

Characterization of biooil-diluted bitumen for greener roads

Natalia Wdowik

Veiledere: Nadia Shardt, Sébastien Simon and Ali Foroutan Mirhosseini

Ugelstad lab

I samarbeid med Statens Vegvesen

Mål

- Å evaluere ATR-FTIR and ^1H NMR-spektroskopi for karakterisering av bitumen under ulike betingelser:
 1. Ulike aldringsgrader
 2. Ulike typer rejuvenatorer
 3. Ulike konsentrasjoner av rejuvenatorer

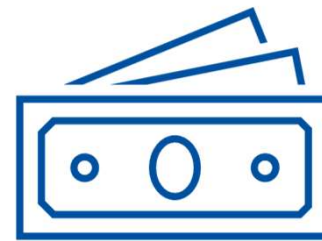
Motivasjon

Bærekraft



Mer rejuvenator → Mer resirkulering av gammel asfalt → Mindre bruk av ufornybare ressurser

Økonomi

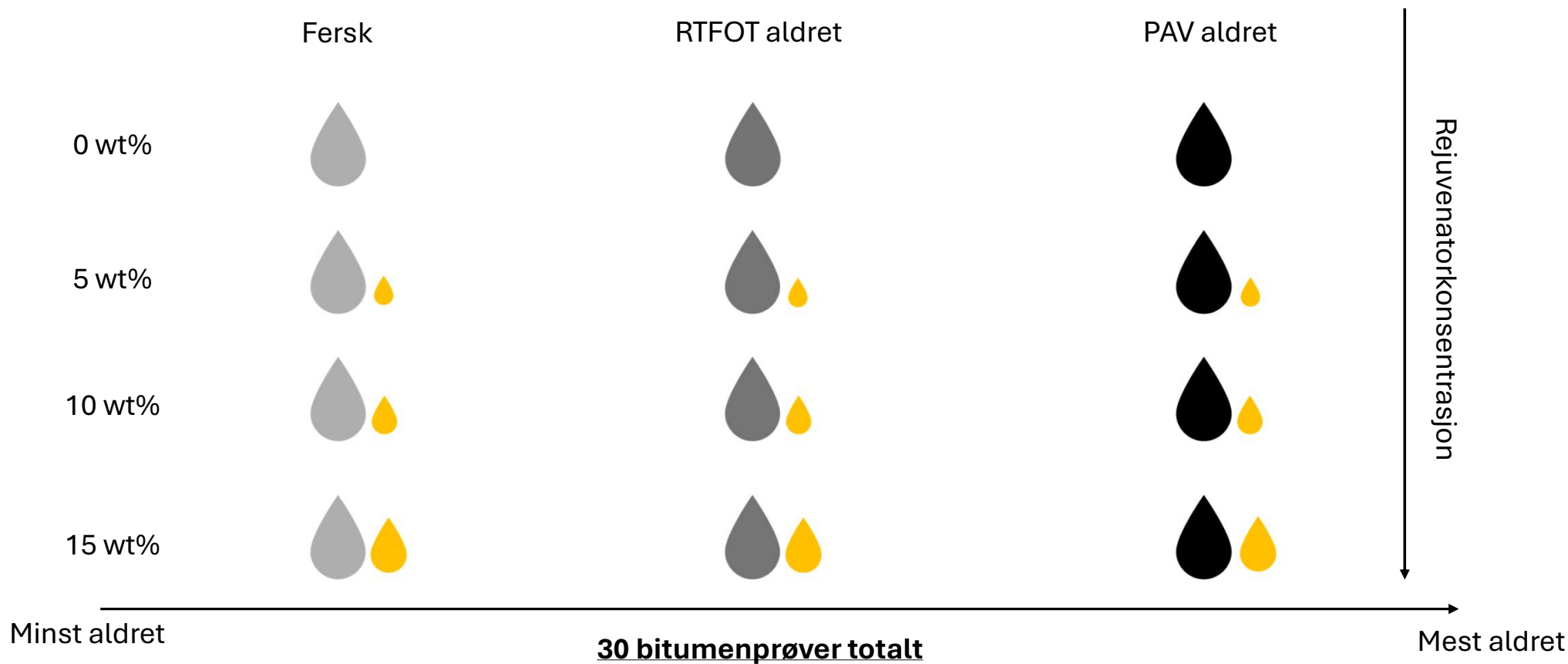


Mindre fersk bitumen → Lavere produksjonskonstnader

Overordnet mål:

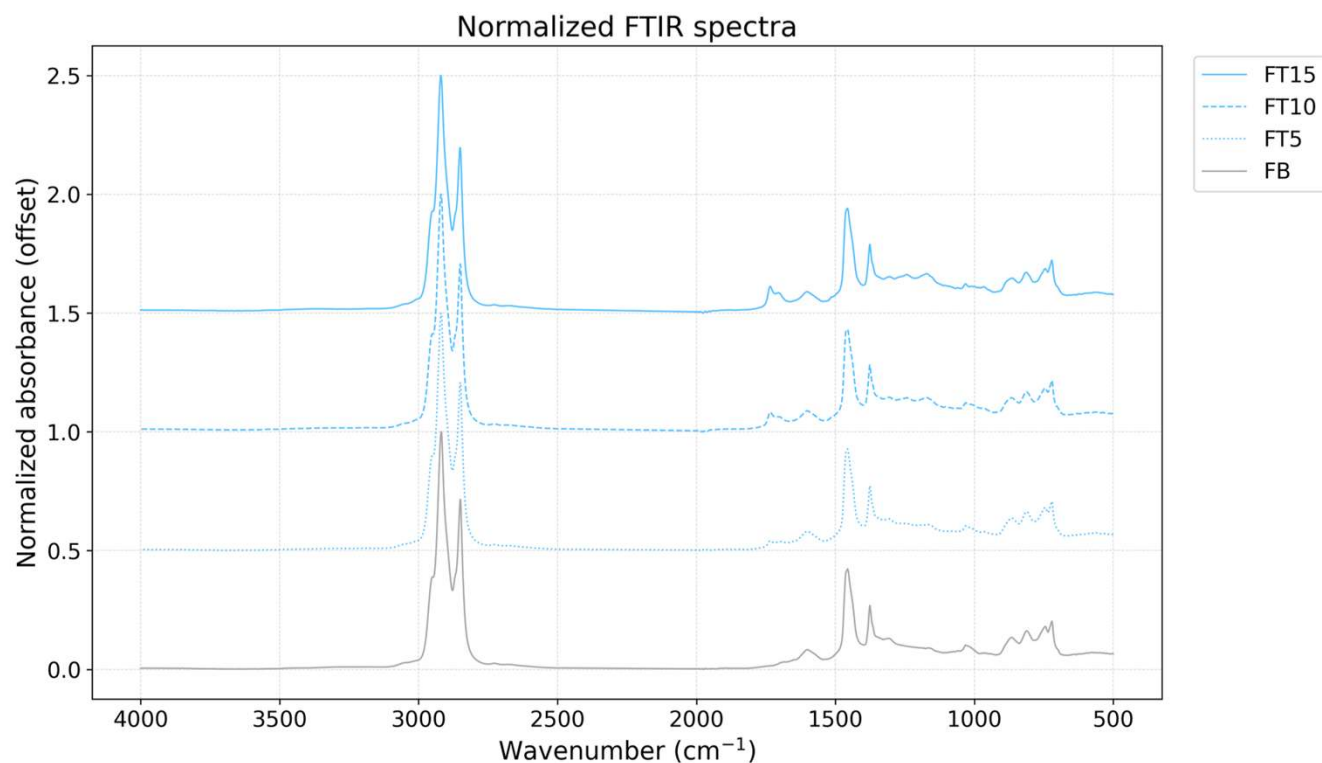
- Redusere miljøbelastningen fra asfaltproduksjon
- Fremme gjenbruk av gammel asfalt

Prøvematrise



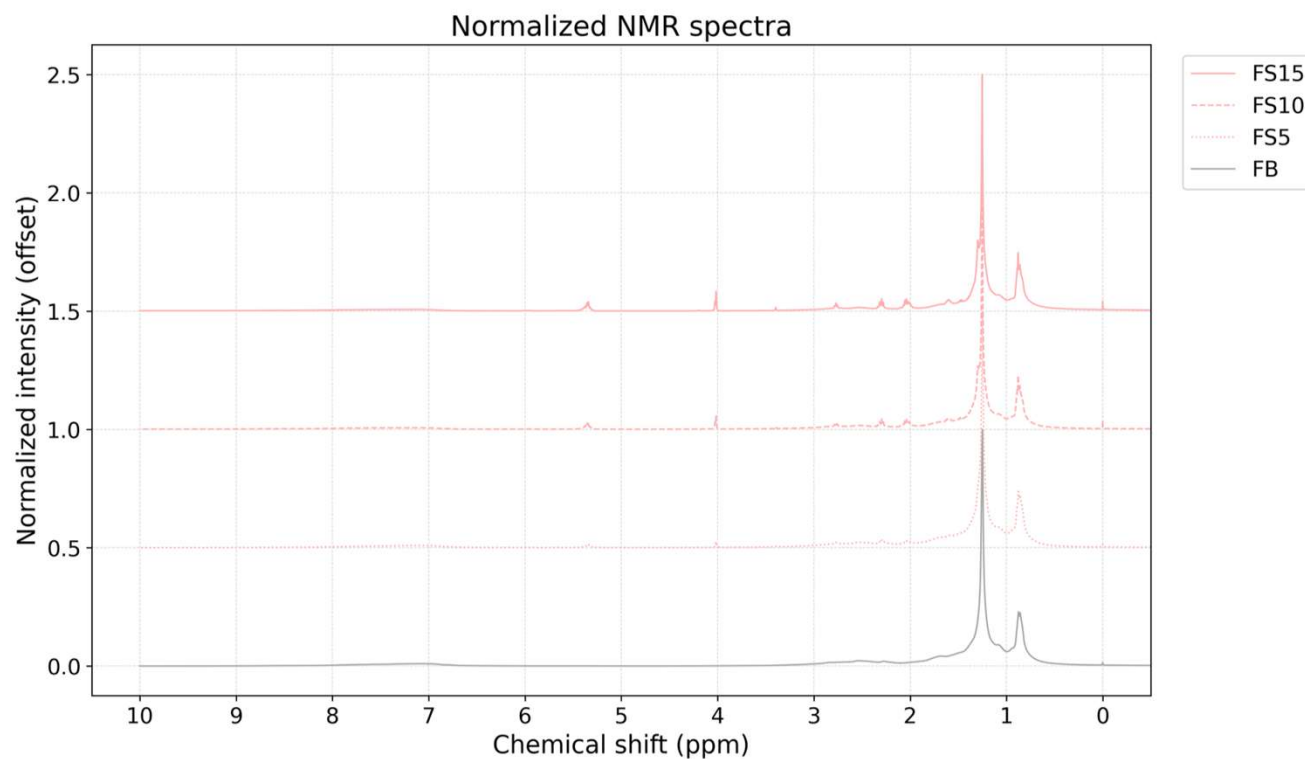
ATR-FTIR

- Utsetter prøven for IR stråling og får ut et karakteristisk spekter
- Hver prøve ble analysert 3 ganger i løpet av en periode på 6 måneder

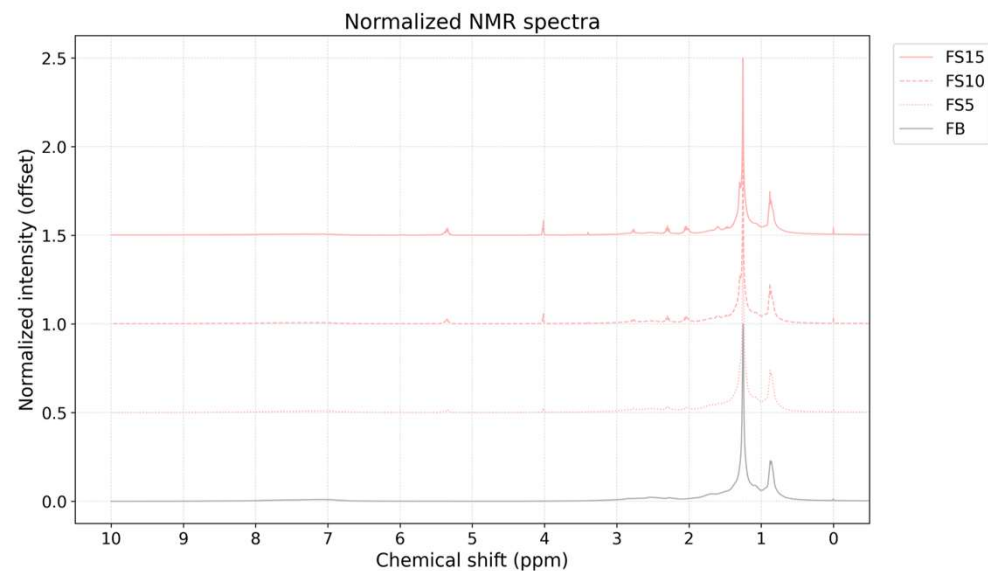
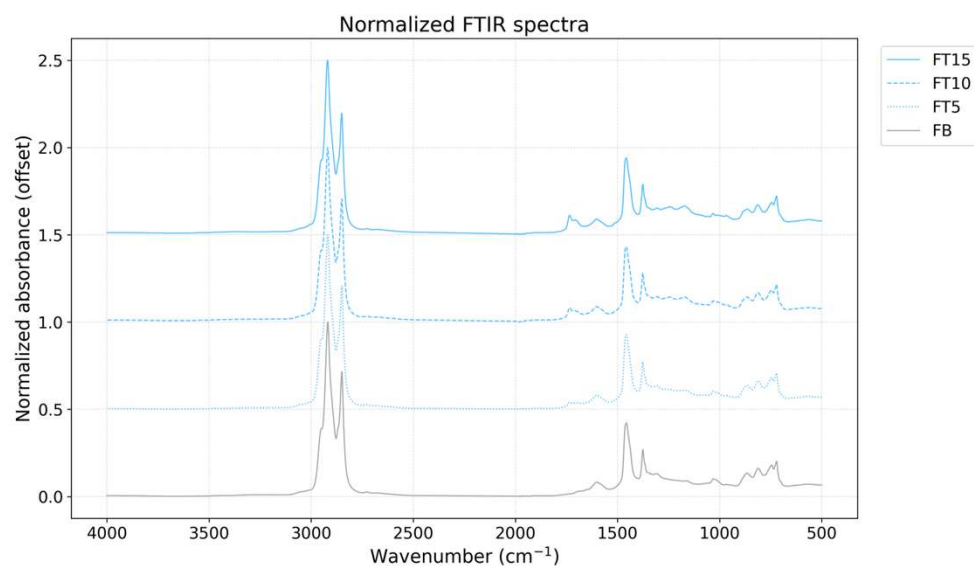


^1H NMR

- Undersøker hvilke miljøer hydrogenene i prøven befinner seg i vha. sterke magnetiske felt
- Prøvene ble løst i CDCl_3 med TMS
- Hver prøve ble analysert en gang



Statistisk analyse



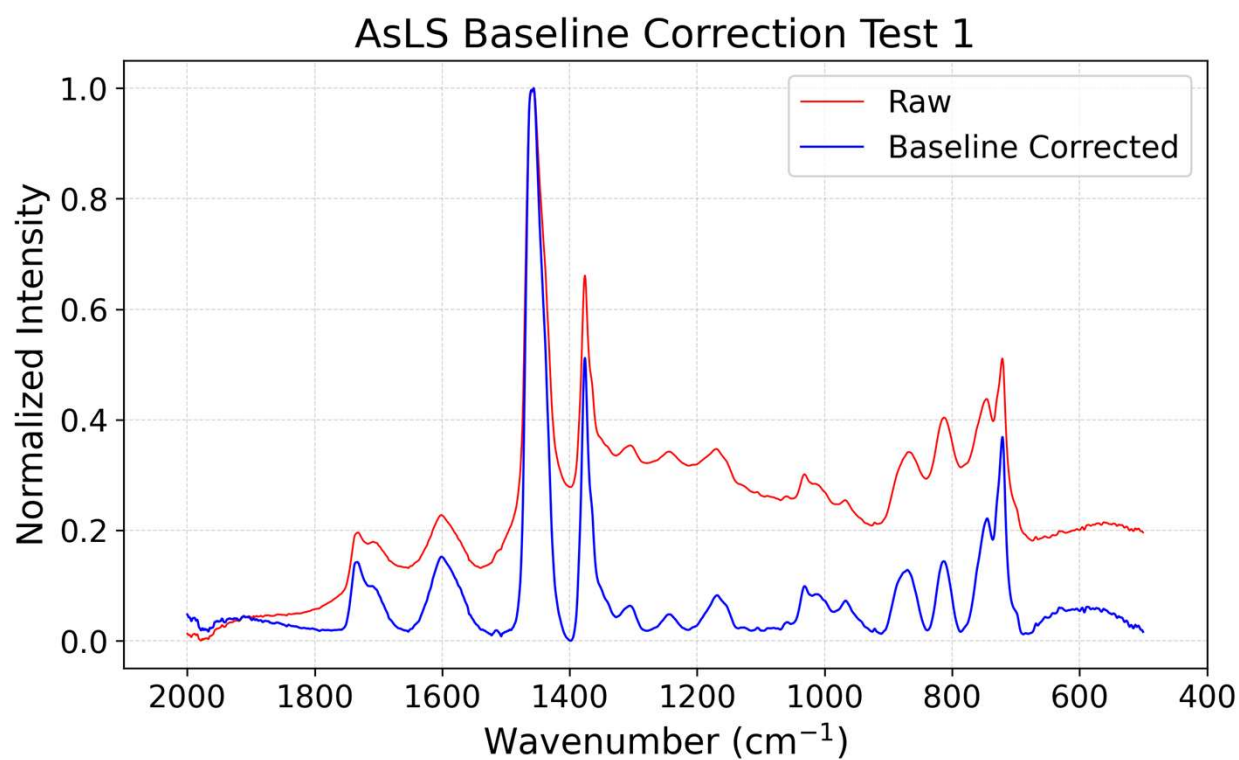
Forbehandling av data

- Dataene ble normalisert og baselinekorrigert
 - AsLS, asPLS og polynomisk baselinekorrigerings ble undersøkt
 - Gjennomsnittlig standardavvik ble beregnet for FTIR-dataene
- Forbehandling er avgjørende før statistisk analyse for å fjerne uønsket variasjon og øke påliteligheten til hovedkomponentene i PCA

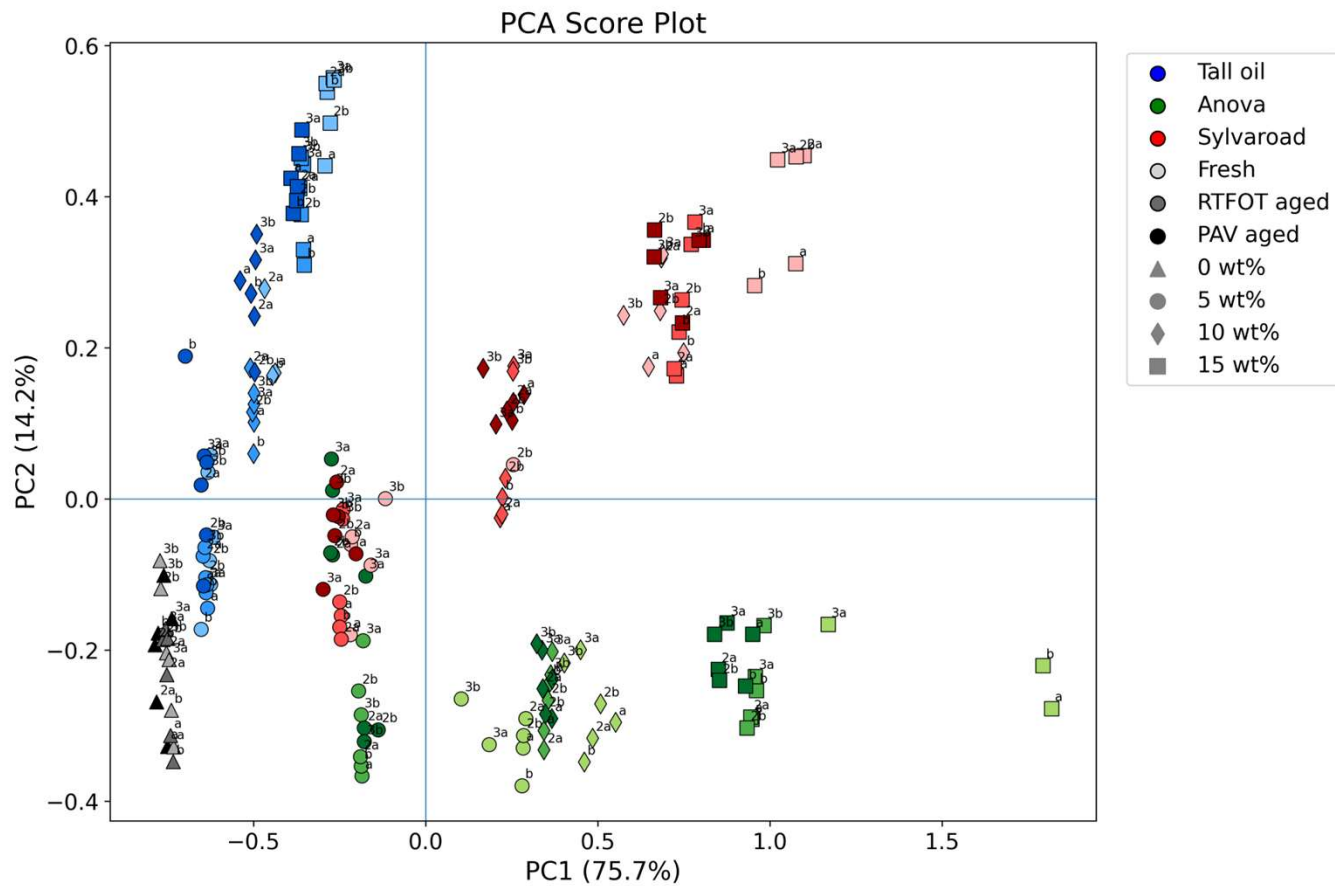
Forbehandling av data

- Kontrollprøver (Test 1 og Test 2)
 - Test 1: Forberedt hos Statens Vegvesen, 9.9 wt%
 - Test 2: Forberedt hos Ugelstad Lab, 1.4 wt%
 - Reproduserbarhet og ulike metoder for dataforbehandling ble undersøkt
 - AsLS, asPLS og polynomisk baselinekorrigering
- Polynomisk korrigering ble forkastet
- asPLS så ut til å overtilpasse prøver med lave rejuvenatorkonsentrasjoner
- AsLS med et begrenset spektralområde ga de beste resultatene

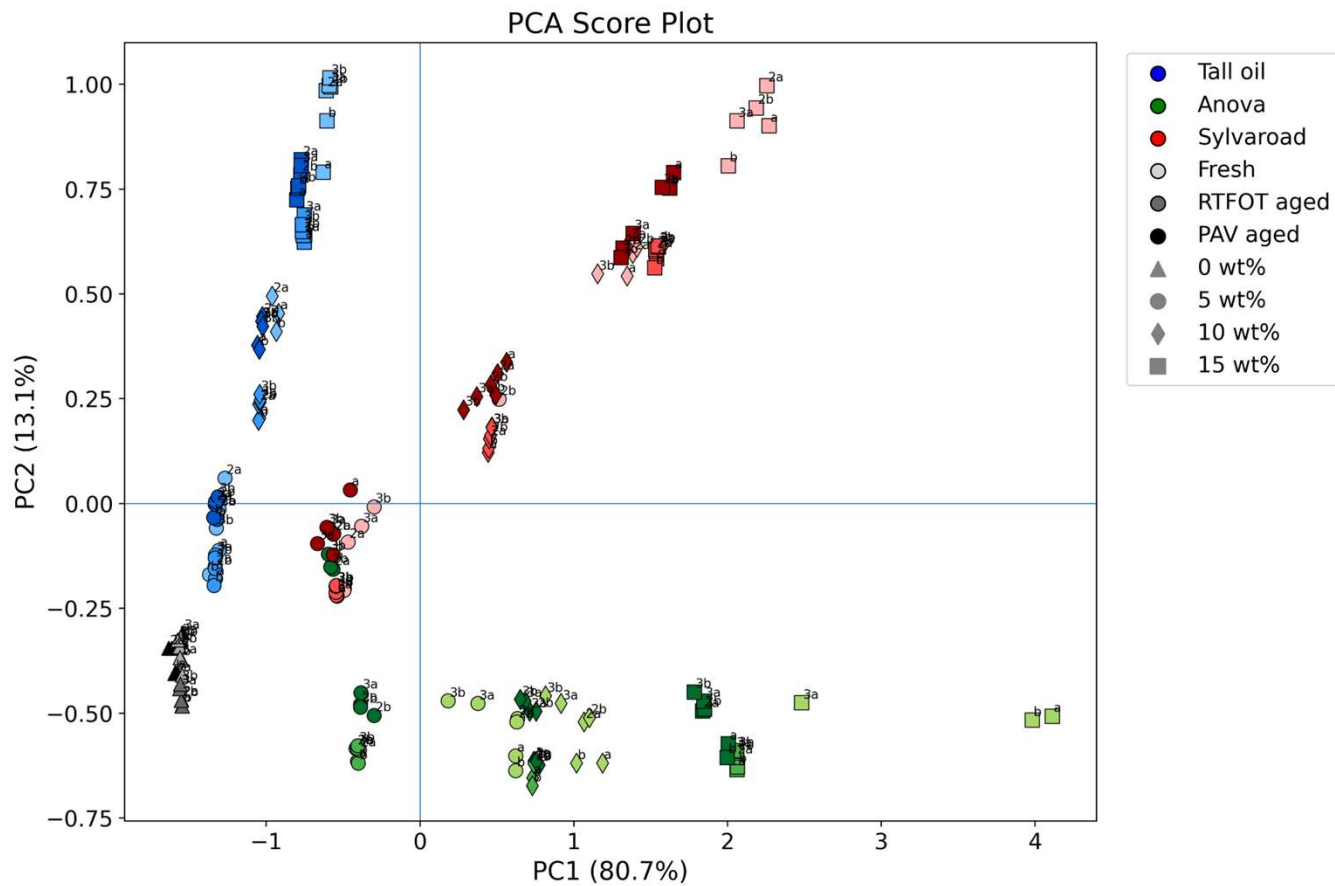
Forbehandling av data FTIR



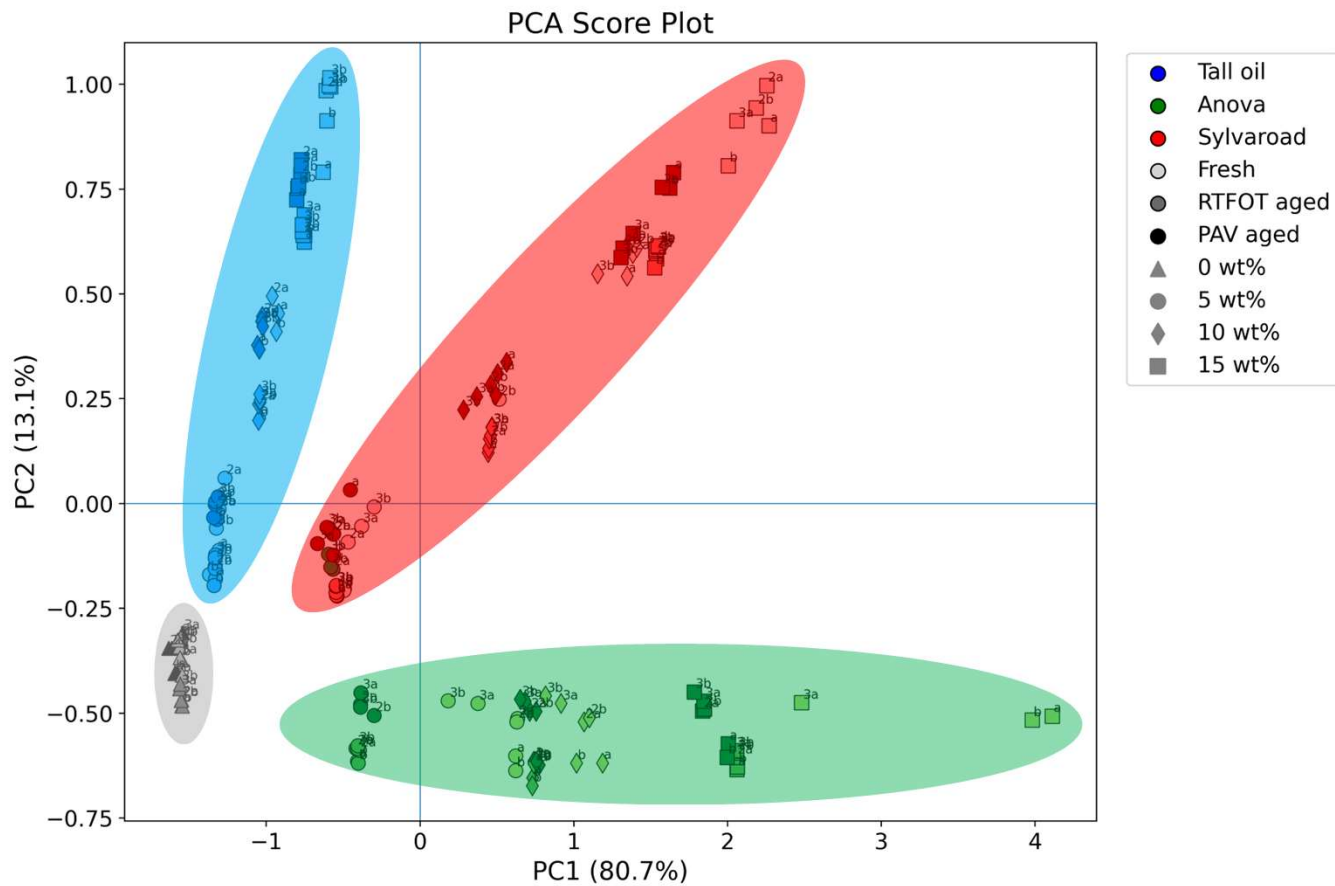
Resultater – FTIR PCA



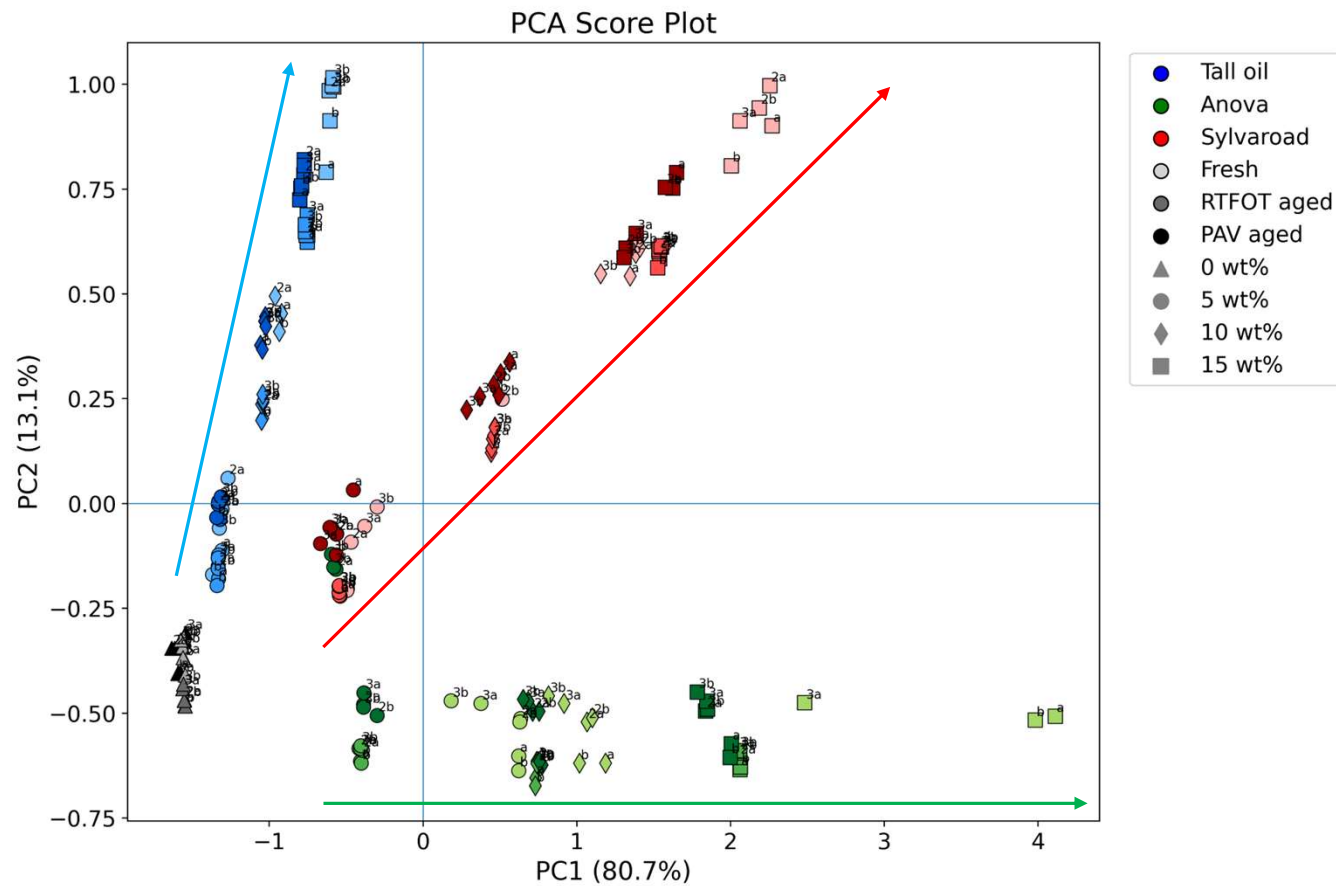
Resultater – FTIR PCA



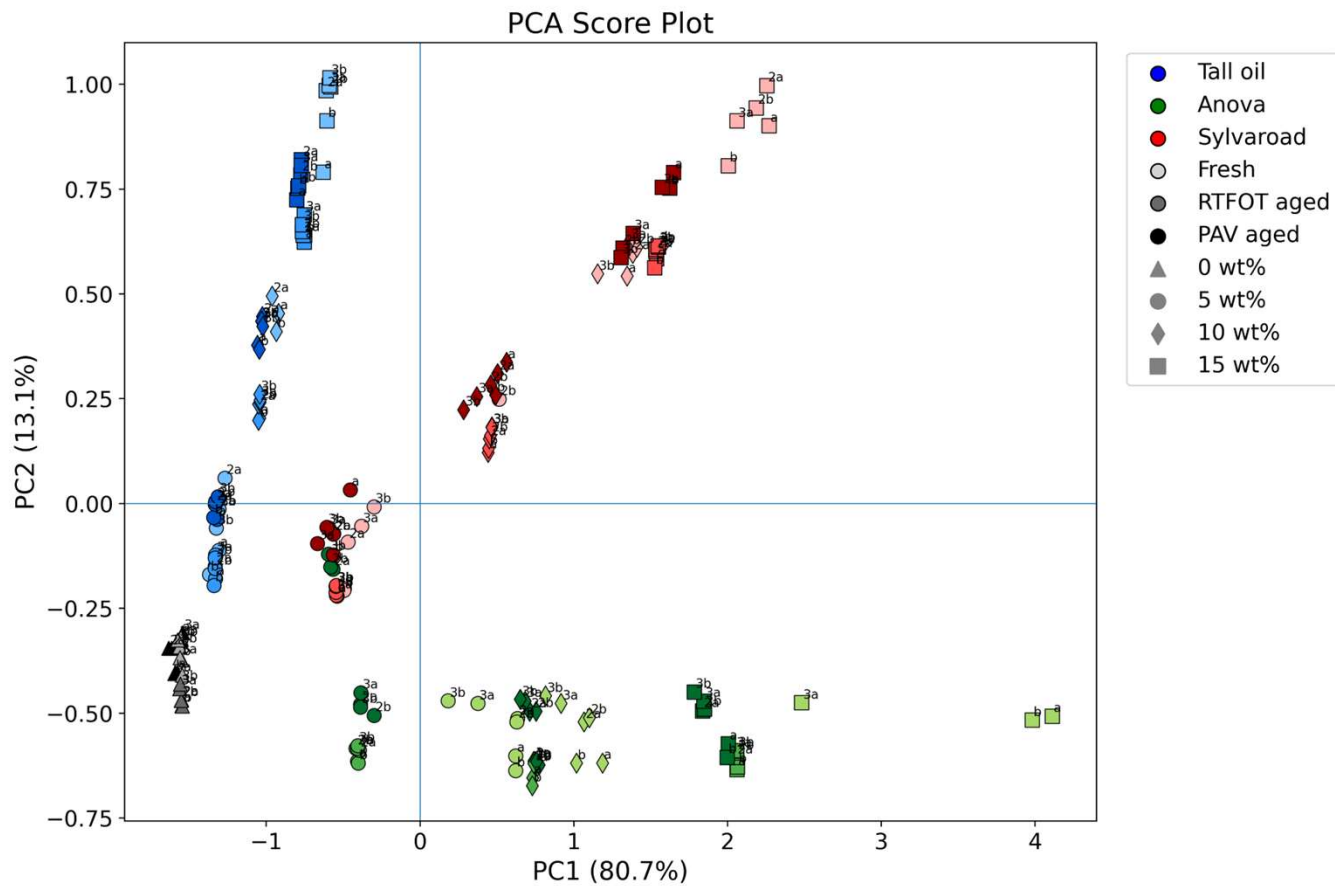
Resultater – FTIR PCA



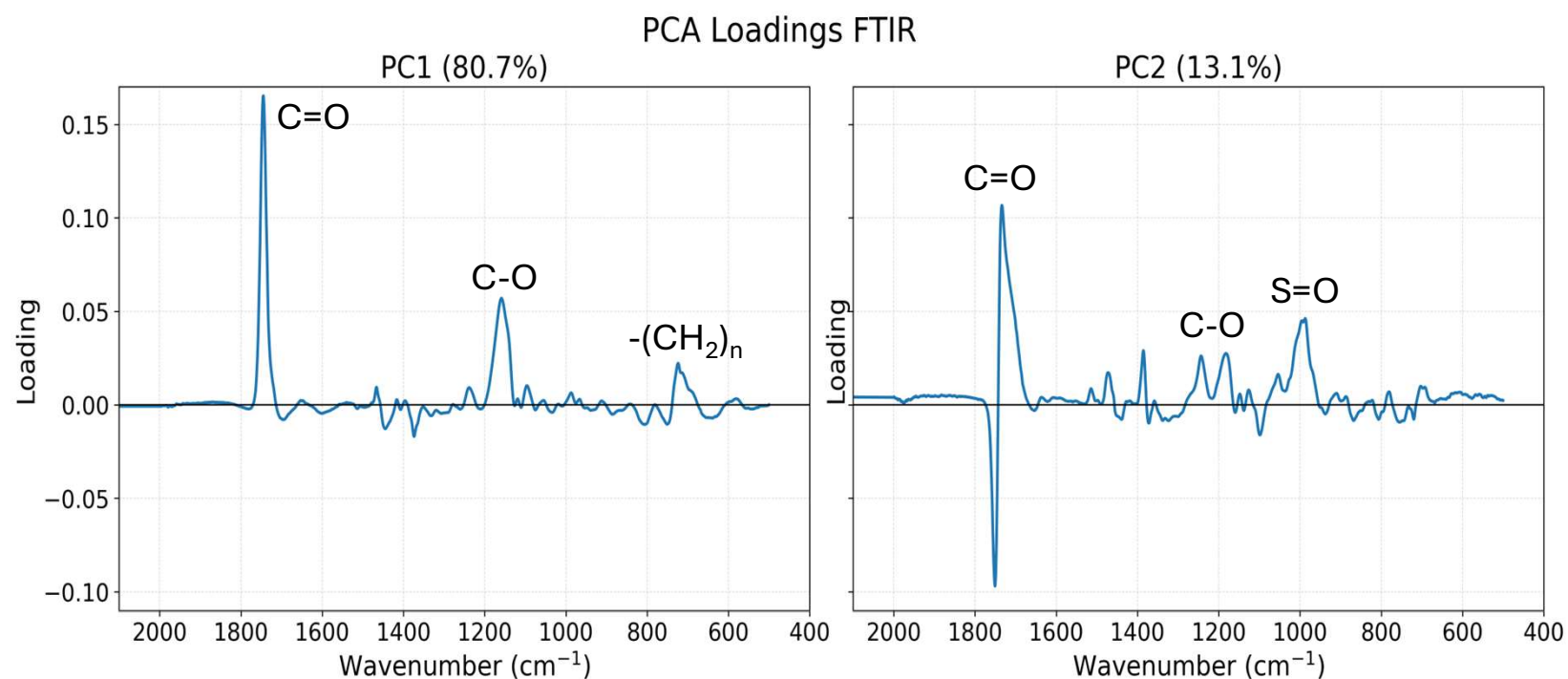
Resultater – FTIR PCA



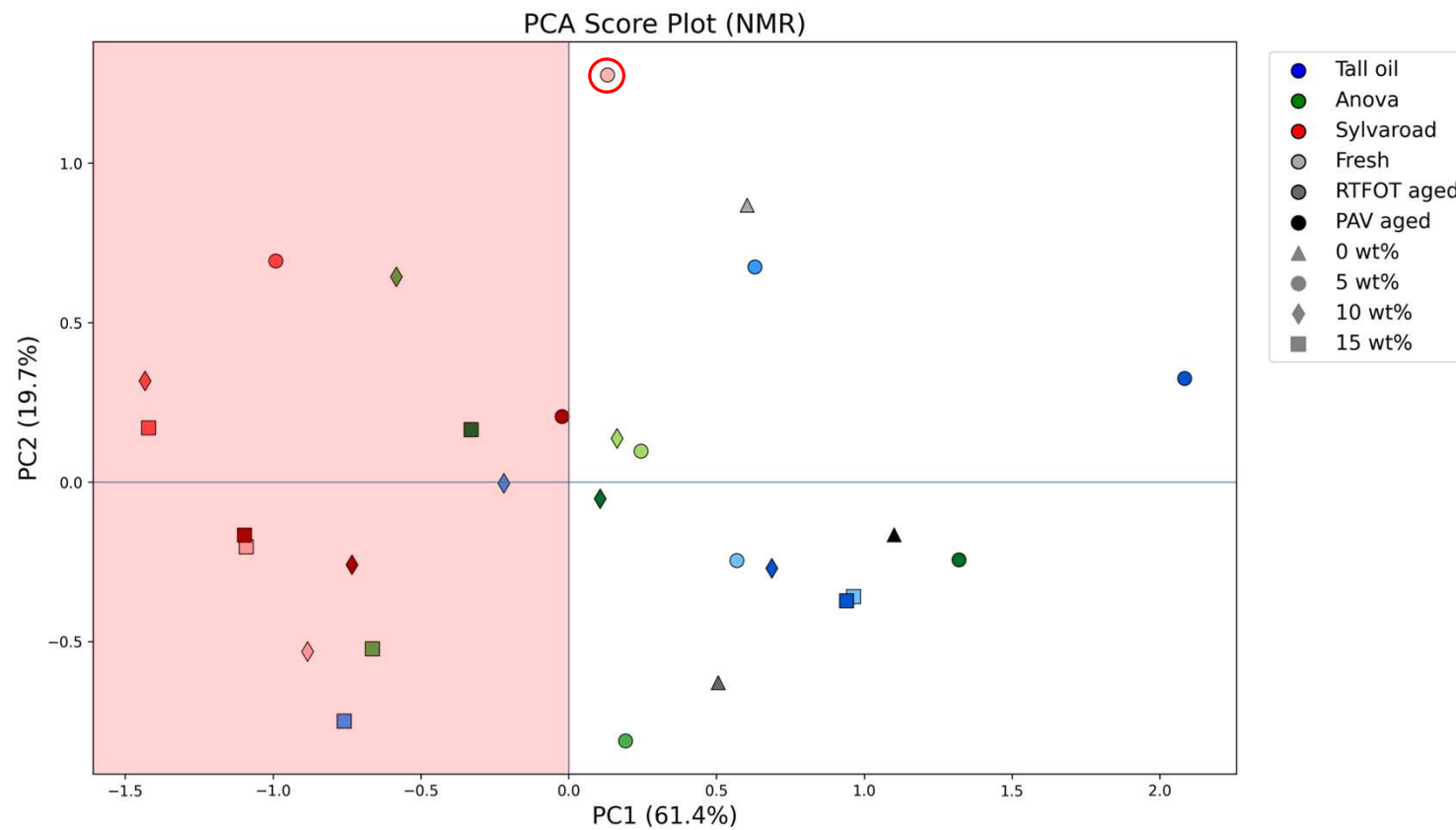
Resultater – FTIR PCA



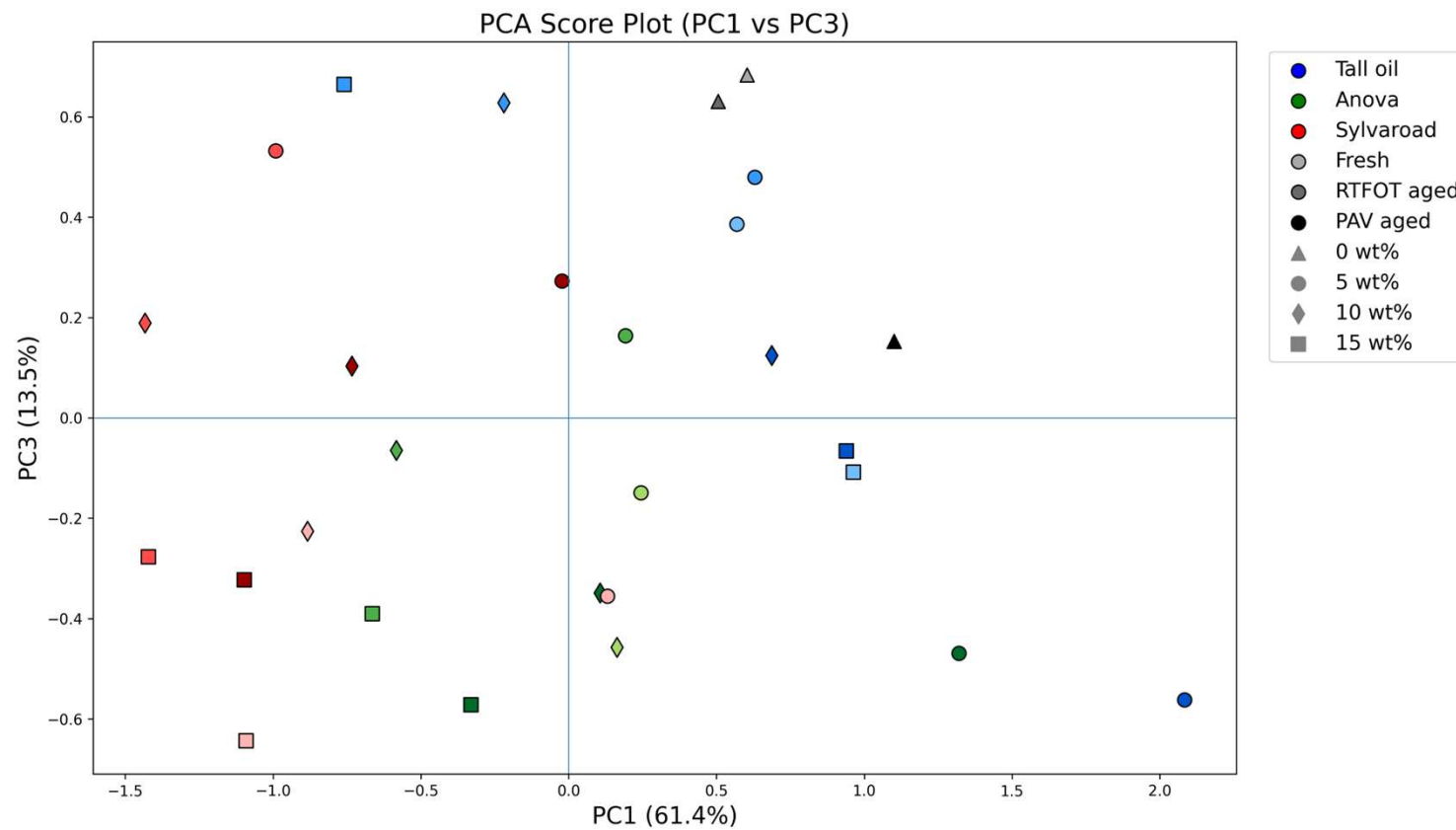
Resultater – FTIR Loading Plots



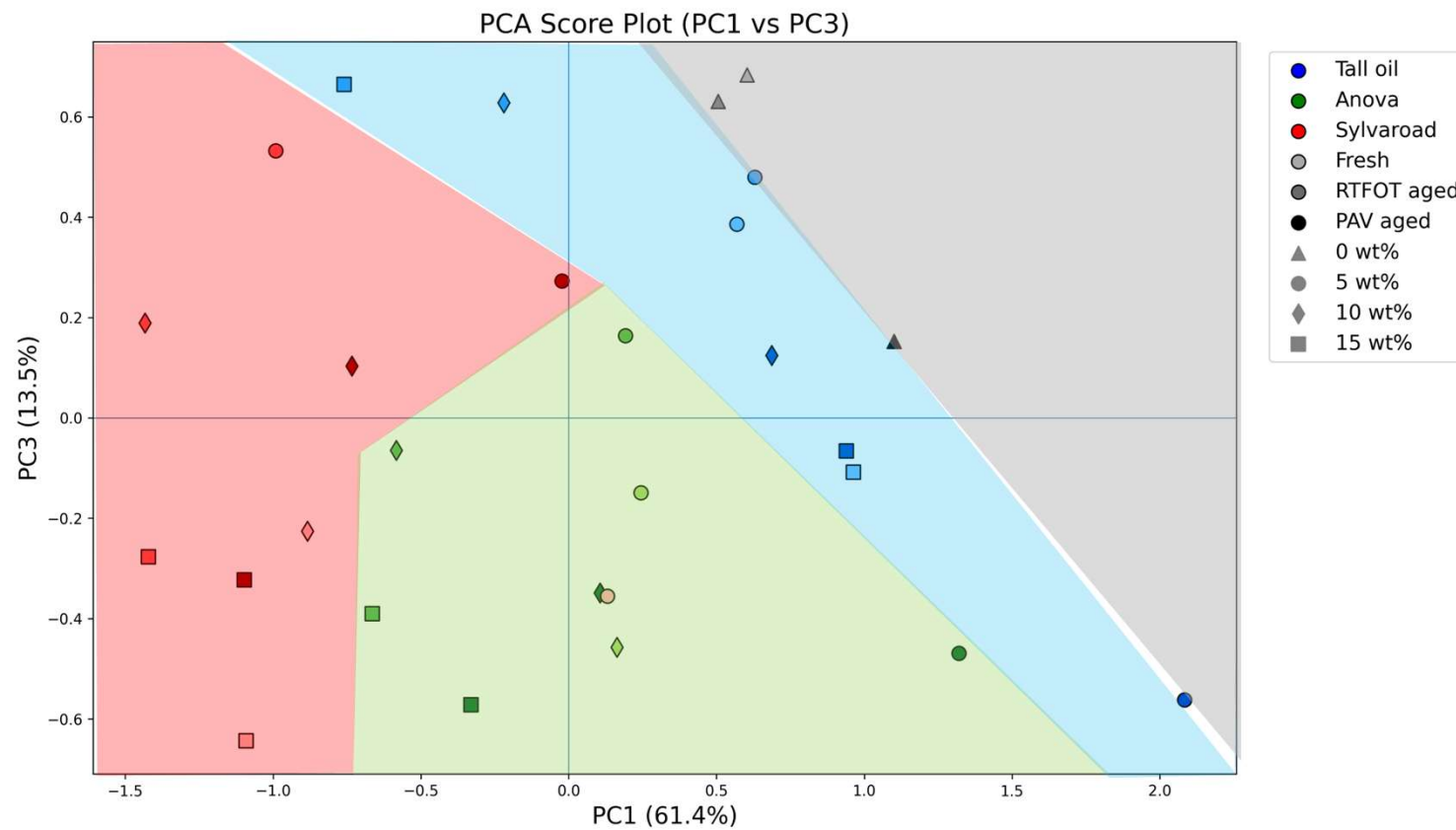
Resultater – NMR PCA (asPLS)



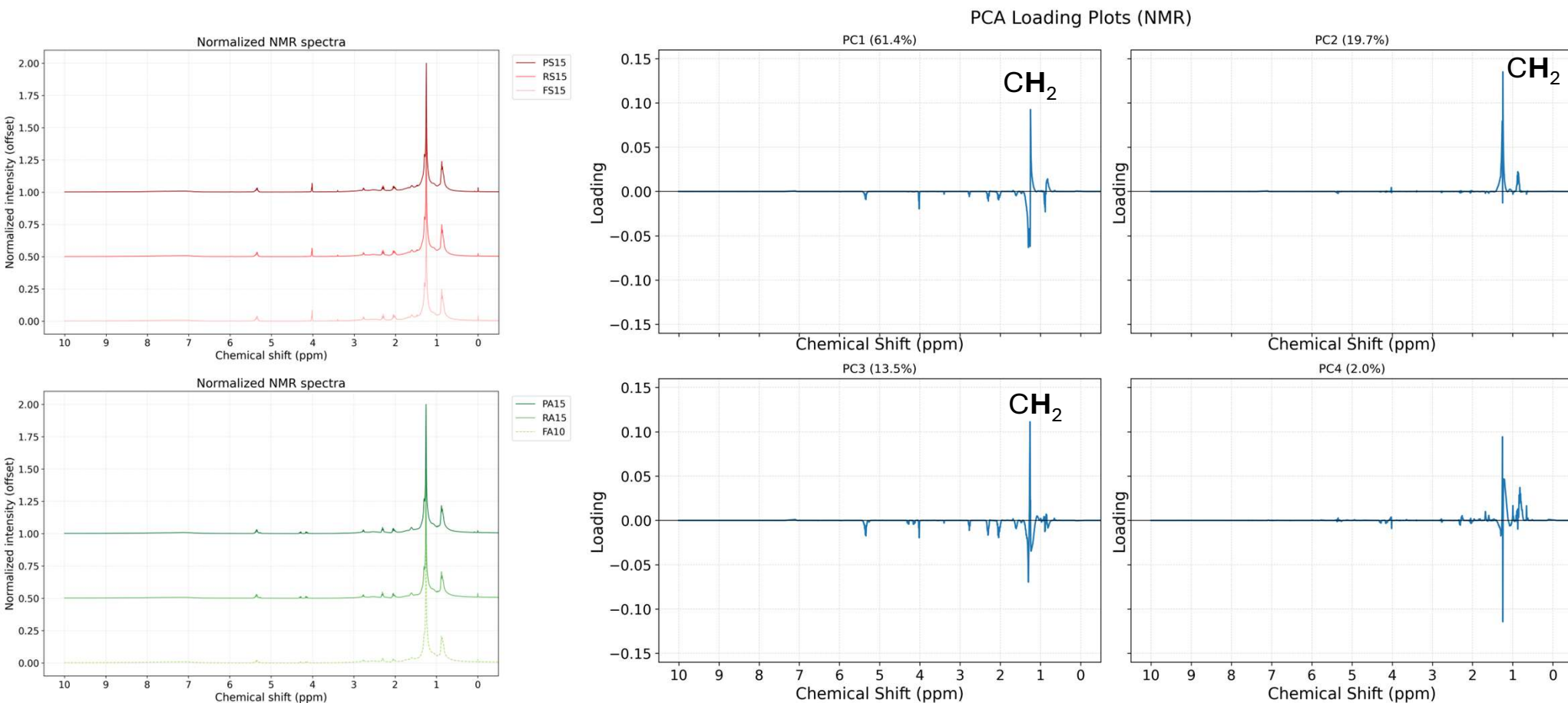
Resultater – NMR PCA asPLS



Resultater – NMR PCA asPLS

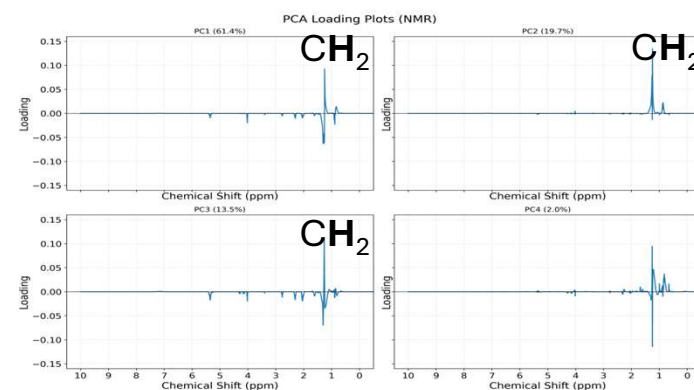
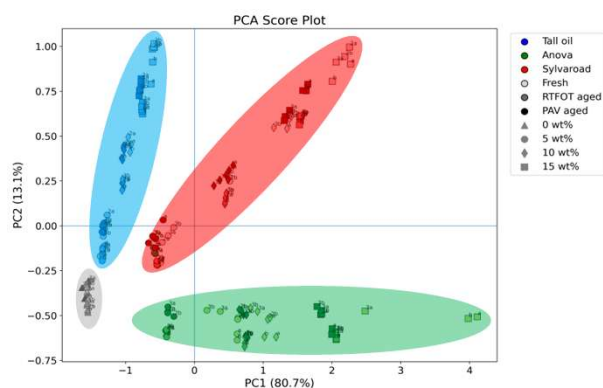


Resultater – NMR Loading Plots (asPLS)



Konklusjon

- **ATR-FTIR:** Viser stort potensial for karakterisering av bitumen basert på rejuvenatortype, -konsentrasjon og til en viss grad aldringsgrad, ved bruk av AsLS som metode for baselinekorrigering.
- **^1H NMR:** Viser potensial for å skille mellom ulike rejuvenatortyper, men ytterligere undersøkelser av metoder for baselinekorrigering kan være nødvendig.



Anvendelser i praksis og fremtidig arbeid

- Videreutvikle metodene for dataforbehandling
 - Bl.a. Første- og andrederiverte av spekterene
- Kombinere spektroskopiske data med reologiske resultater for å identifisere ønskede materialegenskaper og vurdere hvilken analyseteknikk som egner seg best
- Sammenligne resultatene med bitumenprøver hentet fra faktiske veier
- Utvikle en karakteriseringsmodell

Tusen takk!

Aldring av bitumen

- Aging introduces oxidative groups in bitumen
- Rejuvenators are added to preserve desired properties
- The chemical composition of bitumen governs the structural and mechanical properties, such as strength, stiffness, and colloidal structure
- The characterization of bitumen is important to assess its properties due to its complex nature



=



~ 5%

+



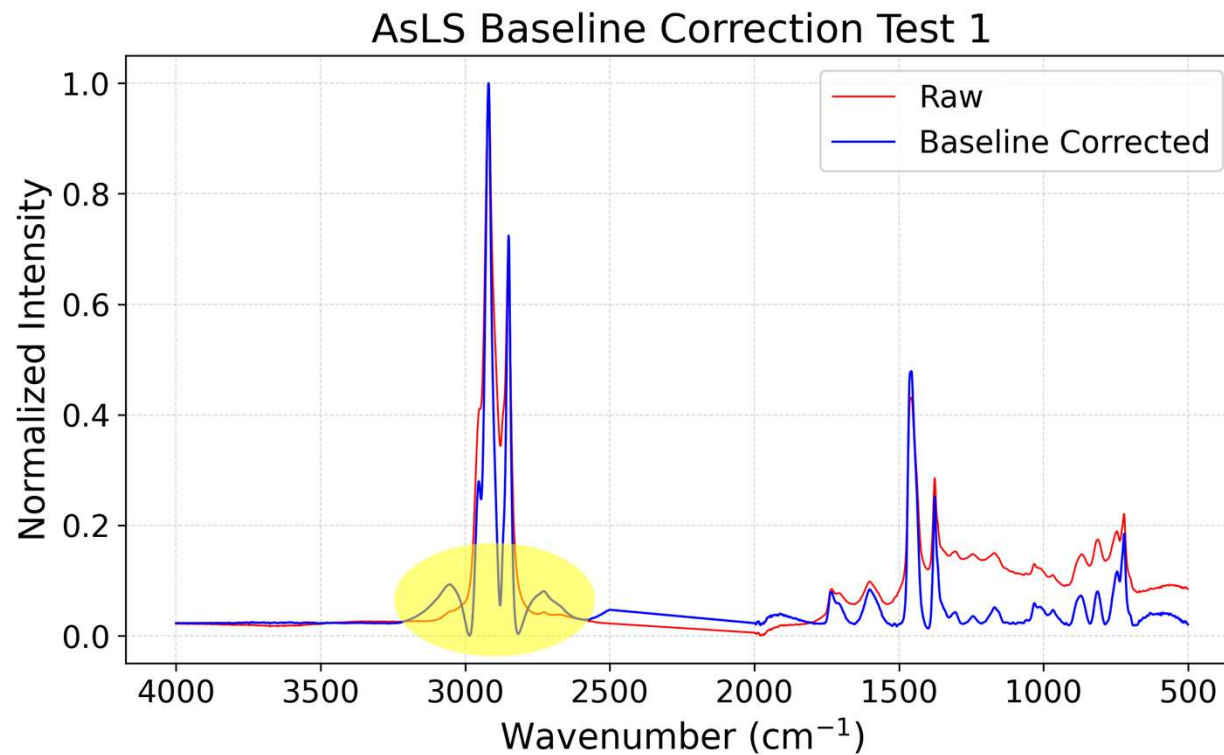
~ 95%

Data pretreatment study FTIR

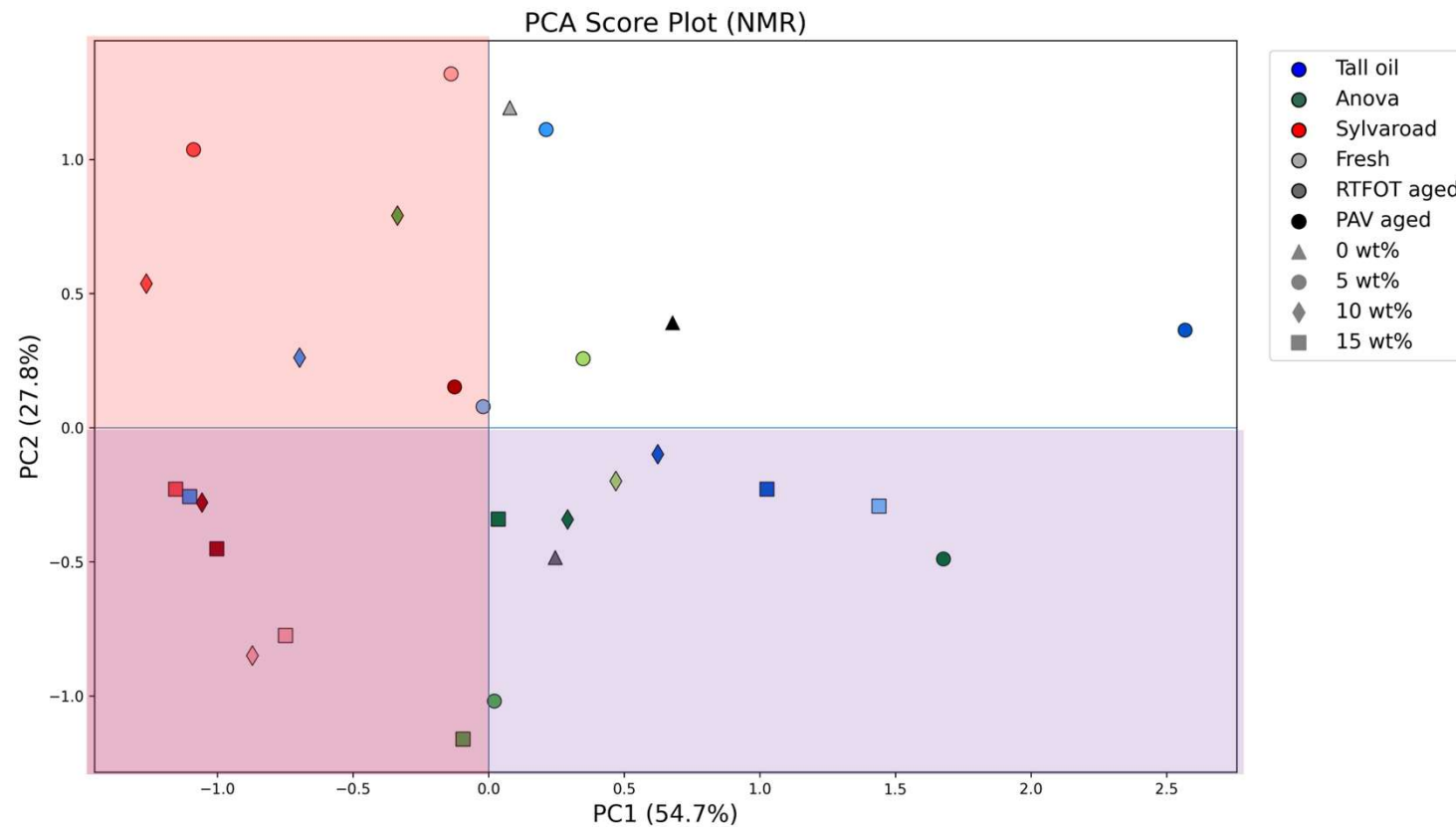
- Control samples (Test 1 and Test 2)
 - Test 1: Prepared at Statens Vegvesen, 9.9 wt%
 - Test 2: Prepared at Ugelstad Lab, 1.4 wt%
- Tested reproducibility and data pretreatment methods
 - AsLS, asPLS and polynomial baseline correction

Method	Full spectral range		< 2000 cm ⁻¹	
	Test 1	Test 2	Test 1	Test 2
Raw	0.0052	0.0043	0.0120	0.0081
AsLS	0.0011	0.0014	0.0017	0.0026
asPLS	0.0024	0.0058	0.0033	0.0120
Polynomial	0.0055	0.0042	0.0044	0.0056

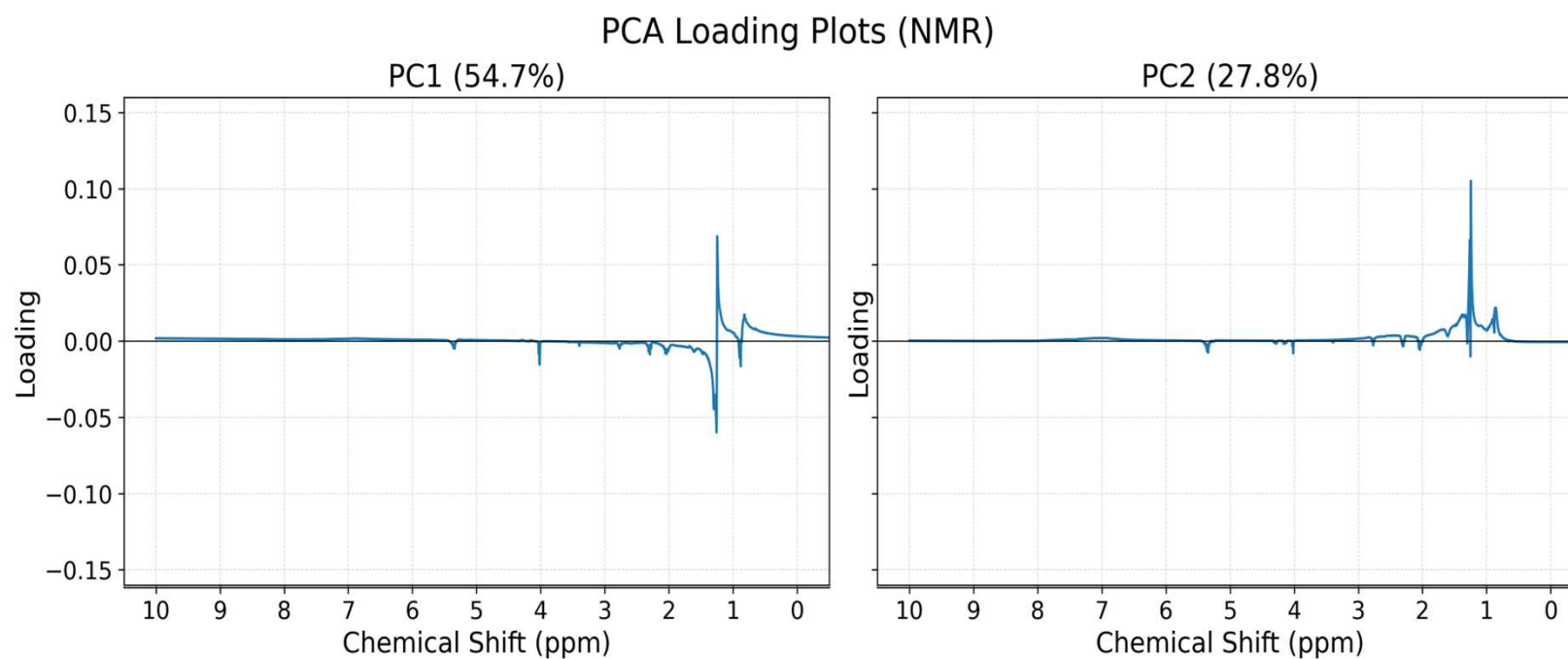
Data pretreatment study FTIR



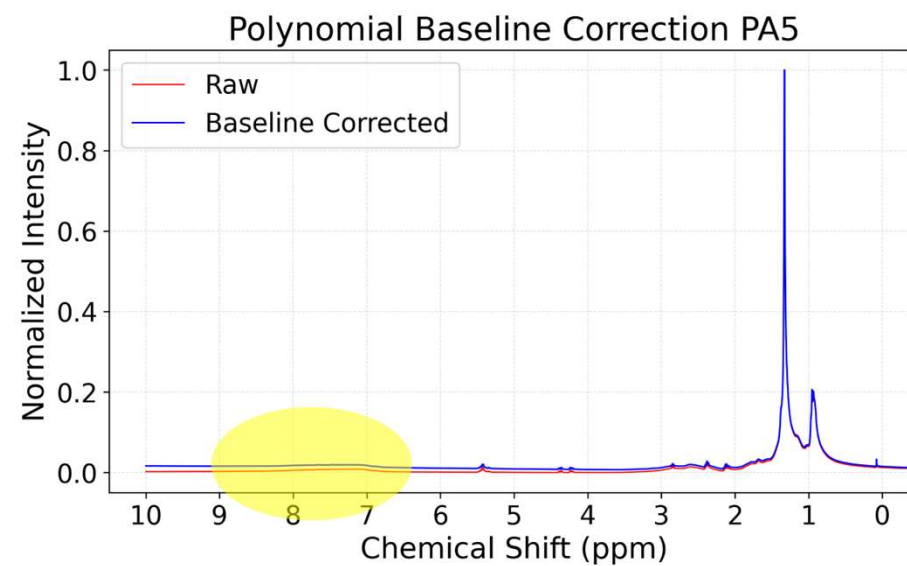
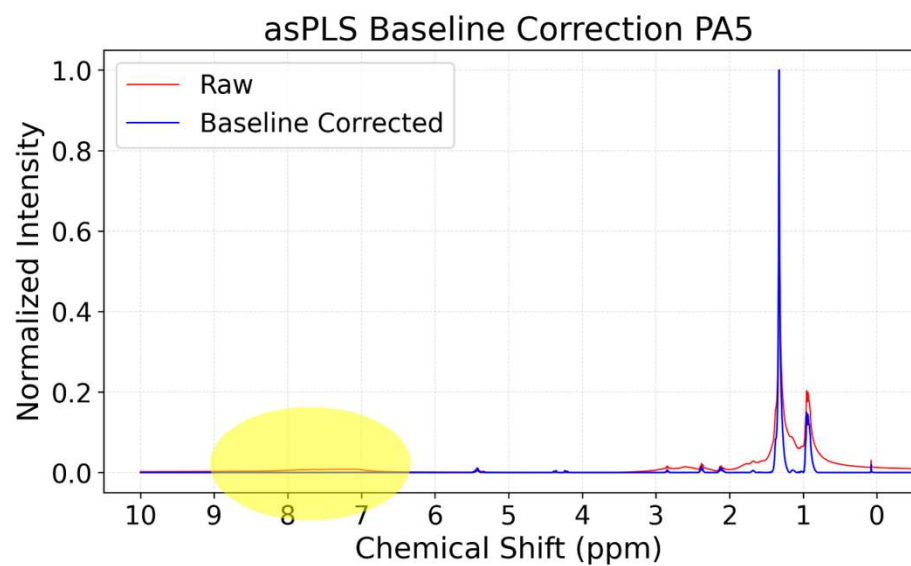
Results – NMR PCA polynomial



Results – NMR PCA polynomial



Data pretreatment study NMR



Why ATR-FTIR?

- Quick
- Requires small sample sizes
- Can identify functional groups quantitatively
- Widely used in literature

Data pretreatment study NMR

- Sample PA5 was explored
- Tested different data pretreatment methods
 - AsLS, asPLS and polynomial baseline correction

→ Similar results for all methods