowel de scheurtaaiheid in natte als in droge toestand opgaat.

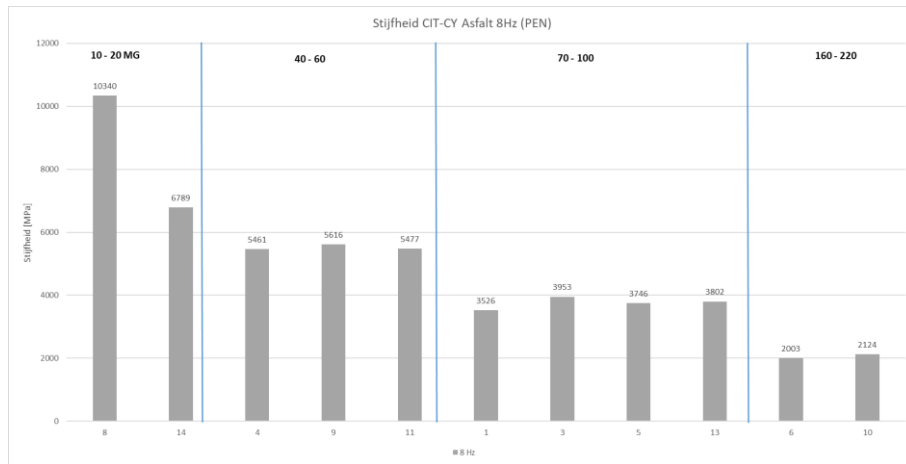
## 4.2. Cyclische proeven

### 4.2.1 Stijfheid

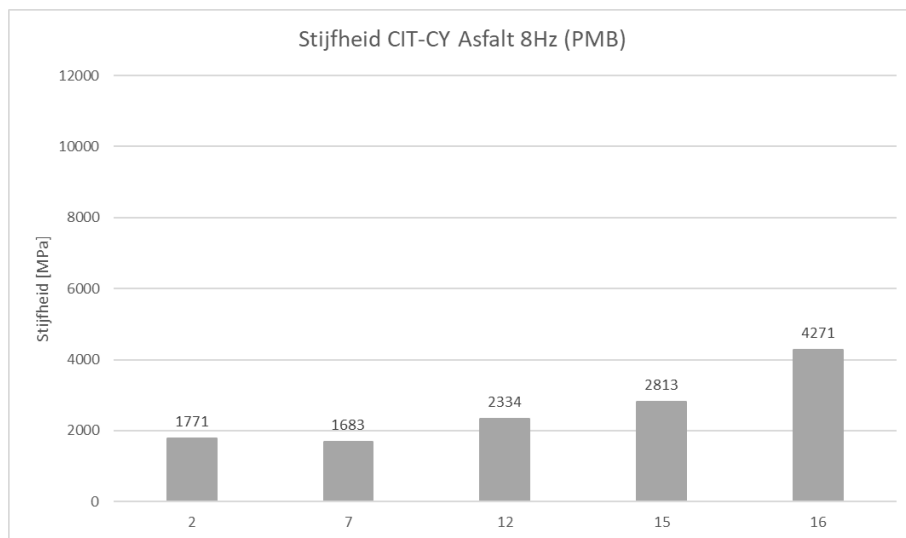
CIT-CY Stijfheid wordt uitgevoerd volgens NEN-EN 12697-26:2018 + A1:2022 [3]. Hiervoor worden minimaal 9 proefstukken beproefd bij 20 °C. De volgende frequenties zijn gebruikt: 30 Hz; 10 Hz; 8 Hz; 5 Hz; 2 Hz; 1 Hz; 0,5 Hz; 0,2 Hz; 0,1 Hz; 10 Hz

De stijfheid bij 8 Hz is weergegeven in de onderstaande figuren 4.7 voor proefstukken op basis van penetratie en multigrade bitumina, en in figuur 4.8 voor proefstukken uit polymeergemodificeerde bitumina.

- De stijfheden van de verschillende asfalsamenstellingen komen over het algemeen overeen met de verwachting van de stijfheid, maar de stijfheid van 10/20MG bitumen 14 is afwijkend. De stijfheid is voor 14 lager dan verwacht.
- Voor de proefstukken op basis van polymeergemodificeerd bitumen worden hele uiteenlopende waarden aangetroffen, maar deze waarden zijn ook lastiger te vergelijken dan waarden voor PEN-mengsels met een specifieke grade. Sample 16 is in deze categorie met name opvallend.



Figuur 4.7: CIT-CY stijfheid voor proefstukken op basis van penetratie en multigrade bitumina bij 8 Hz.

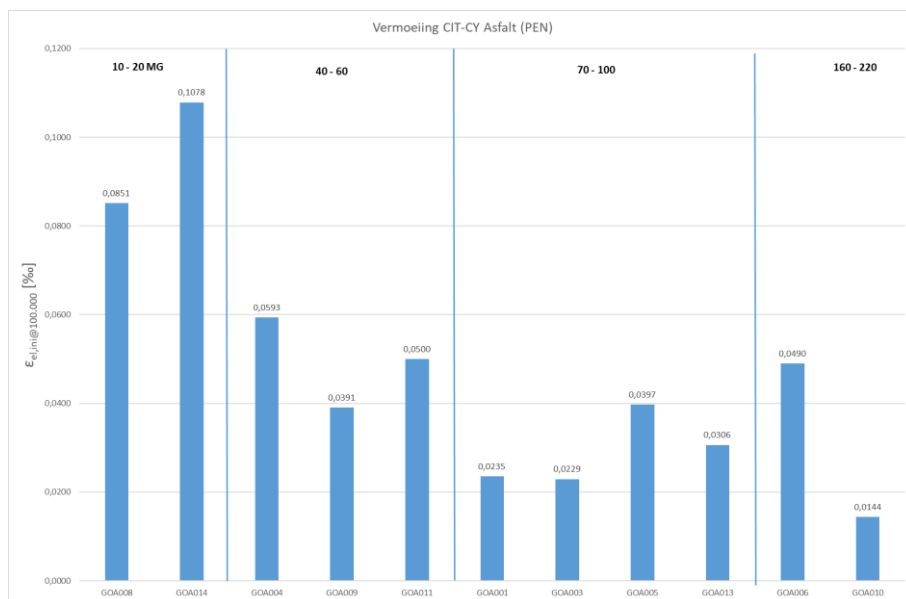


Figuur 4.8: CIT-CY stijfheid voor proefstukken op basis van polymeergemodificeerde bitumina bij 8 Hz.

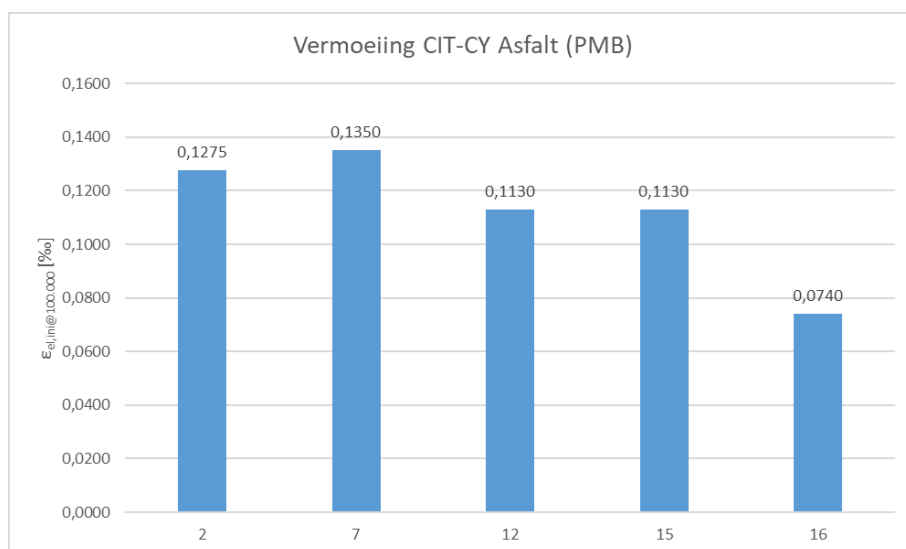
#### 4.2.2 Vermoeiing

CIT-CY Vermoeiing volgens NEN-EN 12697-24:2018 [4] bij 20 °C en 10 Hz. In de onderstaande figuren 4.9 en 4.10 is de initiële elastische rek bij 100.000 lastherhalingen ( $\epsilon_{ini,el@100.000}$ ) weergegeven voor de proefstukken op basis van penetratie en multigrade bitumina, en de proefstukken uit polymeergemodificeerde bitumina, respectievelijk.

- Mogelijk gerelateerd aan de lage stijfheid die voor 10/20MG bitumen 14 gevonden is; is de vermoeiingseigenschap van dit bitumen juist zeer goed.
- Tussen de 70/100 bitumen-samples zit aardig wat verschil tussen bitumen 5 en bitumina 1 en 3. Met stijfheden liggen deze bitumina juist weer dicht bij elkaar.
- Het is opmerkelijk dat het resultaat van de 160/220 bitumina 6 en 10 met een factor 3 verschilt.
- De vermoeiing voor proefstukken op basis van polymeergemodificeerd bitumen 16 is laag.



Figuur 4.9: CIT-CY vermoeing voor proefstukken op basis van penetratie en multigrade bitumina.



Figuur 4.10: CIT-CY vermoeing voor proefstukken op basis van PMB's.

### 4.3. Referenties

- [1] NEN-EN 12697-23:2017 – Bitumineuze mengsels – Beproevingmethoden – Deel 23: Bepaling van de splijttreksterkte van bitumineuze proefstukken.
- [2] NEN-EN 12697-12:2018 - Bitumineuze mengsels – Beproevingmethoden – Deel 12: Bepaling van de watergevoeligheid.
- [3] NEN-EN 12697-26+A1:2022 - Bitumineuze mengsels – Beproevingmethoden – Deel 26: Stugheid.
- [4] NEN-EN 12697-24:2018 - Bitumineuze mengsels – Beproevingmethoden – Deel 24: Weerstand tegen vermoeiing.



## 5. Discussie resultaten

### Generieke opmerkingen

- Het is lastig gebleken om concrete uitspraken te maken over met name de polymeergemodificeerde bitumina. Zonder kennis over welke modificatie en welke mate aan modificatie, is het hier bovendien lastig om op basis van onderlinge vergelijking afwijkend gedrag vast te kunnen stellen.
- Vergelijkbaar is het ook lastig gebleken om de prestatie van asfalt te kunnen voorspellen aan de hand van relaties tussen afwijkende chemische samenstelling, en proeven aan bitumen en mastiek. Hiervoor zal meer onderzoek verricht moeten worden om meer zekerheid te kunnen genereren.
- Het onderzoek heeft zich niet specifiek gericht op één bepaalde oorzaak of welk bitumenvreemd element tot een afwijkende asfaltprestatie en welke afname, dan wel welke afwijking dat leidt. Daarmee is het onderzoek niet specifiek gericht, maar schept het een duidelijk beeld van de huidige bitumenprestaties in de verschillende toegankelijke bitumenproeven. Hiermee is ook een werkbare handreiking gecreëerd om de meest afwijkende prestaties te ondervangen die in de dagelijkse praktijk voorkomen.

### Bitumen-proeven:

- Het valt op dat het lastig is om parallellen te trekken tussen de verschillende proeven. Zo heeft de FTIR geen tekenen waargenomen van siloxanen, die bij de GC-MS analyse wel naar voren kwamen bij bijvoorbeeld monster 7. Mogelijk ligt dit aan de locatie van siloxaan-vibraties in het FTIR-spectrum. Dit sample kwam in de XRF ook niet als afwijkend naar voren op de gekozen set spoorelementen.
- In principe was een betere relatie verwacht tussen DSC en de waardes van penetratie en verwekingspunt na veroudering. Beide proeven onderzoeken immers met name afwijkend gedrag na veroudering.
- Proeven met de BBR worden nog steeds als veelbelovend geacht, mede omdat deze voorspellende waarde hebben voor het gedrag van een bindmiddel bij lage temperaturen. Bovendien is er in andere landen veel ervaring met deze proef. Er bestaan reeds richtlijnen in deze landen over waardes waar verse bitumina aan zou moeten voldoen om goed te kunnen presteren op dit vlak.
- Bij de BBR-proeven zijn in dit rapport niet de losse waarden gerapporteerd voor  $T_s$  en  $T_m$  op basis waarvan de  $\Delta T_c$  berekend wordt. Deze waarden zijn mogelijk wel interessant voor vergelijking met de cross-over parameters uit DSR mastercurve proeven, zo kan een lage  $T_s$  ook gereflecteerd zijn in de stijfheidsparameter  $G^*$ .
- Bij de DSR-relaxatieproeven is de helling van de relaxatiecurve mogelijk een inzichtelijke parameter, daar is binnen dit onderzoek niet naar gekeken.
- Het is bij de auteurs niet bekend hoe reproduceerbaar LAS-onderzoek is tussen verschillende laboratoria. Dat is een parameter die in dit verslag meespeelde met de interpretatie van de resultaten van LAS-onderzoek uit enerzijds de Leerruimte, en anderzijds LAS-onderzoek vanuit Grip op Asfalt.

### Mastiek-proeven:

- Over het algemeen correleert het gedrag van de mastiek goed met de DSR-proeven op de bitumen-samples zelf. Het correct beproeven van mastiek blijkt echter wat lastiger. Dit is om meerdere redenen.
  - o Zo kan het voorkomen dat de cross-over frequentie soms niet in staat is om de 45 graden fasehoek te bereiken. Dit is verder geen bijzonderheid voor mastiek, maar ligt aan het feit dat mastiek, een mengsel van bitumen met vulstof, nou eenmaal meer elastisch dan viskeus gedrag vertoont. Wel is het hierdoor moeilijker om een vergelijking te maken.
- Met LAS-metingen is het lastig om de juiste temperatuur vast te stellen. Het kan voorkomen dat een mastiek te stijf is om de LAS-metingen bij de voorgeschreven temperatuur uit te kunnen voeren. Het is nog onduidelijk hoe goed LAS-metingen onderling te vergelijken zijn als deze bij verschillende temperaturen gemeten zijn.
- De auteurs willen overigens waarschuwen dat de LAS-template van de VS een fout bevat in de damage curve, deze is voor de analyses in dit verslag gecorrigeerd. De beheerders uit de VS zijn benaderd over deze fout.
- Voor polymeergemodificeerde bitumina zijn LAS-tests in dit onderzoek niet veelzeggend gebleken.
- Er wordt geadviseerd om geen LAS-test op verse monsters te doen.

### Asfalt-proeven:

- Bij de watergevoeligheid d.m.v. ITSR scoorden met name samples 3 en 10 ver beneden de maat. Het valt hier op dat sample 10 op nagenoeg alle proeven afwijkend gedrag vertoonde, maar sample 3 enkel in de XRF een afwijking aangetoond.
- In principe blijft de vraag staan welke proeven het best zijn om afwijkend gedrag in asfalt aan te kunnen tonen. Specifiek te benoemen ook het afwijkend gedrag op welke eigenschap. Hechting / adhesie van het bitumen en verschillende soorten mineraal aggregaat zijn in dit onderzoek niet aan bod gekomen. Hiervoor zal meer ervaring opgedaan moeten worden, om deze relatie beter te kunnen maken.

### Te overwegen proeven:

Binnen de opzet van Grip op Asfalt is gekozen voor een combinatie van proeven die tegelijkertijd snel, veelzeggend, en eenvoudig moeten zijn. Er zijn echter ook proeven die niet in de proefopzet zijn meegenomen, maar die wel het overwegen waard zijn. Zo kan er gedacht worden aan de monitoring van massaverlies na PAV-veroudering, fluorescentie microscopie,

SARA-analyse, of voor wat specialistischere lab-analyse kan NMR of ICP-AES (als alternatief op XRF) overwogen worden. Mogelijk is ook de Duitse BTVS-prüfung volgens DIN 52050 interessant. Deze norm beschrijft een rheologische karakterisatiemethode voor penetratiebitumina, verouderde bitumina, en bitumen-blends. Voor adhesief gedrag en watergevoeligheid zou de Rolling Bottle Test in de toekomst ook overwogen kunnen worden.

## 6. Conclusie

In dit onderzoek zijn proeven gedaan op bitumen-, mastiek- en asfalt-niveau, met als doel om eenvoudige, onderscheidende proeven te vinden die risicovolle bitumina voor toepassing in asfalt kunnen aantonen. In onderstaande tabel 6.1 staan in oranje en rood gemarkeerde vakken de waarden waar afwijkende of sterk afwijkende waarden gevonden zijn. Indien een vlak zwart of grijs gekleurd is, is de proef voor dit materiaal niet uitgevoerd, of niet relevant geacht.

**Tabel 6.1: Totaaloverzicht van uitgevoerde proeven, afwijkende waarden zijn oranje gemarkeerd, sterk afwijkende waarden zijn rood gemarkeerd.**

Type	ID	Chemische samenstelling				Bitumenproeven									Mastiekproeven		Asfaltproeven		
		XRF	GCMS	FTIR	GPC	PENSOFT	BBR	DSC	Ductiliteit	Viscositeit	DSR relaxatie	DSR MC	DSR LAS	DSR MSCRT	DSR MC	DSR LAS	CIT-CY Stijfheid	CIT-CY Vermoeiing	ITSR
10/20 MG	8																		
10/20 MG	14																		
10/20 MG	G																		
10/20 MG	H																		
40/60	4																		
40/60	9																		
40/60	11																		
40/60	I																		
40/60	J																		
70/100	1																		
70/100	3																		
70/100	5																		
70/100	13																		
70/100	K																		
70/100	L																		
70/100	P																		
160/220	6																		
160/220	10																		
160/220	M																		
160/220	N																		
PMB	2																		
PMB	7																		
PMB	12																		
PMB	15																		
PMB	16																		
PMB	A																		
PMB	B																		
PMB	C																		
PMB	D																		
PMB	E																		
PMB	F																		
PMB	O																		
PMB	8D																		
PMB	10D																		
PMB	13D																		
PMB	14D																		
PMB	16D																		
PMB	17D																		
PMB	24D																		
PMB	26D																		
PMB	28D																		
PMB	29D																		

Wat betreft de zeggingskracht van de proeven, toont de analyse aan dat:

- Op basis van bovenstaande matrix, blijkt het lastig om één specifieke proef aan te wijzen als meest geschikt voor het monitoren en grip krijgen op hoe bitumina in asfalt zullen gaan presteren. Er is geen enkele proef beschikbaar die zowel de aanwezigheid van bitumenvreemde toevoegingen als de invloed op de prestaties van bitumen/asfalt vastlegt.
- Wel blijkt dat bitumina 10 en P op nagenoeg elke proef afwijkend presteren, dit zijn ook beide samples waarin de hoogste concentratie aan REOB is aangetroffen.
- De XRF lijkt van de chemische proeven, naast FTIR, de meest eenvoudige proef om de aanwezigheid van niet-bitumineuze toevoegingen te kunnen detecteren in de bemonsterde bindmiddelen. Daarnaast is de XRF snel en nauwkeurig.
- BBR na PAV-veroudering is de beste methode gebleken om de gevoeligheid voor veroudering van bitumen te beoordelen, hoewel deze proeven tijdrovend zijn.
- FTIR en DSR zijn niet altijd onderscheidend, maar wel relatief eenvoudige en snelle methoden om de aanwezigheid van bitumenvreemde toevoegingen indirect te detecteren voor sommige bitumina.
- DSR-analyse op mastiek en ITSr zijn relatief eenvoudige proeven met een goede zeggingskracht over de invloed van REOB en andere toevoegingen op de prestaties, maar ze zijn tijdrovend en niet geschikt als methode voor ingangscontrole.
- GC-MS is een geavanceerde proef die mogelijk kan worden ingezet voor gedetailleerde analyse. Het onderscheidingsvermogen is echter beperkt en de resultaten moeten in perspectief worden geanalyseerd samen met andere proeven.

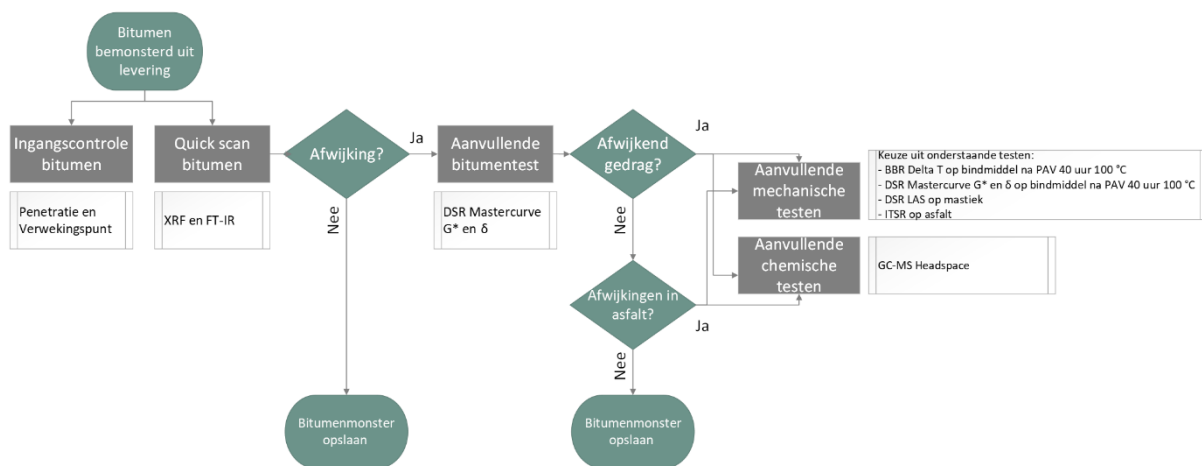
### Toelichting XRF proef:

De interpretatie van XRF-data verloopt idealiter op vers bitumen. In het geval dat bindmiddel eerst verwerkt wordt in asfalt, en vervolgens hieruit wordt teruggewonnen, kunnen er vanuit bijvoorbeeld vulstoffen andere soortige elementen naar het bindmiddel migreren. Dit bemoeilijkt de beoordeling van de aanwezigheid van sommige bitumen-vreemde elementen. Dit is niet onderzocht en de invloed en hoeveelheden moeten nog vastgesteld worden. Het is daarop raadzaam voorzichtig om te gaan met conclusies uit teruggewonnen bitumen en de analyse niet op één enkel bitumenvreemd element te baseren.

### Controle inname bindmiddelen:

Gezien de huidige situatie wordt aanbevolen om de volgende controles uit te voeren om risico's te beperken. De testen zijn gekozen op basis van de praktische toepasbaarheid, eenvoud (snel uitvoerbaarheid), zeggingskracht en de beschikbaarheid van de proef in de sector. Naast de reguliere ingangscontrolpenetratie- en verwerkingspuntbepaling kan het volgend palet van testen worden uitgevoerd. Zie voor een schematisch overzicht hiervan ook figuur 6.1.

1. Quick Scan op verse bitumen: XRF en FTIR
2. Bij een geconstateerde afwijking aanvullende bitumentest: DSR mastercurve  $G^*$  en fasehoek  $\delta$  van vers bindmiddel
3. Bij afwijkend gedrag kunnen de aanvullende testen worden uitgevoerd om de impact op mengselprestatie te beoordelen:
  - BBR  $\Delta T_c$  na veroudering in de PAV 40 uur bij 100 °C
  - DSR mastercurve  $G^*$  en fasehoek  $\delta$  van bindmiddel na veroudering in de PAV 40 uur bij 100 °C
  - DSR LAS op mastiek
  - ITSr op asfalt
  - GC-MS headspace



**Figuur 6.1: Aanbevolen proeven (screening)**



# Bijlage 2: Bereiding en beproeven mastiekmonster

## 1. Granuleren.

- Benodigheden:
  - Asfaltgranulator.
  - (Grove) kwast.
  - Spatel(s) / lepel.
  - Asfaltspecie (1000 – 1100 gram  $\varnothing < 16,0$  mm).
  - Twee stalen schalen.
  - Aluminium bakje.
  - Plastic zak.
  - Vriezer.
  - Draad zeef 1 mm,  $\varnothing$  200 mm.
  - Koelkast en vriezer.
  - Schoonmaakmiddel (Montaclean AFC3000 = Tarmapro 3000).
  - Poetsdoeken / papier.
  
- Uitvoering:
  - Asfaltspecie voor +/- 30 minuten @ 80 °C (penetratie bitumen) of @ 100 °C (gemodificeerde bitumen) wegzetten in stoof.
  - Asfaltspecie verkleinen tot een diameter van < 16 mm.
  - Overnacht in de vriezer (< -10 °C) wegleggen (ingepakt plastic zak).
- Granuleren (zie handleiding):
  - Klep openen.
  - Deksel verwijderen.
  - Bevroren asfalt specie in de bak.
  - Deksel terugplaatsen en (hand)vast aandraaien.
  - Klep dicht doen.
  - Granulator aanzetten.
  - Groen knop <start> indrukken.
- Granuleren voor 24 seconden, is standaard ingesteld.
- Overbrengen naar roestvrije schaal.
  - Granulator uitzetten.
  - Klep openen.
  - Deksel verwijderen.
  - Bak naar je toe kantelen.
  - Materiaal verwijderen.
  - Schoepen verwijderen en al het los zittende materiaal verwijderen m.b.v. een (grove) kwast.
- Uitzeven over een 1 mm draadzeef.
- Na uitzeven in een afgesloten verpakking opslaan tot aan vervaardiging kolommetjes.
- Granulator schoon maken met Montaclean AFC3000 / Tarmapro 3000.
  - Schoepen verwijderen en schoonmaken.

## 2. Maken mastiek kolommetjes.

- Benodigheden:
  - Rubber mallen.
  - Stalen ring (groot).
  - Stalen ringetjes ( $\varnothing$  12 mm).
  - Spatel(s).
  - Binder stoof (bij de gewenste EVT).
  - Tegel.
  - Glazen roerstaaf.
  - Siliconen vet.
  - Oude penetrometer-naald.
  - Koelkast.
  - Mesje.
  
- Uitvoering:
  - Warm de mastiek afgedekt (aluminiumfolie) op bij de EVT temperatuur.
  - Smeer de tegel in met siliconen vet.
  - Plaats in de onder- en bovenkant van de siliconen mal 2 x 6 stalen ringen ( $\varnothing$  12 mm).
  - Schuif de grote stalen ring om de siliconen mal en leg het geheel op de tegel.

- Plaats de tegel (incl. de siliconen mal) in de stoof bij de EVT temp.
- Meng de opgewarmde mastiek goed door (optimaal gaat de mastiek glimmen).
- Laat de (gehomogeniseerde) mastiek in de voorgevormde ruimtes van de mal vloeien.
- Geforceerd vullen om ingesloten luchtbelletjes te voorkomen mag.
- Overvul de voorgevormde ruimtes licht i.v.m. krimp gedrag van de mastiek.
- Laat de mallen afkoelen bij kamertemperatuur.
- Plaats tot aan beproeven in de koelkast.

### 3. Inbouwen kolommetjes (MCR502).

- Benodigdheden:
  - Onder- en bovenzijde geometrie SCF 8-11,5-15 mm.
  - Schroevendraaier Torx (9 mm).
- Uitvoering:
  - Voer een inertia meting uit aan het begin van de week (zonder en met de meetgeometrie).
  - Voer een zero-gap meting uit.
  - Tempereer de Peltier kamer bij de gewenste start temperatuur.
  - Verwijder de meetgeometrie.
  - Verwijder overtollig mastiek van de stalen ringen met een mesje.
  - Lijn de stalen ring uit met de inklemming van de meetgeometrie en draai aan met de torque schroevendraaier tot "klik".
  - Plaats de meetgeometrie terug in de MCR502.
  - Pas in de "**Control panel**" de instelling aan naar "**SCF | touch control**".
  - Door met lichte druk van de vingers op de bovenste spindel te drukken gaat de spindel omlaag.
  - Breng de onderste stalen ring in lijn met de onderste inklemming.
  - Draai de Torx schroef aan tot "klik".

### 4. Metingen uitvoeren (MCR502).

- Benodigdheden:
  - Software pakket **Rheocompass 1.32**.
- Uitvoering:
  - Selecteer <frequentie sweep pen / mod. GoA> of <TP391-20 LAS> of <TP101-14>.
  - Start deze en vul de juiste informatie in.
    - Meetbestanden opslaan als GoAxxx.
  - De lengte en diameter van de mastiek moeten worden ingevuld.
    - Zonder deze specifieke data wordt er een foutmelding gegeven en wordt de meting geannuleerd.

### 5. Data analyse (MCR502).

- Benodigdheden:
  - Software pakket Rheocompass 1.32
- Uitvoering:
  - Gebruik de daarvoor beschikbare analyse methode(n) binnen het software pakket **Rheocompass 1.32**.
  - **Frequentie sweep**
  - **Frequentie sweep penetratiebitumen GoA.**
    - Toe te passen % strain = 0,0005 %.
    - Temperatuursgebied: -10 ° t/m 60 °C (stappen van 10 °C).
    - Frequentie bereik: 0,1 – 400 rad/s.
    - Optioneel: Data verwerking naar mastercurve m.b.v. Rheocompass.
  - **Frequentie sweep gemodificeerde bitumen.**
    - Toe te passen % strain = 0,001 %
    - Temperatuursgebied: -10 ° t/m 80 °C (stappen van 10 °C).
    - Frequentie bereik: 0,1 – 400 rad/s.
    - Optioneel: Data verwerking naar mastercurve m.b.v. Rheocompass.
  - **Linear amplitude sweep (TP101-14 en TP391-20).**
    - **TP101-14 GoA.**
    - **TP391-20 GoA / TP391-20 GoA mod.**
- **Frequentie sweep:**
  - Toe te passen % strain = 0,001%
  - Uit te voeren in minimaal triplo.

- Temperatuur: 20 °C (ideaal). Afhankelijk van het mengsel (stijfheid in MPa @ 8 Hz) kan het noodzakelijk zijn om de temperatuur aan te passen (bv. 30 °C)
- Frequentie bereik: 0,2 – 0,4 – 0,6 – 0,8 – 1,0 – 2,0 – 4,0 – 6,0 - 8,0 - 10,0 – 20,0 – 30,0 Hz.

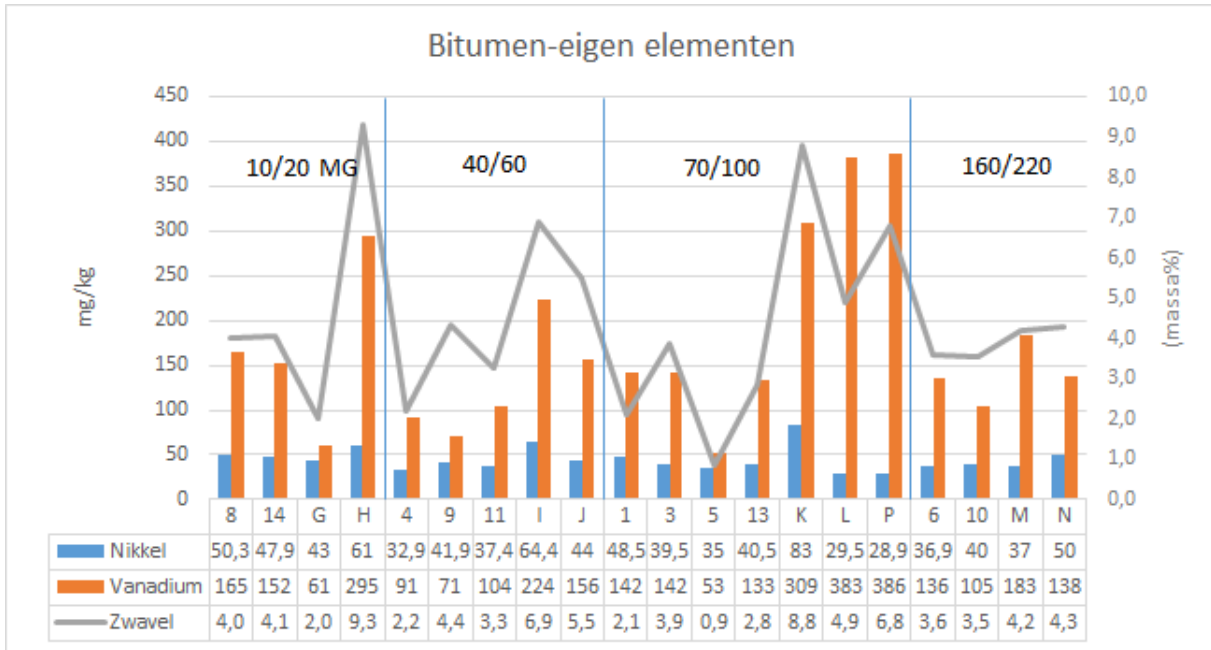
**Amplitude sweep:**

- Toe te passen frequentie: 10 Hz.
  - % strain → Op basis van de samenstelling (type bindmiddel) en de resultaten van de frequentie sweep @ 20 °C het strain gebied aanpassen.
    - 0 – 5% voor penetratie bitumen (aanbevolen).
    - 0 – 10% voor SBS gemodificeerde bitumen (aanbevolen).
  - Data verwerking met het bijbehorende LAS Excel template (v1.57) TP391-20.
  - Data verwerking met het bijbehorende LAS template (v1.55) TP101-14.
- Als de LAS-beproeving correct is uitgevoerd zal de mastiekkolom halverwege zijn gebroken. Beoordeel het breukvlak op luchtbelletjes, zijn deze aanwezig dan zijn de testresultaten niet bruikbaar/betrouwbaar.

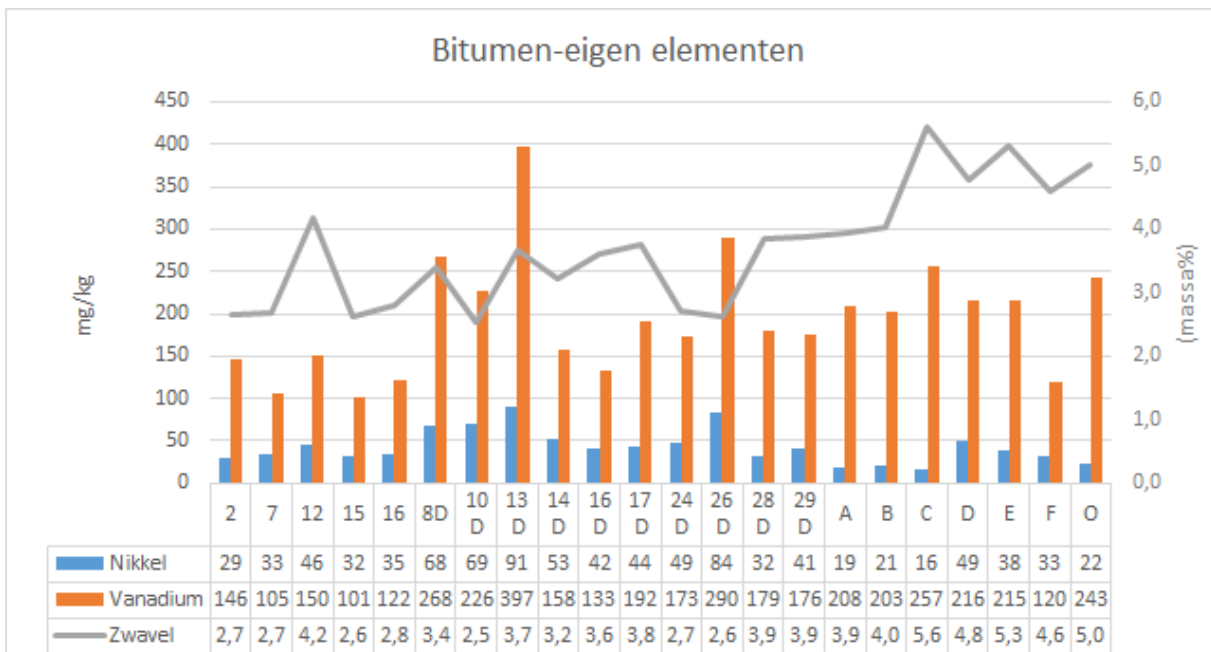


### Bijlage 3: Bitumen-eigen elementen XRF

De aanwezigheid van bitumen-eigen elementen zoals nikkel, zwavel en vanadium is bepaald door middel van XRF. Voor het bepalen van het aandeel nikkel en vanadium is hierbij de norm DIN 51790-7 aangehouden, het zwavelgehalte is bepaald volgens ASTM D 2622.



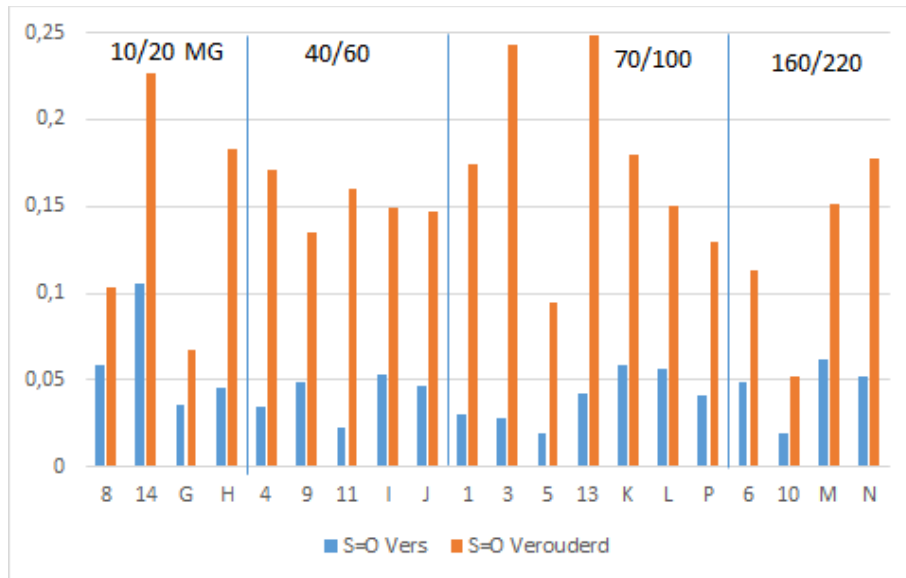
Figuur B3.1: XRF uitslagen van bitumen-eigen elementen voor penetratie-bitumina.



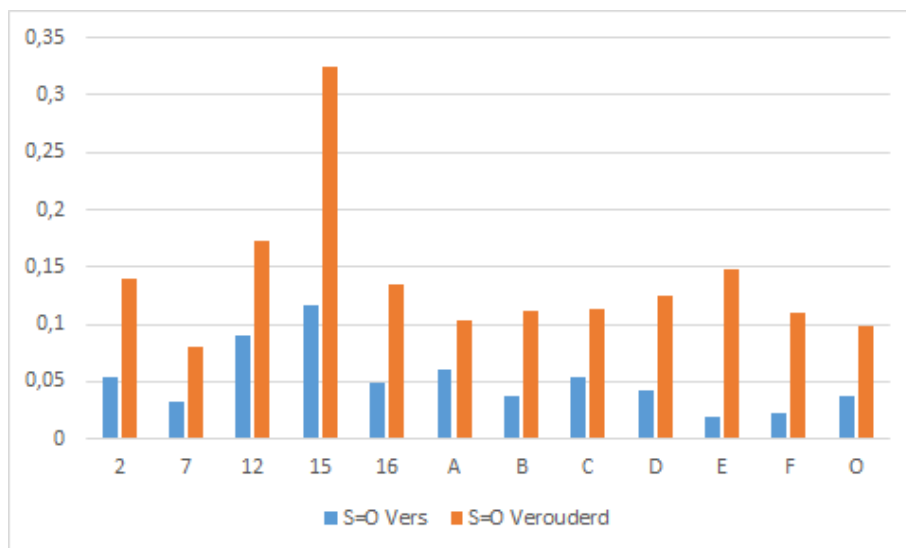
Figuur B3.2: XRF uitslagen van bitumen-eigen elementen voor polymeer-gemodificeerde bitumina.



## Bijlage 5: Sulfoxide (S=O) groepen FTIR

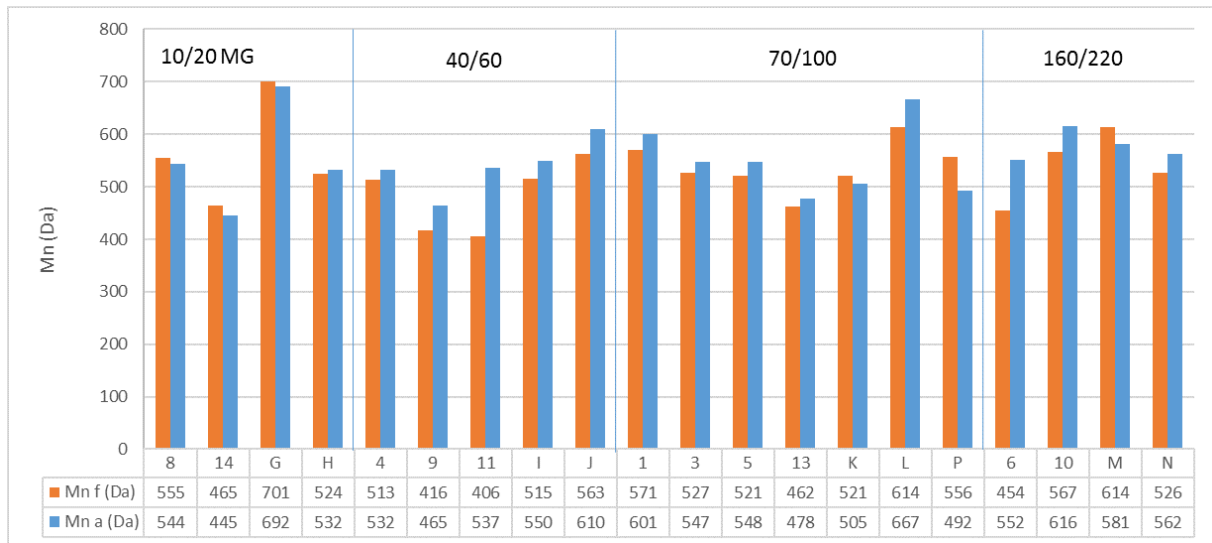


Figuur B5.1: FTIR piekhoogte Sulfoxide-piek (S=O) voor en na veroudering voor penetratie-bitumina.

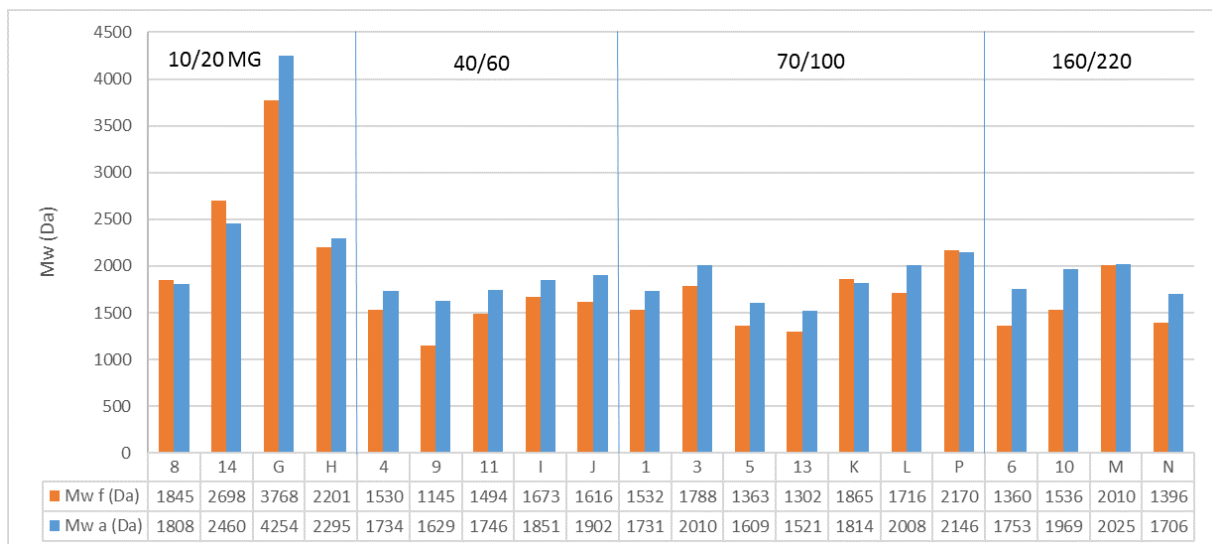


Figuur B5.2: FTIR piekhoogte Sulfoxide-piek (S=O) voor en na veroudering voor polymeer-gemodificeerde bitumina.

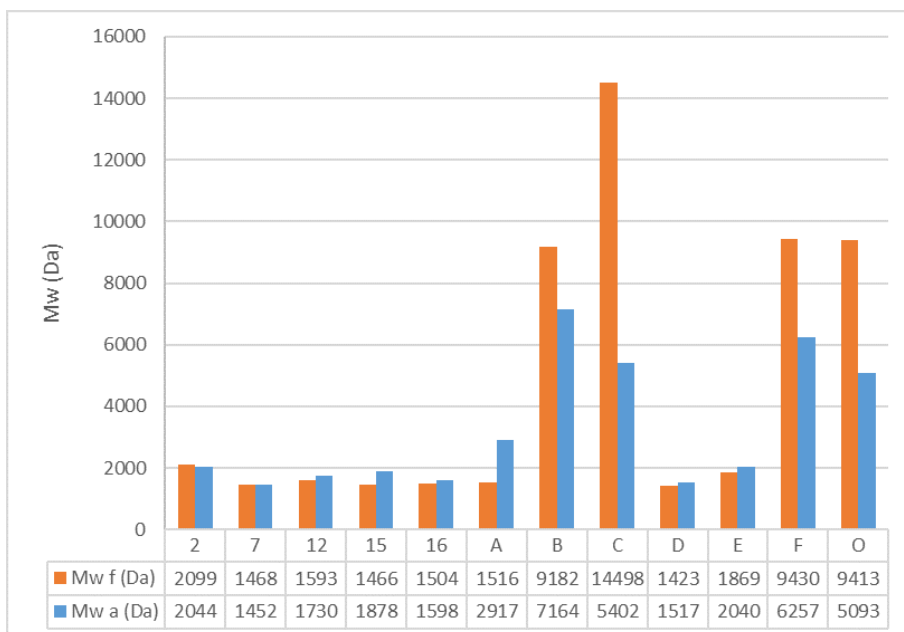
## Bijlage 6: Uitslag GPC



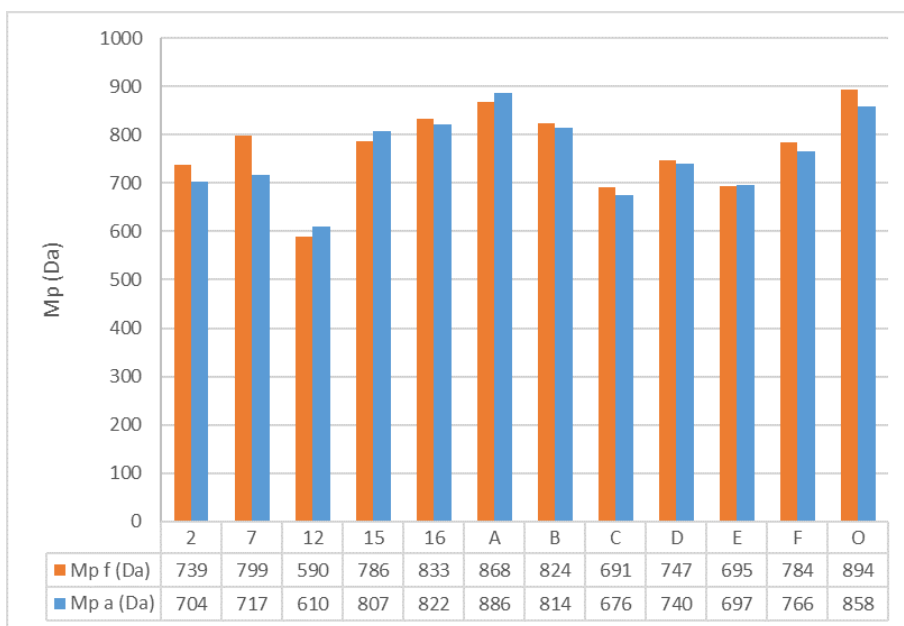
Figuur B6.1: Molecuulgewicht Mn voor penetratie-bitumina. Mn f geeft de onverouderde toestand weer, Mn a geeft de verouderde Mn weer.



Figuur B6.2: Molecuulgewicht Mw voor penetratie-bitumina. Mw f geeft de onverouderde toestand weer, Mw a geeft de verouderde Mw weer.



**Figuur B6.3: Molecuulgewicht Mw voor polymeergemodificeerde bitumina. Mw f geeft de onverouderde toestand weer, Mw a geeft de verouderde Mw weer.**

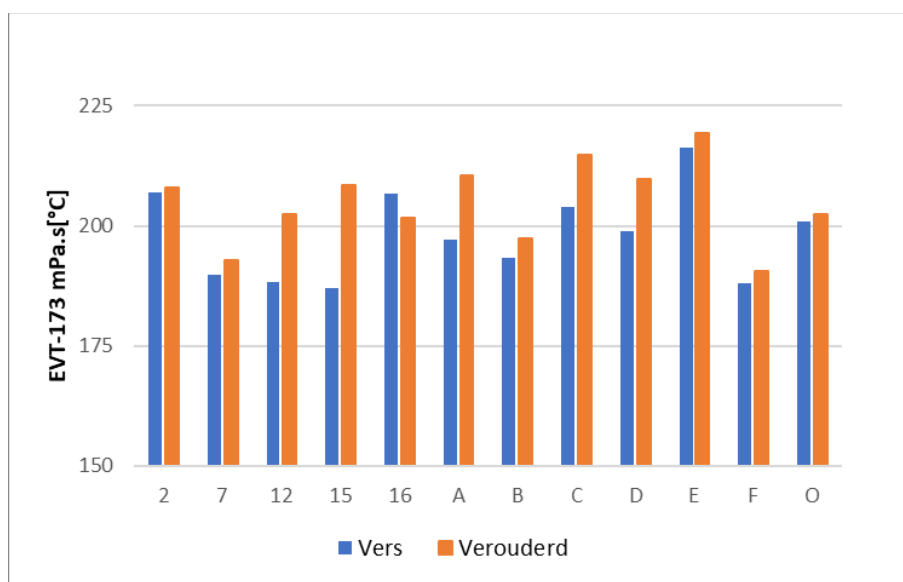


**Figuur B6.4: Molecuulgewicht Mp voor polymeergemodificeerde bitumina. Mp f geeft de onverouderde toestand weer, Mp a geeft de verouderde Mp weer.**

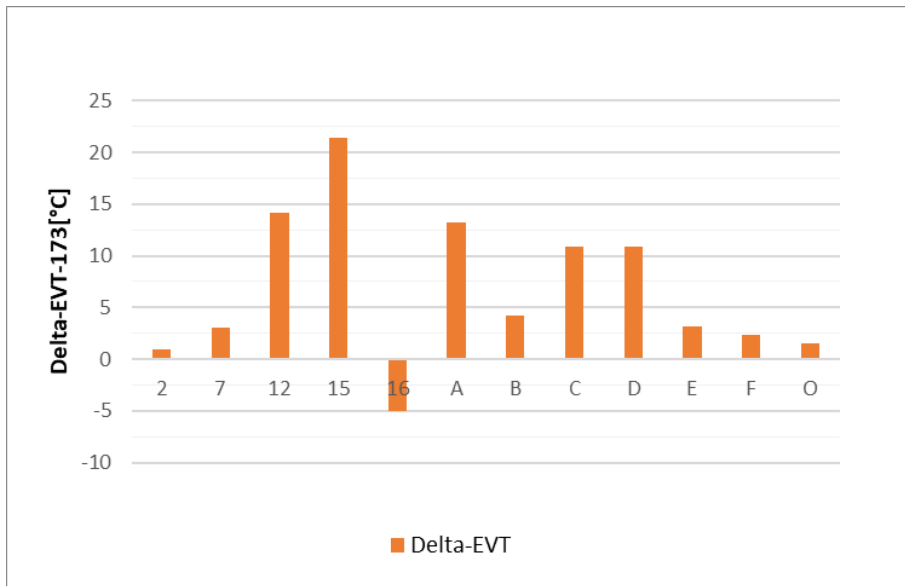
# Bijlage 7: Equiviscositeitsmetingen voor polymeer-gemodificeerde bitumina

Tabel B7.1: viscositeit resultaten.

Bit Grade	Bit naam	Log(visc)=a.T+b				EVT-173mPa.s [°C]		EVT-280mPa.s [°C]		Viscosity[mPa.s] @135°C		Delta EVT [°C] 173mPa.s
		Pav	vers	pav	vers	Pav	vers	pav	vers	Pav	vers	
10/20 MG	8	-2,22E-02	-1,96E-02	6,27E+00	5,52E+00	182	167	172	156	1850254,9	328181,5	14,6
10/20 MG	14	-2,67E-02	-2,07E-02	7,36E+00	5,79E+00	192	171	184	161	22837870,1	615094,0	20,2
10/20 MG	G	-2,48E-02	-1,92E-02	7,18E+00	5,78E+00	199	184	191	173	15197369,5	608894,8	14,7
10/20 MG	H		-2,19E-02		6,47E+00		193		183		2931954,6	
40/60	4	-2,33E-02	-1,85E-02	6,29E+00	5,08E+00	174	154	165	142	1927861,2	119742,2	20,1
40/60	9	-2,14E-02	-1,85E-02	5,98E+00	5,10E+00	175	155	165	143	960464,2	125764,2	20,2
40/60	11	-2,21E-02	-1,86E-02	6,13E+00	5,14E+00	176	156	167	145	1352933,9	138607,7	20,0
40/60	I	-1,69E-02	-1,72E-02	4,96E+00	5,00E+00	161	161	149	149	91248,9	99605,8	0,4
40/60	J	-1,96E-02	-1,68E-02	5,70E+00	4,91E+00	177	159	166	147	500087,8	81958,3	17,1
70/100	1	-1,82E-02	-1,68E-02	5,19E+00	4,66E+00	162	144	150	132	153373,6	45582,5	17,4
70/100	3	-2,05E-02	-1,77E-02	5,71E+00	4,95E+00	170	153	159	141	511032,3	88510,7	16,8
70/100	5	-1,95E-02	-1,62E-02	5,34E+00	4,51E+00	159	140	148	127	219142,4	32218,3	19,5
70/100	13	-1,95E-02	-1,73E-02	5,50E+00	4,84E+00	168	151	157	139	318823,9	69953,4	17,1
70/100	K	-1,87E-02	-1,63E-02	5,51E+00	4,81E+00	175	158	164	145	323125,8	64435,7	17,5
70/100	L	-1,91E-02	-1,63E-02	5,54E+00	4,78E+00	173	156	162	143	345807,5	60840,8	16,9
70/100	P	-2,09E-02	-1,67E-02	6,31E+00	5,11E+00	195	172	185	159	2061305,7	127503,2	23,0
160/220	6	-1,86E-02	-1,63E-02	5,18E+00	4,51E+00	158	139	147	127	152451,0	32399,1	19,1
160/220	10	-1,83E-02	-1,61E-02	5,47E+00	4,74E+00	176	155	165	142	292153,6	54350,3	21,1
160/220	M	-1,94E-02	-1,45E-02	5,40E+00	4,34E+00	163	145	153	130	253243,2	21677,4	18,8
160/221	N	-1,72E-02	-1,48E-02	5,02E+00	4,34E+00	162	142	150	128	103978,2	22101,5	19,6
PMB	2	-2,62E-02	-1,62E-02	7,69E+00	5,59E+00	208	207	200	194	48634354,5	387876,0	1,0
PMB	7	-2,31E-02	-1,93E-02	6,70E+00	5,90E+00	193	190	184	179	4959278,6	797970,4	3,1
PMB	12	-2,60E-02	-1,72E-02	7,49E+00	5,48E+00	202	188	194	176	30955195,3	301431,7	14,1
PMB	15	-1,80E-02	-1,63E-02	5,98E+00	5,29E+00	208	187	197	174	951952,1	194176,5	21,4
PMB	16	-2,57E-02	-1,89E-02	7,43E+00	6,14E+00	202	207	194	196	26685625,6	1379195,7	-5,0
PMB	A	-2,20E-02	-2,12E-02	6,87E+00	6,41E+00	210	197	201	187	7894,1	3576,0	13,2
PMB	B	-2,15E-02	-1,86E-02	6,48E+00	5,83E+00	197	193	188	182	3803,6	2097,5	4,2
PMB	C	-1,89E-02	-1,60E-02	6,30E+00	5,49E+00	215	204	204	191	5586,6	2171,5	10,9
PMB	D	-2,30E-02	-2,31E-02	7,06E+00	6,82E+00	210	199	201	190	9021,3	5100,4	10,9
PMB	E	-1,86E-02	-1,50E-02	6,33E+00	5,48E+00	219	216	208	202	6456,6	2866,6	3,2
PMB	F	-2,26E-02	-1,86E-02	6,54E+00	5,74E+00	190	188	181	177	3083,3	1684,6	2,3
PMB	O	-2,19E-02	-2,12E-02	6,68E+00	6,50E+00	203	201	193	191	5228,2	4329,1	1,5



Figuur B7.1: EVT bij 173mPa.s voor polymeergemodificeerde bitumina.



Figuur B7.2: Delta EVT\_173mPa.s na veroudering voor polymeergemodificeerde bitumina.

## Bijlage 8: Relaxatiemoduli

Tabel B8.1: Relaxatiemodulus G(t) na 1 uur bij -10°C.

Bit Grade	Bit code	G(t=1hr) [ MPa]	
		PAV	Vers
10/20 MG	8	12,9	2,6
10/20 MG	14	7,7	1,3
40/60	4	1,4	0,4
40/60	9	3,5	1,1
40/60	11	3,1	0,6
70/100	1	1,8	0,1
70/100	3	0,8	0,0
70/100	5	0,6	0,2
70/100	13	2,0	0,5
160/220	6	0,5	0,0
160/220	10	1,2	0,1
PMB	2	0,7	0,2
PMB	7	1,4	0,1
PMB	12	0,9	0,2
PMB	15	4,9	1,3
PMB	16	2,0	0,4

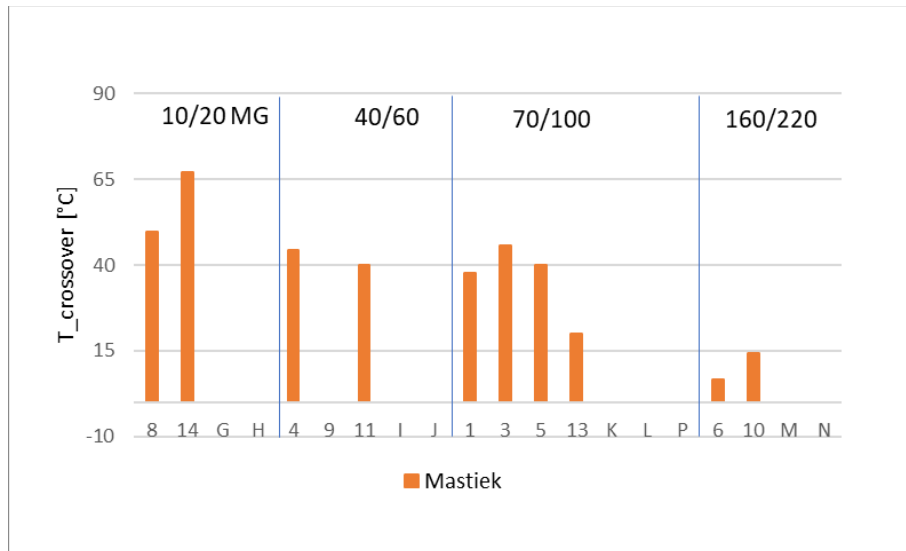


## Bijlage 9: Cross-over parameters van bitumina

Tabel B9.1: Cross-over parameters van bitumina.

Bit Grade	Bit code	WLF factors				f_crossover [Hz], 20°C		T_crossover, 0,4Hz	
		C1		C2		PAV	Vers	PAV	Vers
		PAV	Vers	PAV	Vers				
10/20 MG	8	25,3	20,6	175,3	147,6	4,68E-03	5,68E-06	34,5	65,4
10/20 MG	14	47,0	23,9	344,1	188,5	7,87E-06	2,35E-01	58,3	21,8
10/20 MG	G	22,3	20,1	134,8	132,9	5,59E-05	7,60E-02	48,2	24,9
10/20 MG	H	0,0	18,8	0,0	143,0	0,00E+00	7,39E-01		18,0
40/60	4	28,8	17,3	218,4	141,8	2,11E-02	1,76E+01	30,1	7,7
40/60	9	21,8	16,7	164,6	130,9	3,56E-01	4,04E+01	20,4	6,0
40/60	11	22,6	18,0	169,2	155,5	1,02E-01	2,51E+01	24,6	5,9
40/60	I	14,4	14,0	118,9	116,4	5,50E+01	4,21E+01	4,7	5,3
40/60	J	18,8	14,1	130,2	106,1	1,11E-01	1,50E+01	24,0	9,3
70/100	1	18,4	15,0	136,2	128,7	2,19E+00	6,76E+01	14,8	3,3
70/100	3	20,7	16,1	170,0	143,4	2,20E+00	1,08E+02	14,1	1,2
70/100	5	22,6	16,6	152,5	123,3	1,46E-01	1,42E+01	23,0	9,5
70/100	13	20,7	16,1	170,0	143,4	2,20E+00	1,08E+02	14,1	1,2
70/100	K	17,4	14,2	131,1	120,9	1,16E+00	1,10E+02	16,6	2,3
70/100	L	19,3	16,1	137,5	125,9	8,30E-01	4,00E+01	17,8	6,1
70/100	P	28,3	19,0	222,2	171,6	1,20E-03	1,40E+01	41,7	7,1
160/220	6	18,9	14,7	156,0	138,0	1,39E+01	5,77E+02	8,3	-4,4
160/220	10	33,7	14,4	291,1	141,0	1,59E-01	1,39E+02	23,5	-1,1
160/220	M	22,0	13,6	168,4	113,9	2,80E+00	1,75E+02	13,8	1,5
160/220	N	16,5	13,5	133,5	120,7	1,36E+01	6,06E+02	8,7	-3,0
PMB	2	19,6	17,6	165,0	153,8	4,69E+00	1,94E-05	11,5	70,1
PMB	7	18,7	13,1	148,6	117,1	1,96E+00	7,02E+00	14,7	9,8
PMB	12	15,9	13,4	130,8	119,7	7,46E-01	1,01E+02	17,8	1,8
PMB	15	20,3	19,0	151,0	149,8	6,71E-02	5,38E+01	26,0	5,0
PMB	16	18,4	14,2	139,9	124,6	1,12E+00	1,35E+02	16,7	1,2
PMB	A	18,8	14,0	138,6	118,7	2,94E-01	1,52E+02	21,0	1,6
PMB	B	21,5	14,1	153,5	112,2	7,97E-02	2,72E+01	25,2	7,1
PMB	C	20,4	14,4	162,8	126,0	1,37E+00	1,85E+02	15,8	0,4
PMB	D	22,7	15,4	171,8	127,6	7,75E-02	1,94E+02	25,6	1,0
PMB	E	18,9	14,6	155,6	123,6	3,42E+00	1,87E+02	12,7	0,9
PMB	F	18,3	11,2	137,5	92,4	7,82E-01	2,18E+02	17,8	1,8
PMB	O	22,4	14,9	177,2	126,7	1,33E+00	6,11E+01	16,0	3,8

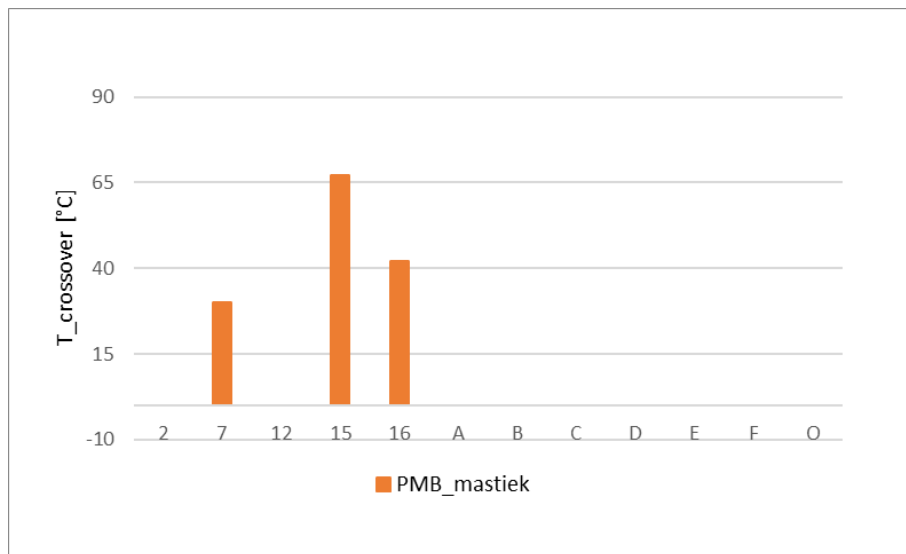
## Bijlage 10: Cross-over parameters van de mastieken



Figuur B10.1: Cross-over temperatuur voor de mastieken met niet-gemodificeerd bitumina.

Hoe zachter de bitumina hoe lager de cross-over temperatuur

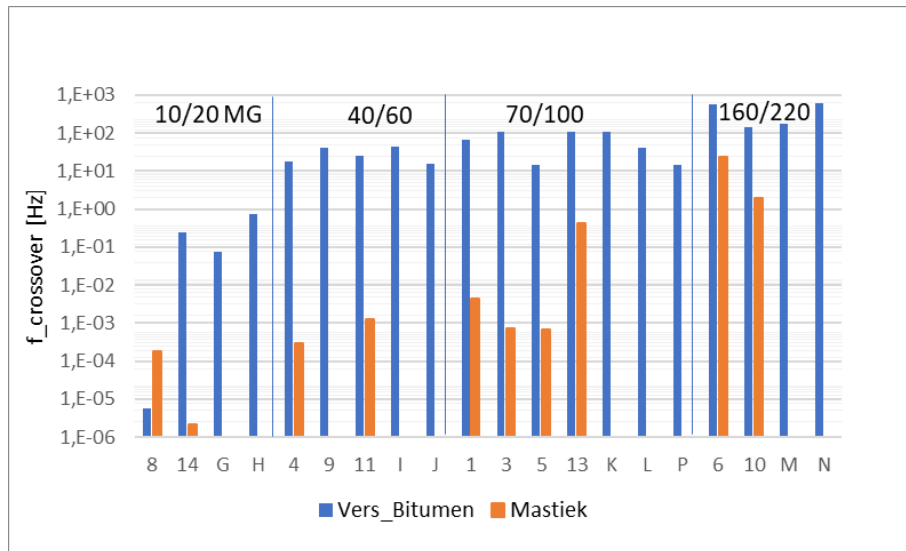
- De meeste mastieken met 40/60 en 70/100 bitumina hebben een  $T_{crossover}$  van circa 40°C.
- De mastiek van bitumen 13 wijkt af van de 70/100 groep.
- Bij de 160/220 mastieken wijkt mastiek 10 af t.o.v. mastiek 6.
- Voor de 10/20MG mastieken wordt sample 14 als afwijkend beschouwd.



Figuur B10.2: Cross-over temperatuur voor de mastieken met gemodificeerd bitumina.

-Mastiek 15 vertoont een hoge  $T_{crossover}$  temperatuur, een aanwijzing voor stijve mastiek. Dit betreft een mastiek met een EVA-modificatie.

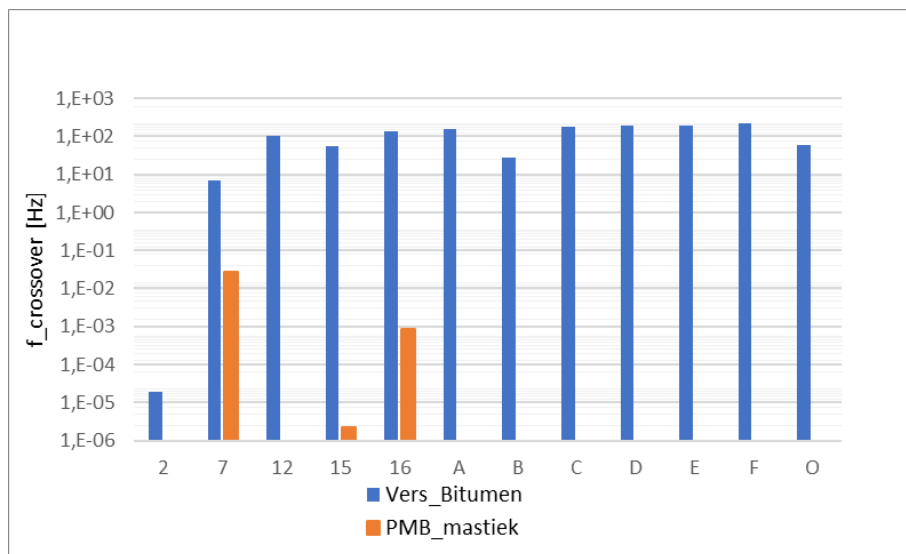
-Bij mastieken 2 en 12 is tijdens de meting geen fasehoek van 45° gemeten, waardoor het niet mogelijk is om de cross-over temperatuur en frequentie te bepalen.



Figuur B10.3: Cross-over frequenties van verse-bitumina en de bijbehorende mastiek.

De cross-over frequenties van de verse bindmiddelen binnen dezelfde penetratie-categorie zijn over het algemeen vergelijkbaar. Afwijkend gedrag is te zien voor 10/20MG bitumen 8.

- Op mastiek-niveau (na korte-termijn veroudering), zijn er onderling wat verschillen:
  - binnen de 70/100 groep is sample 13 afwijkend.
  - in de 10/20MG groep zijn de uitslagen opvallend, maar lastig te vergelijken omdat er enkel twee beschikbare meetpunten zijn.



Figuur B10.4: Cross-over frequenties van verse-bitumina en de bijbehorende mastiek.

- Voor de cross-over frequentie van de verse polymeergemodificeerde bitumina zijn de meeste bindmiddelen onderling vergelijkbaar, behalve bindmiddel 2.
- Op mastiek-niveau zijn er onderling verschillen, maar is er slechts beperkt data beschikbaar. Echter lijkt sample 15 de mastiek met minder flexibiliteit te zijn. Dit is een sample met een EVA-modificatie.

# Bijlage 11: Resultaten Asfalt

## Toelichting Proefomschrijving

Asfaltproeven /Splijtproef

Op minimaal 8 proefstukken wordt de splijtsterkte volgens NEN-EN 12697-23 bij 15 °C bepaald, waarvan 4 proefstukken zijn geconditioneerd volgens NEN-EN 12697-12. In de splijtproef wordt het proefstuk diametraal belast met een constante snelheid van 0,85 mm per seconde. Tijdens de proef wordt een belastingvervormingscurve ontwikkeld, waaruit de maximale kracht en de splijtsterkte kan worden bepaald, waarbij die splijtsterkte een benadering van de treksterkte is. De oppervlakte onder de vormingskromme dient als maat voor de splijtenergie en de scheurtaaiheid.

$$ITS = \frac{2P}{\pi DH}$$

waarbij:

ITS is de indirecte treksterkte (GPa);

P is de maximale kracht (kN);

D is de diameter proefstuk (mm)

H is de hoogte proefstuk (mm)

$$S_e = \int_0^a f(x)dx$$

Waarbij:

$S_e$  is de splijtenergie

$f(x)$  is de verplaatsing (mm) per kracht (kN)

$$S_t = \frac{S_e}{DH}$$

Waarbij:

$S_t$  is de scheurtaaiheid

$S_e$  is de splijtenergie

D is de diameter van het proefstuk

H is de hoogte van de proefstuk

Er worden minimaal 4 cilindrische proefstukken geconditioneerd in een waterbad. Hiervan wordt de indirecte treksterkte bij 15 °C bepaald. Als referentie dienen minimaal 4 ongeconditioneerde proefstukken waarvan ook de indirecte treksterkte is bepaald. De ITS<sub>R</sub> (indirect tensile strength ratio) is gelijk aan

$$ITSR = 100 \cdot \frac{ITS_w}{ITS_d}$$

Waarin:

ITS<sub>w</sub> = gemiddelde indirecte treksterkte van de geconditioneerde proefstukken bij 15 °C.

ITS<sub>d</sub> = gemiddelde indirecte treksterkte van de ongeconditioneerde proefstukken bij 15 °C.

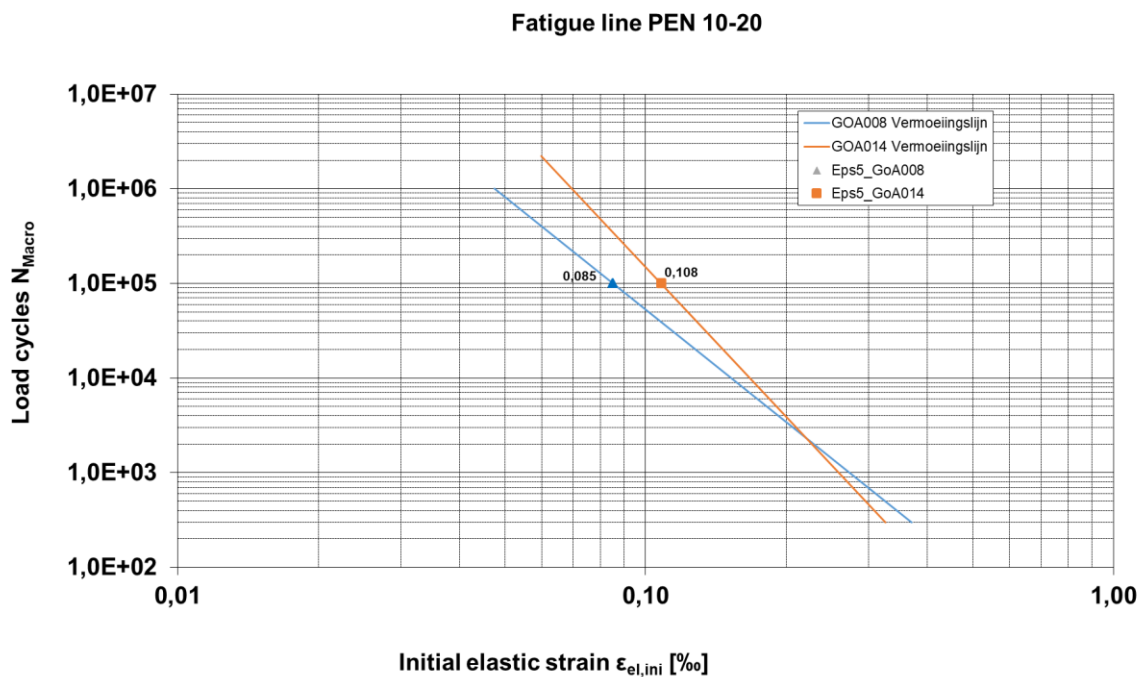
De cyclische indirecte trekproef (CIT-CY) is een testmethode die wordt gebruikt om de stijfheidsmodulus en vermoeiingsweerstand van asfalt te bepalen. Hierbij worden cilindervormige proefstukken met een diameter van 100 mm onderworpen aan herhaalde trekbelastingen

Tabel B11.1: Meetwaarden voor metingen op proefstukken, weergegeven zijn ITS-data, en resultaten uit CIT-CY stijfheid en CIT-CY vermoeingsproeven.

Monster	ITS <sub>droog</sub>	ITS <sub>nat</sub>	ITSR	Splijt energie <sub>droog</sub>	Splijt energie <sub>nat</sub>	Ratio	Scheur taaigheid <sub>droog</sub>	Scheur taaigheid <sub>nat</sub>	Ratio
	[MPa]	[MPa]		[N.mm]	[N.mm]		[N.mm/mm <sup>2</sup> ]	[N.mm/mm <sup>2</sup> ]	
GOA008	3,37	2,93	87	55715	44017	79	11,14	8,55	77
GOA014	2,00	1,76	88	53123	47267	89	9,13	9,46	104
GOA004	1,83	1,37	75	66073	73804	112	13,26	14,82	112
GOA009	1,77	1,55	88	72267	71561	99	14,33	14,20	99
GOA011	1,82	1,49	82	68137	71454	105	13,59	14,27	105
GOA001	1,01	0,74	74	58074	51539	89	11,67	10,33	89
GOA003	1,27	0,70	55	69105	45511	66	13,74	9,05	66
GOA005	1,09	1,06	98	53103	70325	132	10,53	13,98	133
GOA013	1,34	1,02	76	64427	67376	105	12,88	13,48	105
GOA006	0,63	0,53	84	40617	29613	73	8,04	5,89	73
GOA010	0,66	0,38	58	35044	36424	104	7,00	7,28	104
GOA002	1,23	1,12	91						
GOA007	1,14	1,04	91						
GOA012	1,27	1,22	96						
GOA015	1,54	1,54	100						
GOA016	1,83	1,66	91						

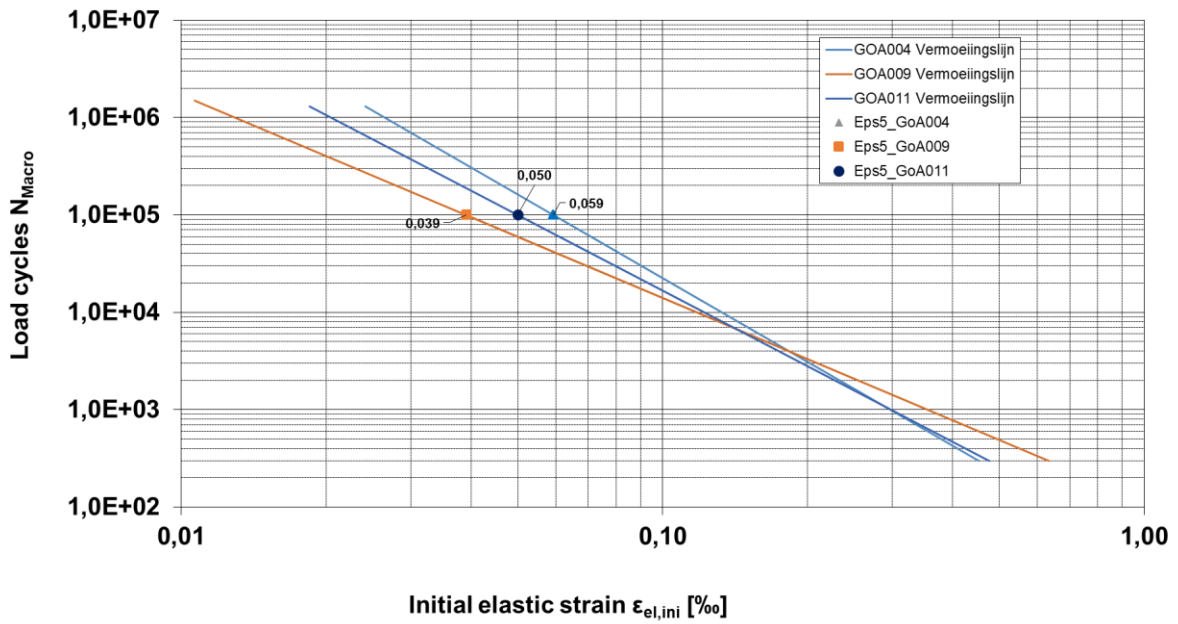
Monster	Stijfheid [Mpa]								
	30 Hz	10 Hz	8 Hz	5 Hz	2 Hz	1 Hz	0,5 Hz	0,2 Hz	0,1 Hz
GOA008	13128	10786	10340	9431	7785	6623	5578	4350	3575
GOA014	8787	7118	6789	6194	5107	4414	3771	3024	2564
GOA004	7567	5773	5461	4815	3707	3028	2432	1801	1423
GOA009	8080	5980	5616	4853	3591	2837	2207	1567	1212
GOA011	7709	5770	5477	4770	3602	2889	2283	1660	1290
GOA001	5345	3680	3526	2949	2065	1583	1268	888	705
GOA003	6156	4245	3953	3336	2360	1808	1368	935	709
GOA005	5608	4009	3746	3207	2374	1891	1501	1113	923
GOA013	5916	4060	3802	3211	2295	1772	1367	956	728
GOA006	3037	2154	2003	1712	1289	1048	856	662	524
GOA010	3573	2217	2124	1703	1171	917	718	536	423
GOA002	2753	1902	1771	1530	1086	878	701	540	440
GOA007	2644	1792	1683	1462	1026	848	680	546	451
GOA012	3441	2516	2334	2012	1466	1192	957	754	623
GOA015	4233	3034	2813	2385	1709	1348	1057	777	636
GOA016	6160	4553	4271	3699	2747	2220	1775	1321	1110

Monster	Fatigue line $N_{Macro} = C_1 \cdot \epsilon_{el,ini}^{C2}$			Regression $\ln(N_{Macro}) = A_1 + A_2 \cdot \ln(\epsilon_{el,ini})$		$\epsilon_{el,ini}$
	C1	C2	R2	A1	A2	@100.000
GOA008	5,939	-3,950	0,985	1,782	-3,950	0,0851
GOA014	0,829	-5,254	0,984	-0,187	-5,254	0,1078
GOA004	31,514	-2,854	0,994	3,450	-2,854	0,0593
GOA009	115,724	-2,085	0,971	4,751	-2,085	0,0391
GOA011	44,127	-2,579	0,993	3,787	-2,579	0,0500
GOA001	144,942	-1,744	0,947	4,976	-1,744	0,0235
GOA003	632,202	-1,341	0,920	6,449	-1,341	0,0229
GOA005	32,727	-2,487	0,994	3,488	-2,487	0,0397
GOA013	216,469	-1,760	0,981	5,377	-1,760	0,0306
GOA006	248,649	-1,989	0,917	5,516	-1,989	0,0490
GOA010	349,756	-1,334	0,954	5,857	-1,334	0,0144
GOA002	1,618	-5,358	0,958	0,481	-5,358	0,1275
GOA007	0,537	-6,058	0,947	-0,622	-6,058	0,1350
GOA012	0,008	-7,504	0,967	-4,795	-7,504	0,1130
GOA015	0,540	-5,564	0,989	-0,616	-5,564	0,1130
GOA016	0,050	-5,573	0,955	-2,989	-5,573	0,0740



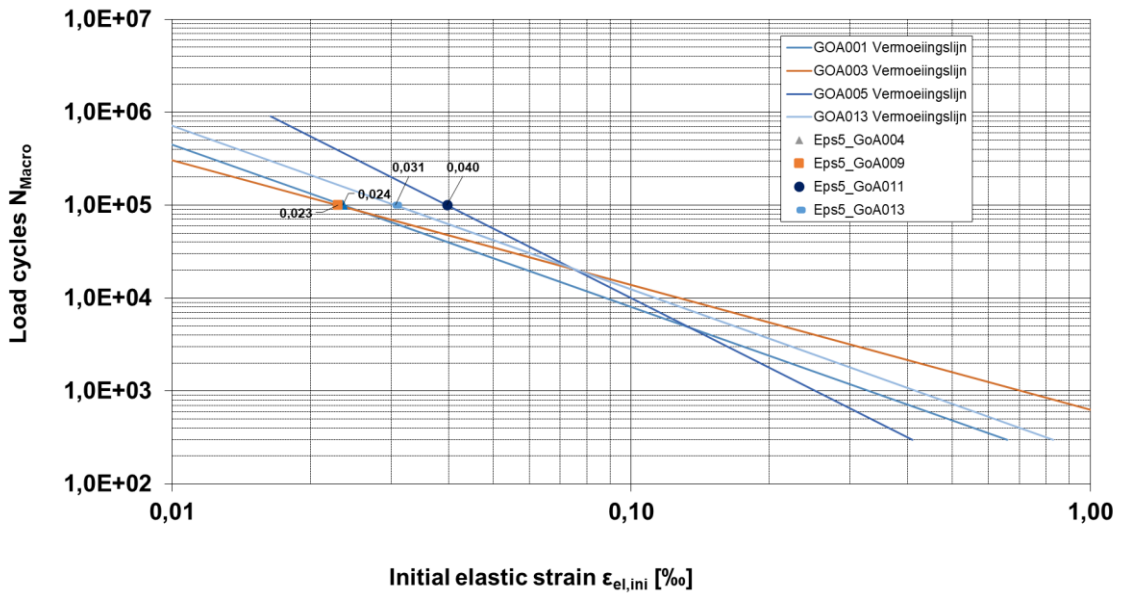
Figuur B11.1: CIT-CY vermoeingsresultaten voor 10/20MG proefstukken.

### Fatigue line PEN 40-60



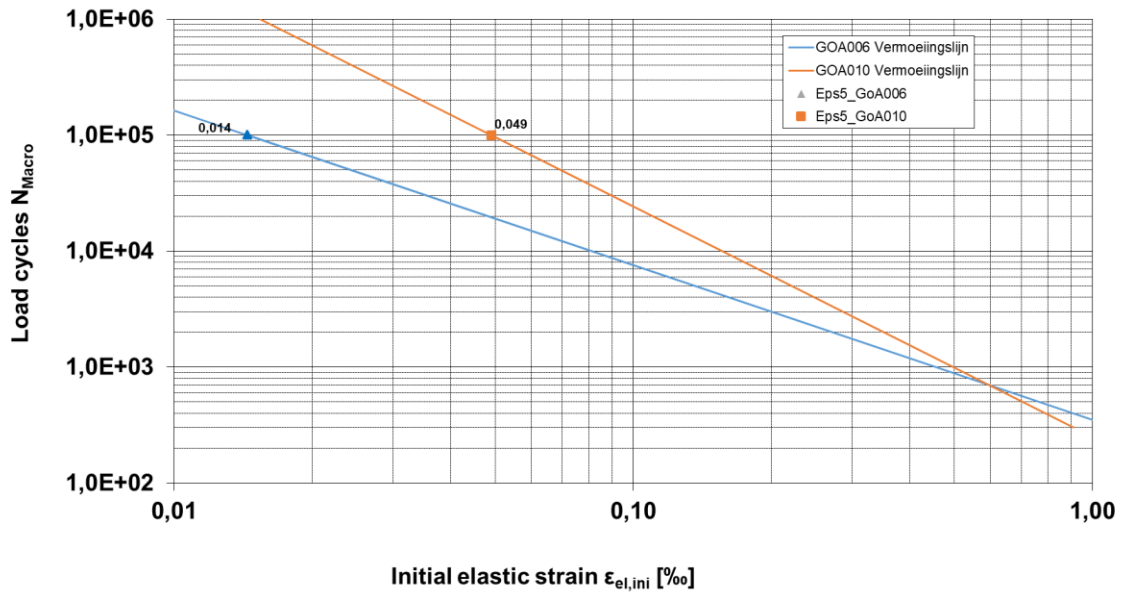
Figuur B11.2: CIT-CY vermoeingsresultaten voor 40/60 proefstukken.

### Fatigue line PEN 70-100



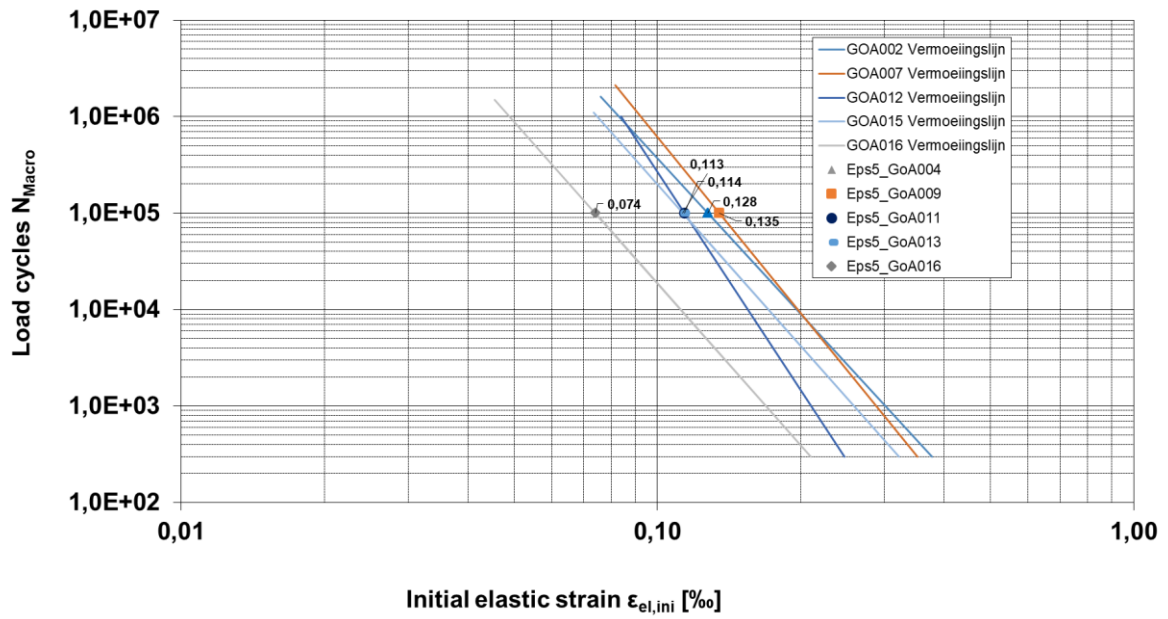
Figuur B11.3: CIT-CY vermoeingsresultaten voor 70/100 proefstukken.

### Fatigue line PEN 160-220



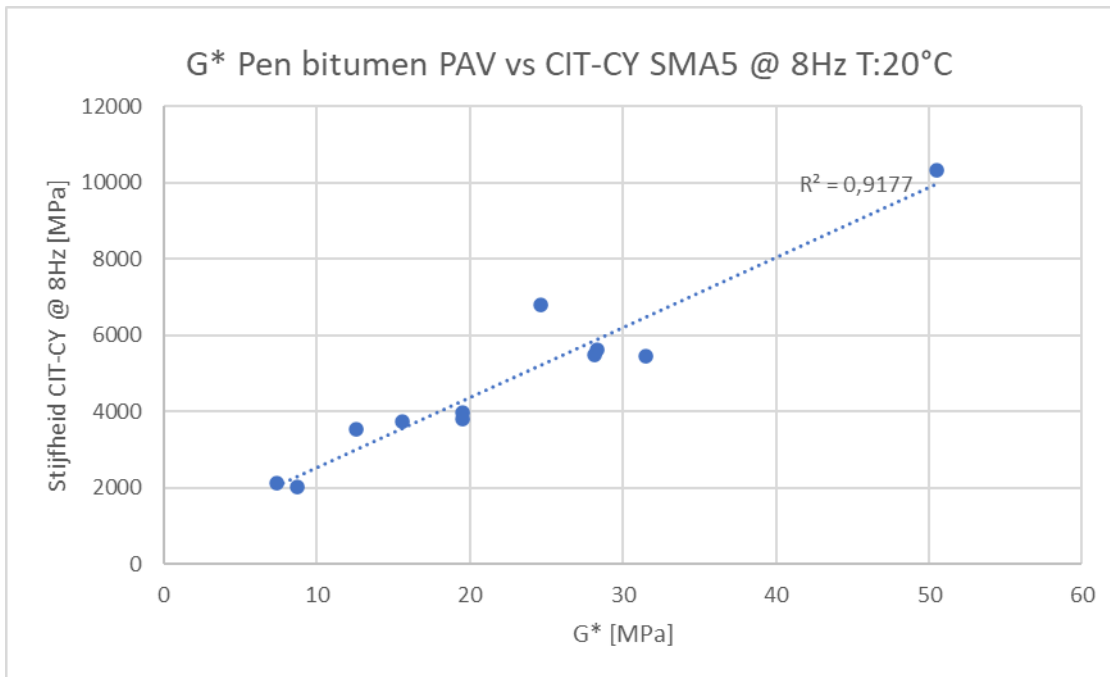
Figuur B11.4: CIT-CY vermoeingsresultaten voor 160/220 proefstukken.

### Vermoeing CIT-CY PMB

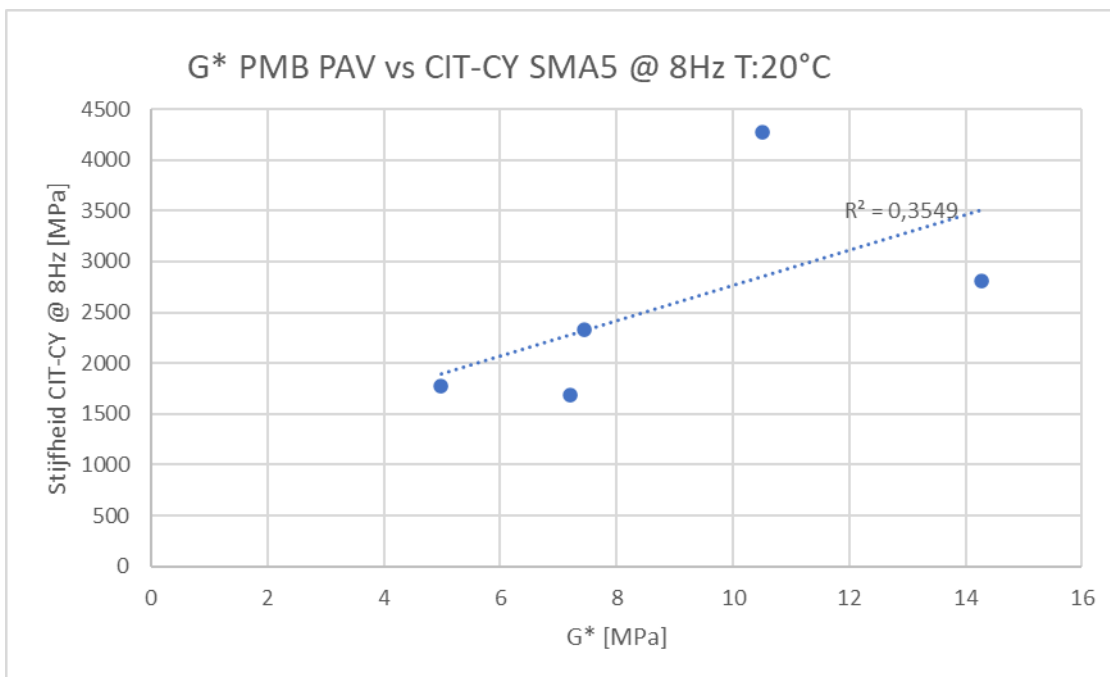


Figuur B11.5: CIT-CY vermoeingsresultaten voor polymeergemodificeerde proefstukken.





**Figuur B11.6:** CIT-CY stijfheid uitgezet tegen G\* voor proefstukken en bitumina op basis van penetratiebitumen.



**Figuur B11.7:** CIT-CY stijfheid uitgezet tegen G\* voor proefstukken en bitumina op basis van polymeergemodificeerd bitumen.