

KARAKTERIZACIJA S POLIMERI MODIFICIRANIH BITUMNOV Z REOLOŠKIMI PREISKAVAMI

CHARACTERIZATION OF POLYMER- MODIFIED BITUMENS WITH RHEOLOGICAL TESTS

mag. Mojca Ravnikar Turk, univ. dipl. inž. grad.

mojca.turk@zag.si

dr. Lidija Ržek, univ. dipl. inž. grad.

lidija.rzek@zag.si

dr. Marjan Tušar, univ. dipl. kem.

marjan.tusar@zag.si

ZAG, Dimičeva 12, Ljubljana

Znanstveni članek

UDK 656.11:665.775(497.4)

Povzetek | Cestne povezave morajo biti odporne proti podnebnim in prometnim obremenitvam, intervali vzdrževanja asfaltnih vozišč pa čim daljši. Zato naftna industrija razvija vedno bolj odporne bitumne za cestogradnjo, hkrati pa se uveljavljajo nove preiskave, s katerimi lahko obnašanje bitumnom celovito ovrednotimo.

Za karakterizacijo s polimeri modificiranih bitumnov (PmB) osnovne preiskave trdote in zmehčišča, ki se že dolga leta uporabljajo, ne zadoščajo. Zato se določajo tudi reološke karakteristike. Za karakterizacijo se uporablja dinamični strižni reometer, s katerim v kontroliranih pogojih napetosti in deformacij na majhnih vzorcih bitumna določamo viskoelastične in plastične lastnosti vzorcev bitumna.

V prispevku so prikazani rezultati osnovnih in reoloških preiskav s polimeri modificiranih bitumnov različnih trdnostnih razredov, ki se uporabljajo v slovenskem prostoru.

Ključne besede: s polimeri modificiran bitumen, reologija, DSR, MSCRT

Summary | Roads and road asphalt pavements must be resistant to climatic and traffic loads, and maintenance intervals must be as long as possible. Therefore, the oil industry is developing increasingly resistant bitumens for road construction, and at the same time new investigations are being introduced with which we can comprehensively evaluate the behaviour of bitumen.

For the characterization of polymer-modified bitumens (PmB), simple investigations, such as softening point and bitumen penetration, which have been used for many years, are not sufficient. For this reason, rheological characteristics should also be determined. A dynamic shear rheometer device is used for bitumen characterization. Viscoelastic and plastic properties of the bitumens are determined on small samples under controlled conditions of stress and deformation.

The paper presents the results of traditional as well as rheological tests of polymer-modified bitumens of different strength classes.

Key words: polymer-modified bitumen, rheology, DSR, MSCRT

1 • UVOD

Asfaltna zmesi so sestavljene iz kamnitega agregata, veziva in polnil. Med seboj se razlikujejo po skeletni strukturi – zrnavostni krivulji kamenega agregata, ki vpliva na delež votlin in zgoščanje. Za polnilo se uporablja kamena moka, ki se pridobiva v kamnolomih in tudi na samih asfaltnih obratih pri odpraševanju. Za vezivo se uporablja bitumen, ki je pridobljen iz nafte, lahko pa je tudi sintetičen za posebne namene uporabe. Čeprav je delež bitumna v večini asfaltnih zmesi majhen, pa ima pomembno vlogo pri zagotavljanju trajnosti in obnašanju asfalta. Za razliko od kamenih agregatov se materialne karakteristike bitumnov pod vplivom UV-žarkov, temperature ter dinamičnih obremenitev spreminjajo.

V bitumne se dodajajo različne snovi za izboljšanje njihovih lastnosti. Najbolj pogosto je dodajanje polimerov, uporabljajo pa se tudi dodatki za boljše zgoščanje, dodatki za vgrajevanje pri nižjih temperaturah (na primer Sasobit) ali guma (v trdi obliki ali že vmešana v bitumen). Zahteve za bitumne so regulirane v evropskih standardih. Definirani so različni razredi oziroma karakteristike za posamezni razred bitumna. Veljavni evropski standardi obravnavajo bitumne glede na posamezen način njihove obdelave (običajni cestogradbeni bitumni, oksidirani bitumni, s polimeri modificirani bitumni (PmB) za cestogradnjo). V standardih so za posamezne razrede pred-

pisane fizikalne lastnosti bitumna. Evropski standard za običajne cestogradbene bitumne (SIST, 2009), le-te razvršča v tipe na podlagi fizikalnih lastnosti (predvsem vrednost penetracije (SIST, 2015a) pri 25 °C in zmečičišča (SIST, 2015b)), ki so definirane za posamezni razred.

Evropski standard (SIST, 2010) prav tako razvršča s polimeri modificirane bitumne v posamezne tipe, vendar je nabor lastnosti večji (poleg penetracije in zmečičišča tudi energija pri raztezanju in druge lastnosti). Veljavni evropski standard za PmB, ki je bil izdan leta 2010, reoloških lastnosti še ne zajema, vendar pa se reološke preiskave že več let v nekaterih državah izvajajo z namenom, da se pridobijo izkušnje, na podlagi katerih bo možno določiti kriterije za ustreznost bitumna. Od leta 2020 je v fazi pridobivanja soglasij na nacionalnih nivojih (v Sloveniji Slovenski Inštitut za standardizacijo) nova verzija evropskega standarda za PmB, ki zajema tudi podajanje reoloških karakteristik (SIST, 2020).

Leta 2013 je nemško zvezno ministrstvo za promet in digitalno infrastrukturo razširilo obseg preiskav vhodnih običajnih in s polimeri modificiranih cestogradbenih bitumnov z reološkimi preiskavami, ki sicer še vedno niso zahtevane v evropskem standardu za PmB (SIST, 2020), vendar so predvidene v novi izdaji. Nemčija na nacionalnem nivoju že

nekaj let zbira rezultate fizikalnih in reoloških preiskav, ki bodo služili za karakterizacijo s polimeri modificiranih bitumnov. Tako bo možno optimizirati in ciljno izbirati bitumne glede na namen uporabe oziroma podnebne razmere. Rezultati njihovih preiskav v letih 2013 in 2014 so podani v literaturi (Radenberg, 2016). V letu 2013 so vpeljali naslednje preiskave:

- določanje odpornosti proti otrdevanju pod vplivom toplote in zraka – 1. del: metoda RTFOT po EN 12607-1 (SIST, 2014) pri 163 °C (penetracija pri 25 °C in zmečičišče),
- RTFOT + pospešeno staranje v tlačni posodi (PAV) EN 12607-1 + EN 14769 (SIST, 2012a) (penetracija pri 25 °C in zmečičišče),
- reološke lastnosti z uporabo dinamičnega strižnega reometra (DSR (SISTe, 2012) in MSCRT (SIST, 2016)) ter
- ugotavljanje upogibne togosti – reometer z nosilcem, obremenjenim na upogib (BBR) (SIST, 2012c).

V Sloveniji se s polimeri modificirani bitumni uporabljajo predvsem na avtocestah. Zaradi drugačne klime in tradicije se uporabljajo s polimeri modificirani bitumni drugačnih razredov kot v Nemčiji, uporablja se predvsem PmB 45/80-65. Smiselno je, da tudi v Sloveniji pričnemo opravljanje teh preiskav v večjem obsegu in vzpostavimo bazo podatkov o bitumnih, ki se uporabljajo v našem prostoru. V zadnjih letih so tudi slovenski strokovnjaki (predstavniki naročnikov in izvajalcev asfaltnih del) začeli zbirati in vrednotiti rezultate zgoraj naštetih preiskav.

2 • STARANJE BITUMNOV

Običajno je bitumen, stranski proizvod pri predelavi surove nafte, sestavljen iz več kot 1000 spojin, pretežno ogljikovodikov. Sestava se razlikuje zaradi različnih virov nafte in načinov predelave. Na asfaltna baze se dostavi 'vhodni' bitumen, imenovan tudi 'originalni', 'osnovni' ali 'nestarani'. Staranje bitumna se prične takoj po njegovi proizvodnji, pomembno pa se bitumni postarajo med proizvodnjo asfaltnih zmesi zaradi visokih temperatur, ki jih ima posušeni kameni agregat, v katerega se vmeša bitumen, oziroma pri mešanju, transportu in vgradnji asfaltnih zmesi. Za simulacijo tega staranja, ki mu pravimo 'kratkotrajno staranje', je bila razvita laboratorijska metoda, imenovana RTFOT. Staranje bitumna se nadaljuje po vgradnji v asfaltno plast zaradi izpostavljenosti temperaturi

zraka, UV-sevanju, oksidaciji, izhlapevanju, izcejanju olj ... Za simulacijo tega staranja, ki mu pravimo 'dolgotrajno staranje', je bila razvita laboratorijska metoda, imenovana PAV. Če želimo simulirati staranje bitumna, vgrajenega več let v asfaltno plast, moramo izvesti oba laboratorijska postopka staranja (RTFOT+PAV).

Kratkotrajno se postarajo bitumni v vseh vgrajenih asfaltnih zmesih, dolgotrajno pa se postarajo predvsem bitumni, vgrajeni v zgornje obrabne plasti, ki so izpostavljene UV-sevanju in višjim temperaturam. Zato je življenjska doba asfaltov, vgrajenih v predore, daljša kot življenjska doba enakih asfaltov, vgrajenih na prisojnih legah. Zaradi staranja se spremenijo kemijske lastnosti, zato bitumen postane bolj trd in krhek, poveča

se viskoznost, poslabšata pa se adhezija in kohezija, kar vodi do površinskega izletavanja agregatnih zrn in nastanka razpok. Zaradi spreminjanja kemijske sestave se obnašanje postaranega bitumna razlikuje od obnašanja vhodnega bitumna. Ker pa je kemijska sestava nestaranih bitumnov raznolika in se razlikuje glede na vir nafte, se preverjajo fizikalne in reološke lastnosti bitumnov in ne njihove kemijske sestave.

Tik pred vgradnjo asfaltnih plasti ali kmalu po vgradnji se običajno odvzame vzorec asfalta za preiskave proizvedene zmesi ter za preiskave vgrajenih bitumnov. Bitumni se iz asfaltnih zmesi izločijo s pomočjo topila, nato pa se z destilacijo izločijo iz topila. Taki bitumni se imenujejo 'ponovno pridobljeni' oziroma 'ekstrahirani' bitumni. Karakteristike ekstrahiranih bitumnov bi morale biti podobne karakteristikam vhodnih bitumnov po kratkotrajnem staranju (RTFOT).

3 • REOLOŠKE PREISKAVE BITUMNOV

Beseda reologija je skovana iz grške besede 'rheo' (tok) in 'logia' (študija). Je interdisciplinarna veda, ki se ukvarja s proučevanjem vedenja o toku snovi v vseh agregatnih stanjih, predvsem v stanju med tekočim in med trdim stanjem, oziroma v pogojih in pri obremenitvah, ko se snovi odzovejo s plastičnim tečenjem in se ne obnašajo le elastično (http, 2019). Zato deformacije teh realnih snovi opisujemo z dvema komponentama deformacijskega modula (viskozni in elastični) v različnih deležih. Med viskoelastične snovi spadajo med, kri, medvretenčni diski v človeški hrbtnici in tudi bitumen.

Da lahko enolično določamo deformacijske module, se mora snov v celotnem območju reoloških meritev obnašati linearno. V območju linearnega viskoelastičnega odziva ostane struktura vzorca nespremenjena, merjene lastnosti pa so neodvisne od velikosti strižne deformacije. Tako lahko opredelimo viskozni in elastični doprinos k viskoelastičnemu odzivu. Ker se bitumni z višanjem temperature mehčajo in postajajo bolj tekoči (manj viskozni), moramo pri reoloških preiskavah bitumnov temu prilagajati velikost deformacij. Deformacije vzorcev bitumna morajo biti pri nižjih temperaturah manjše, pri višjih temperaturah pa so lahko večje, da ostane vzorec še vedno v območju linearnega viskoelastičnega odziva. Za bitumne sta v Evropi standardizirani dve preiskavi, ki se izvajata na dinamičnem strižnem reometru (angl. Dynamic Shear Rheometer). Pri dinamičnih strižnih preiskavah, t. i. DSR, se izvajajo oscilatorni testi pri različnih temperaturah, rezultata sta 'kompleksni strižni modul' in 'fazni kot' ('fazni zamik'), ki sta odvisna od temperature. Pri drugi standardizirani preiskavi, t. i. MSCRT (SIST, 2016), se izvajajo ciklični obremenitvi in razbremenitvi pri isti temperaturi (60 °C), rezultata sta 'neobnovljiva voljnost' in elastični 'povratek'.

3.1 Oscilatorni test (DSR)

Celoten odpor snovi na deformacijo merimo s kompleksnim strižnim modulom G^* in s faznim zamikom δ . Vrednost G^* izračunamo kot razmerje med strižno napetostjo τ_a in strižno deformacijo, γ_a .

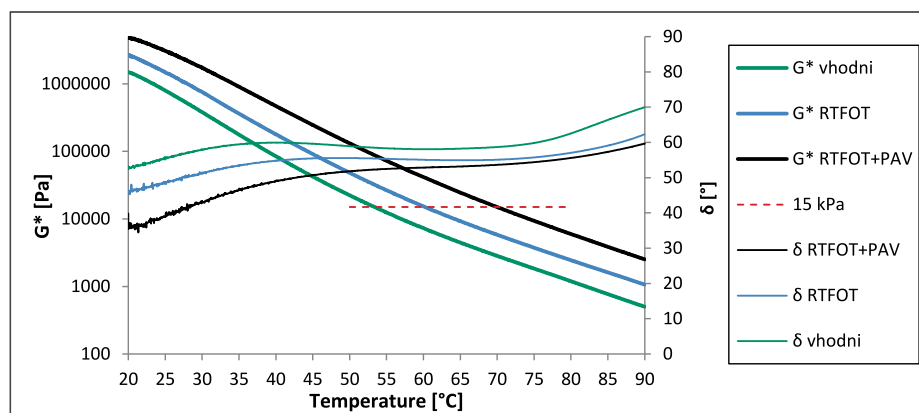
$$|G^*| = \frac{\tau_a}{\gamma_a} \quad (1)$$

Na slikah 1 in 2 so prikazani rezultati preiskave za vhodni, kratkotrajno starani (RTFOT) in dolgotrajno starani (RTFOT+PAV) s polimeri

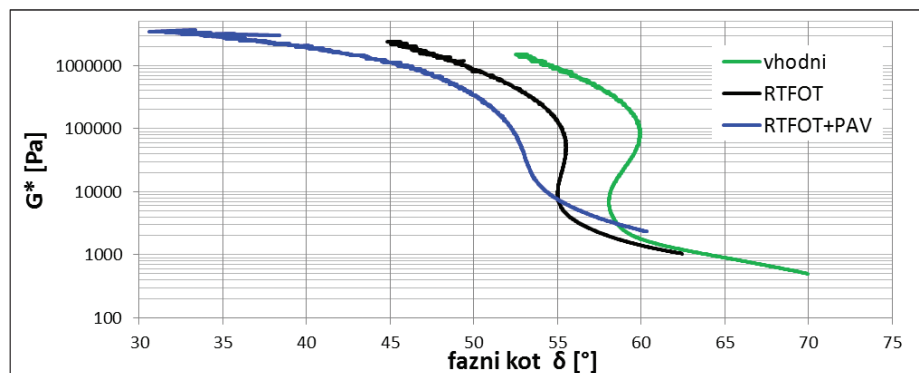
modificirani bitumen penetracije 45 do 80 (0,1 mm) in z zmehčiščem višjim od 65 °C z oznako PmB 45/80-65.

Preiskavo opisujejo evropski harmonizirani standard (SIST, 2012b) in druge specifikacije. V laboratoriju ZAG smo ugotovili, da dobimo največ podatkov, če jo izvajamo z zveznim potekom spreminjanja temperature. V Nemčiji so v tehničnih specifikacijah (FGSV) bolj po-

500 Pa ter stalnem oscilacijskem striženju s frekvenco 10 rad/s. Po preiskavi analiziramo rezultate ter odčitamo temperaturo in fazni kot, ko kompleksni strižni modul G^* doseže vrednost 15 kPa. Dobljena temperatura je pokazatelj zmehčanja, medtem ko je fazni kot dodatni pokazatelj viskoelastičnosti bitumna. Končna rezultata sta temperatura $T_{G^*=15kPa}$ ter fazni kot pri tej temperaturi $\delta_{G^*=15kPa}$. Pričakovana ponovljivost te preiskave je 1 °C, pričakovana obnovljivost pa 4 °C za polimerno modificirane bitumne. S preiskavo DSR določamo reološke karakteristike bitumna pri relativno



Slika 1 • Primer rezultatov oscilatornega testa (T-sweep) za PmB 45/80-65.



Slika 2 • Primer podajanja rezultatov oscilatornega testa (T-sweep) za PmB 45/80-65.

drobno opisali potek preiskave v dokumentu BTSV (Bitumen-Typisierung-Schnell-Verfahren), imenovanem 'Temperature sweep' oziroma 'T-sweep' (FGSV, 2017). Glavna razlika v postopku med EN-standardom in BTSV-specifikacijo je v spreminjanju temperature – po SIST EN 14770:2012 standardu se preiskava izvaja le pri posameznih temperaturah, po postopku T-sweep pa jo izvajamo s stalnim in enakomernim spreminjanjem temperature, kar daje boljši pogled na spreminjanje G^* in δ v odvisnosti od temperature. Po metodi T-sweep segrevamo bitumen v reometru s hitrostjo 1,2 °C na minuto pri stalni strižni napetosti

visokih temperaturah, saj $T_{G^*=15kPa}$ običajno znaša več kot 50 °C za nestarane s polimeri modificirane bitumne.

3.2 Ponavljajoči obremenilni in razbremenilni preskus lezenja (MSCRT)

Multiple-Stress Creep-Recovery test (MSCRT) so razvili strokovnjaki v ZDA za ugotavljanje potenciala za nastanek kolesnic v asfaltnih zmesih, vendar se uporablja tudi za oceno elastičnosti bitumnov. Preiskava se skladno s SIST EN 16559 (SIST, 2016) izvaja pri temperaturi 60 °C pri dveh strižnih napetostih, in sicer najprej pri 0,1 kPa in nato pri 3,2 kPa.

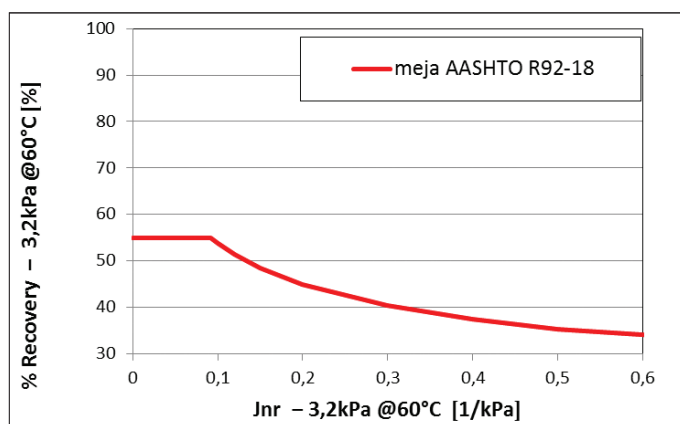
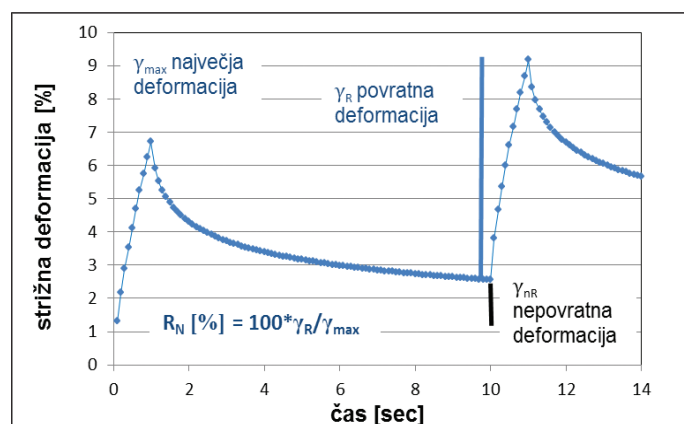
Preiskava MSCRT omogoča, da bitumen pri različnih navpičnih obremenitvah strižno obremenimo in merimo elastični povratek vzorca ter delež nepovratne deformacije. Na sliki 3a je prikazan en cikel preiskave.

Iz diagrama obremenjevanja in lezenja izvednotimo pri vsakem ciklu dva parametra, in sicer delež povratka (percentage of recovery), ki ga označimo s %R (%), in neobnovljivo voljnost (non-recoverable creep compliance) J_{nr} (kPa^{-1}), ki opredeli elastično deformabilnost materiala v odvisnosti od strižne sile. Rezultat preiskave je povprečje desetih ciklov pri

(MSCRT Test) (AASHTOb, 2018) so postavljene zahteve za kratkotrajno starane bitumne (po postopku RTFOT) za vrednost J_{nr} pri 3,2 kPa strižne napetosti ($J_{nr,3,2\text{kPa}}$). Preiskava naj bi potekala pri temperaturi, ki jo pričakujemo v asfaltni plasti (v večdnevem obdobju) ne glede na prometno obremenitev. Predlagano je vrednotenje ustreznosti bitumna glede na mejno krivuljo (2) za območje med J_{nr} od 0,1 kPa^{-1} do 2,0 kPa^{-1} . Za vrednosti J_{nr} , manjše od 0,1 kPa^{-1} , se upošteva zahteva $\%R_{\min}$ je 55 %. Če je J_{nr} večji od 2,0 kPa^{-1} , se upošteva $\%R = 0\%$. Diagram je prikazan na sliki 3b.

kolesnic. Obnašanje bitumnov pri MSCRT je drugačno kot pri preiskavi DSR. Parametra G^* in δ določamo pri oscilatorni strižni obremenitvi in razmeroma majhni strižni deformaciji. Parameter $G^*/\sin \delta$ zato ne opisuje odpornosti proti tvorjenju kolesnic pri velikih deformacijah. Pri majhnih deformacijah je učinek polimerov v bitumnih relativno majhen. Glavna prednost PmB je, da se lahko tudi po velikih deformacijah delno vrne v prvotno lego.

Da bi dobili realistične rezultate, moramo MSCRT-test izvajati pri najvišji realni večdnevni



Slika 3 • (a) Obremenilni in razbremenilni cikel pri MSCRT ter (b) diagram AASHTO R92-18.

posamezni strižni napetosti (običajno pri 3,2 kPa). Zaželeno je, da je delež povratka čim večji – za vhodne (nestarane) bitumne PmB se pričakuje delež povratka, večji od 80 %, velikost neobnovljive voljnosti pa naj bi bila čim manjša – manjša od 0,5 kPa^{-1} pri tlaku 3,2 kPa. Ker bitumen po kratkotrajnem staranju otdri, je velikost J_{nr} za starane bitumne po pričakovanju manjša kot pri vhodnem bitumnu. Zahtev za parametre MSCRT v evropskih in slovenskih standardih še ni.

V ameriškem standardu AASHTO R 92-18 (Evaluating the Elastic Behavior of Asphalt Binders Using the Multiple Stress Creep Recovery

$\%R(3,2)_{\min} = 29,371(J_{nr,3,2})^{-0,2633}$ (2) Glede na ameriške specifikacije AASHTO M 332-18 (AASHTOa, 2018) mora biti vrednost neobnovljive voljnosti $J_{nr,3,2\text{kPa}}$ za ekstremno težko prometno obremenitev manjša od 0,5 kPa^{-1} pri najvišji temperaturi, ki jo pričakujemo v asfaltni plasti (zgornja temperatura PG-grade). Številne terenske in laboratorijske raziskave so potrdile, da parametra J_{nr} in $\%R$, predvsem za PmB, bolje korelirata s potencialom tvorjenja kolesnic kot parameter $G^*/\sin \delta$, dobljen iz preiskave DSR, ki je bil prvotno predlagan v literaturi za oceno nastanka

temperaturi asfalta. Evropski standard SIST EN 16559:2016 zahteva, da se preiskava opravlja pri temperaturi 60 °C.

Pri MSCRT obremenjujemo PmB z večjimi strižnimi napetostmi in posledično z večjimi deformacijami, ki dobro simulirajo pogoje, ki jim je bitumen v asfaltu izpostavljen v času uporabe pri prometni obtežbi. Kadar obremenimo bitumen z velikimi silami in deformacijami, se na podlagi obnašanja bitumna pokaže vpliv izboljšane togosti zaradi vezi polimerov in tudi izboljšanje elastičnosti v primerjavi z običajnimi cestogradbenimi bitumni, ki polimerov nimajo.

4 • REZULTATI PREISKAV PmB 45/80-65

V Sloveniji se na prometno močno obremenjenih cestah (avtocestah) uporabljajo s polimeri modificirani bitumni z oznako PmB 45/80-65. Zato smo v laboratoriju ZAG Ljubljana z enako opremo in pod enakimi pogoji preiskovali te bitumne v letih 2018–2020. Vsi preiskovani vhodni bitumni so glede na izjave o lastnostih (DoP) in deklaracije ustrezali bitumnu PmB 45/80-65, proizvedeni so bili v različnih rafi-

nerijah, zato njihova kemična sestava in tudi dodani polimeri niso bili enaki.

V preglednici 1 so prikazani rezultati preiskav na originalnem (nestaranem) PmB. S preiskavami temperature zmečičišča T_{PK} , penetracijo Pen in temperaturo pretrgališča po Fraassu T_{Fraass} (SIST, 2015c) določamo fizikalne lastnosti bitumnov. S preiskavo penetracije

določimo trdoto bitumna, ki je izražena kot globina, ki jo doseže standardizirana igla pri navpični penetraciji pod težo 100 g in pri temperaturi bitumna $T = 25^\circ\text{C}$. Rezultat meritve penetracije uvršča običajne bitumne v različne razrede. Zmečičišče je določeno kot temperatura, pri kateri kroglica spolzi skozi prstan, napolnjen z bitumnom (prstan-kroglica PK). Rezultat meritve penetracije in T_{PK} uvršča PmB v različne razrede. Pretrgališče po Fraassu opisuje krhko obnašanje bitumna v nizkotemperaturnem območju (pod lediščem).

Plast bitumna nanese na kovinsko ploščico in jo izpostavimo izmeničnemu upogibanju in relaksiranju pri stalnem ohlajevanju. Pretrgališče je temperatura, pri kateri plast bitumna poči. Na rezultate te preiskave imata precejšen vpliv priprava vzorca in delovanje naprave.

V preglednicah 1, 2 in 3 so prikazani rezultati osnovnih in reoloških preiskav DSR (T-sweep) za pet originalnih, kratkotrajno in dolgotrajno starih bitumnov PmB 45/80-65. Preiskave so bile opravljene v letu 2019.

je penetracija PmB med 30 in 40 (0,1 mm), T_{PK} mora biti za naše podnebne razmere nad 70 °C, T_{Fraass} je zaželeno čim nižja. Temperatura, pri kateri je $G^*=15$ kPa, je običajno med 50 °C in 60 °C. PmB 45/80-65 lahko dosegajo povratek pri 60 °C tudi nad 90 %, pri čemer je neobnovljiva voljnost manjša od 0,100 kPa⁻¹.

Rezultati preiskav po RTFOT+PAV-staranju nakazujejo trend staranja v vgrajenem asfaltu. Običajno je penetracija PmB med 20 in 30

Rezultati reoloških preiskav so prikazani grafično za vzorca 3 in 4. Na slikah 4 in 5 je prikazana vrednost G^* in δ v odvisnosti od temperature za vhodne bitumne, po laboratorijskem kratkotrajnem staranju (_RTFOT) in po laboratorijskem dolgotrajnem staranju (_RTFOT+PAV). Preiskali smo tudi bitumen, ekstrahiran iz asfaltne zmesi (označeno s '_ekstr'), v kateri je bil bitumen števila 3 in številka 4. Rezultati bi morali biti podobni kot po kratkotrajnem staranju (RTFOT).

S slik 4 in 5 lahko ugotovimo:

- Kompleksni strižni modul G^* je pri vzorcu št. 3 nižji kot pri vzorcu št. 4, kar pomeni, da je bitumen št. 3 je nekoliko mehkejši.
- Laboratorijsko staranje (kratkotrajno in dolgotrajno) je povečalo trdoto bitumna št. 3 in št. 4, saj je vrednost G^* glede na vrednosti modula vhodnega bitumna v celotnem temperaturnem območju višja.
- Pri obeh vzorcih se po dolgotrajnem staranju fazni kot v celotnem temperaturnem območju zviša, vendar se pri vzorcu 3 zviša manj. Vzorec št. 3 bolj ohranja prvotne lastnosti po staranju – tako po dejanski vgradnji ('_ekstr') kakor tudi po laboratorijskem staranju ('_RTFOT').
- Pri vzorcu številka 4 je G^* _ekstr ekstrahirane bitumna nižji kot po RTFOT-staranju, kar pomeni, da je vzorec med procesom proizvodnje asfalta bolj otrdel. Če je pri proizvodnji temperatura mešanja visoka, bitumen bolj otrdi. Pri vzorcu številka 3 je ujemanje boljše, G^* _ekstr ekstrahirane bitumna je malo nižji kot G^* _RTFOT kratkotrajno starane bitumna.

Na sliki 6 je prikazana vrednost J_{nr} in %R tako za vhodne bitumne kot po laboratorijskem staranju (RTFOT, RTFOT+PAV) ter za bitumen, ekstrahiran iz asfaltne zmesi. Zaželeno je, da ima bitumen čim večji delež povratka %R in da je hkrati neobnovljiva voljnost J_{nr} čim manjša. Ugotovimo lahko, da ima bitumen številka 3 boljše elastične lastnosti kot bitumen št. 4, saj je %R večji od 85 %, J_{nr} pa manjši od 0,1 kPa⁻¹. Za vrednotenje možnosti nastanka kolesnic so pomembne vrednosti preiskav na kratkotrajno starih oziroma za ekstrahiranih bitumnih. Na podlagi preiskave MSCRT lahko ugotovimo, da ima vzorec 3 boljše lastnosti kot vzorec številka 4. Oba vzorca pa glede na zahteve AASHTO (AASHTOa, 2018) ustrezata ekstremno težki prometni obremenitvi pri temperaturi 60 °C.

Vzorec	Pen	T_{PK}	T_{Fraass}	G^* pri 15kPa (T_{15kPa})	δ pri $T_{G^*=15kPa}$ (δ_{15kPa})	%R pri 3,2 kPa	J_{nr} pri 3,2 kPa
Št.	(0,1 mm)	(°C)	(°C)	(°C)	(°)	(%)	(kPa ⁻¹)
1	53	83,4	-18	54,0	62,9	77,3	0,203
2	51	80,4	-18	54,4	64,2	75,6	0,252
3	59	81,6	-20	53,5	58,4	96,1	0,028
4	47	77,0	-18	54,8	62,3	59,5	0,350
5	59	78,4	-19	53,6	55,5	95,2	0,030

Preglednica 1 • Rezultati preiskav originalnih (vhodnih, nestaranih) bitumnov.

Preiskave na originalnem bitumnu so namenjene predvsem kontroli skladnosti dostavljenega bitumna z navedbami na izjavah o lastnostih.

Rezultati preiskav po RTFOT-staranju nakazujejo karakteristike vgrajenega bitumna. Običajno

(0,1 mm), T_{PK} pa se še poviša, saj bitumen otrdi. T_{Fraass} se zviša, kar ni zaželeno. Temperatura, pri kateri je $G^*=15$ kPa, je običajno med 60 °C in 70 °C, saj bitumen še dodatno otrdi, zato se zmanjšata tudi povratek pri 60 °C in neobnovljiva voljnost.

Vzorec	Pen	T_{PK}	T_{Fraass}	G^* pri 15kPa (T_{15kPa})	δ pri $T_{G^*=15kPa}$ (δ_{15kPa})	%R pri 3,2 kPa	J_{nr} pri 3,2 kPa
Št.	(0,1 mm)	(°C)	(°C)	(°C)	(°)	(%)	(kPa ⁻¹)
1	37	73,2	-12	58,6	61,6	60,5	0,198
2	37	74,0	-10	60,3	62,1	59,4	0,184
3	40	79,2	-14	59,9	55,1	90,6	0,033
4	34	74,8	-7	61,1	59,8	62,7	0,138
5	41	78,4	-12	57,6	54,4	92,0	0,034

Preglednica 2 • Rezultati preiskav kratkotrajno starih bitumnov (po RTFOT).

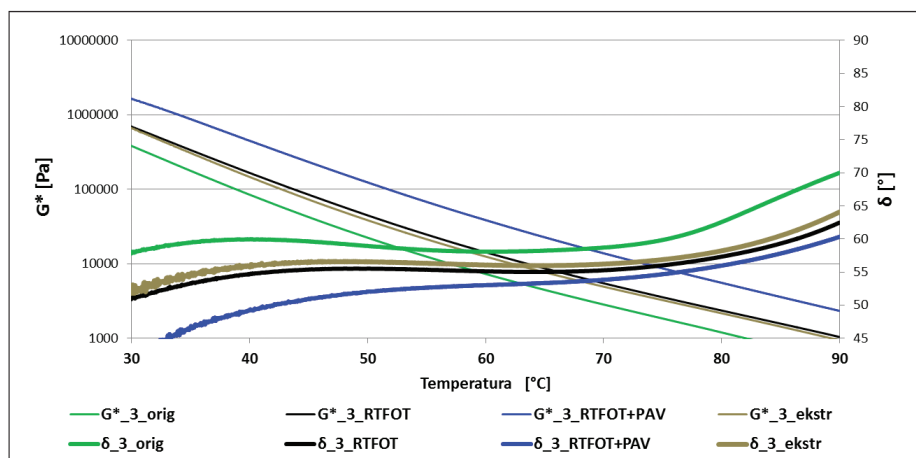
Vzorec	Pen	T_{PK}	T_{Fraass}	G^* pri 15kPa (T_{15kPa})	δ pri $T_{G^*=15kPa}$ (δ_{15kPa})	%R pri 3,2 kPa	J_{nr} pri 3,2 kPa
Št.	(0,1 mm)	(°C)	(°C)	(°C)	(°)	(%)	(kPa ⁻¹)
1	25	75,8	-8	58,6	61,6	73,1	0,046
2	23	74,8	-6	67,4	61,0	73,6	0,046
3	25	81,4	-9	69,6	53,7	88,2	0,015
4	20	80,6	-3	73,0	57,3	81,2	0,016
5	27	81,5	-9	67,1	53,0	89,3	0,018

Preglednica 3 • Rezultati preiskav dolgotrajno starih bitumnov (po RTFOT+PAV).

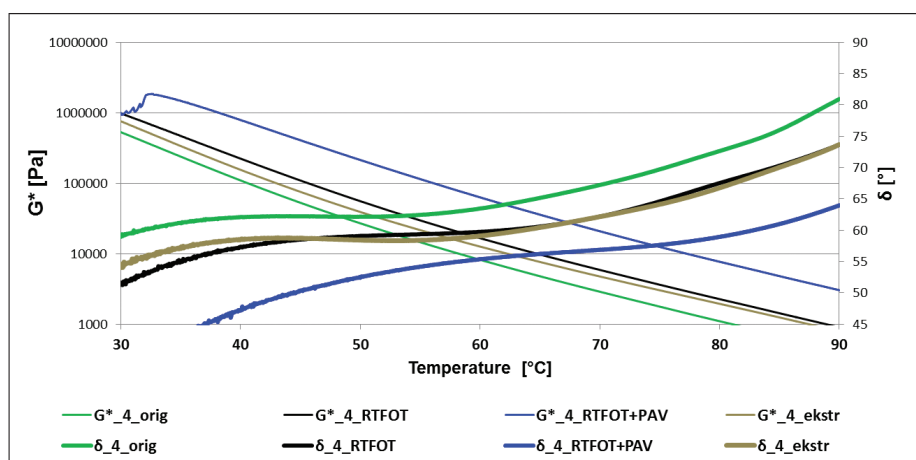
Poleg možnosti nastanka kolesnic lahko s preiskavo MSCRT na vhodnih bitumnih vrednotimo

stalnost oziroma nihanja v kakovosti dobavljenega bitumna istega proizvajalca. Izkušnje

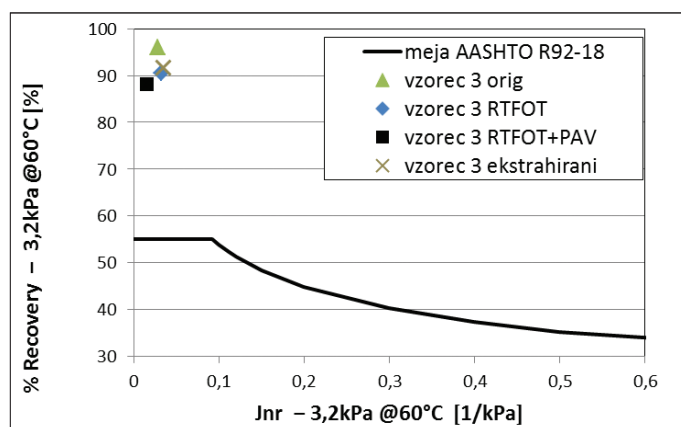
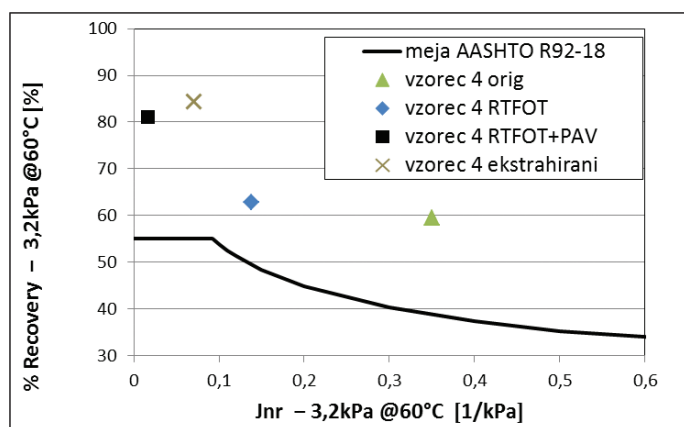
kažejo, da imajo vhodni bitumni istega proizvajalca podobne rezultate pri preiskavi MSCRT.



Slika 4 • Rezultati preiskave DSR za vzorec številka 3.



Slika 5 • Rezultati preiskave DSR za vzorec številka 4.



Slika 6 • Rezultati MSCRT pri 60 °C za PmB 45/80-65 vzorec 3 in vzorec 4.

5 • REZULTATI PRIMERJALNIH PREISKAV DSR PmB V NEMČIJI

V preglednici 4 so rezultati preiskave penetracije, izvedenih v Nemčiji v letih 2013 in 2014 (Radenberg, 2016). Ugotovimo lahko, da je standardna deviacija srednje vrednosti približno enaka za običajne in s polimeri modificirane cestogradbene bitumne.

V preglednici 5 so rezultati preiskave temperature zmečkšča (T_{PK}), izvedeni v Nemčiji v

letih 2013 in 2014. Ugotovimo lahko, da je standardna deviacija srednje vrednosti za s polimeri modificirane bitumen (PmB 25/55-55) večja kot za običajne cestogradbene bitumne (B50/70 in B70/100).

Na teh bitumnih so izvajali tudi preiskavo DSR s konstantnim spreminjanjem temperature (T-sweep). Po analizi rezultatov v letu 2013

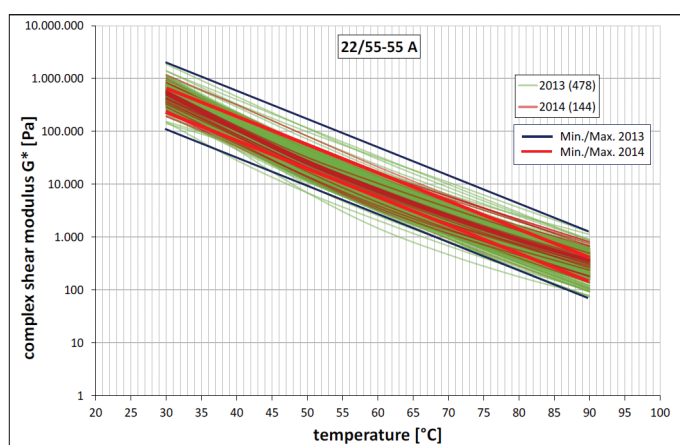
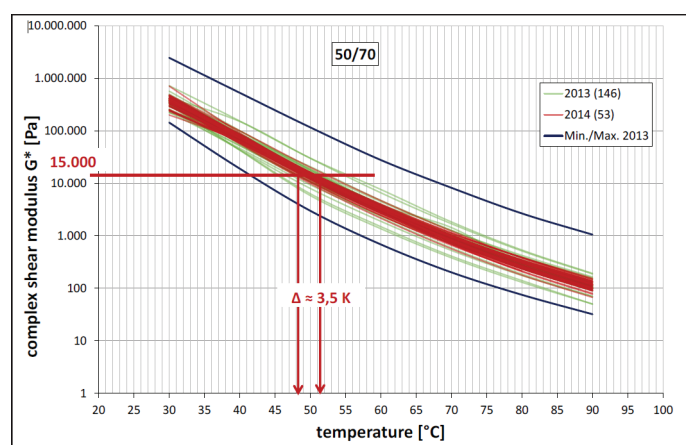
so ugotovili, da so odstopanja med dobljenimi vrednostmi precejšnja, zato so pripravili natančna navodila za izvedbo, tako so preiskovalci lahko izboljšali oziroma poenotili postopek preiskave DSR. V letu 2014 je bila izdana nemška tehnična specifikacija BTSV (T-sweep), kjer je izvedba preiskave opisana zelo natančno, kar je nujno za pridobivanje zanesljivih in konsistentnih rezultatov G^* in δ . Rezultati preiskave DSR (T-sweep) v letu 2014 so zato pokazali manjša odstopanja kot v letu 2013. V letu 2017 je bila pripravljena

razred	zahteva	srednja vrednost	standardna deviacija	najmanjša vrednost	največja vrednost	število vzorcev	leto
	(0,1 mm)	(0,1 mm)	(0,1 mm)	(0,1 mm)	(0,1 mm)		
B50/70	50-70	55,3	6,2	35,5	98,0	519	2013
B50/70	50-70	56,6	5,7	42,2	78,0	390	2014
B70/100	70-100	78,3	7,5	53,0	101,0	578	2013
B70/100	70-100	79,7	7,5	57,0	101,4	412	2014
PmB 25/55-55 A	25-55	43,2	5,3	26,0	66,0	629	2013
PmB 25/55-55 A	25-55	42,5	6,8	28,0	69,4	240	2014

Preglednica 4 • Rezultati preiskav penetracije vhodnih bitumnov.

razred	zahteva	srednja vrednost	standardna deviacija	najmanjša vrednost	največja vrednost	število vzorcev	leto
	(0,1 mm)	(0,1 mm)	(0,1 mm)	(0,1 mm)	(0,1 mm)		
B50/70	46-54	50,2	1,6	44,8	61,2	519	2013
B50/70	46-54	50,2	1,5	45,0	55,7	390	2014
B70/100	43-51	46,6	1,7	43,3	75,6	578	2013
B70/100	43-51	46,7	1,5	44,0	58,3	412	2014
PmB 25/55-55 A	≥ 55	59,3	3,4	49,0	86,0	629	2013
PmB 25/55-55 A	≥ 55	66,5	3,2	57,4	80,4	240	2014

Preglednica 5 • Rezultati preiskav zmečkšča vhodnih bitumnov.



Slika 7 • Rezultati preiskave DSR oziroma G^* v Nemčiji v letih 2013 in 2014: (a) B50/70, (b) PmB 22/55-55 (Radenberg, 2016).

nova izdaja te tehnične specifikacije (FGSV, 2017). Na sliki 7 so prikazani rezultati preiskave DSR (T-sweep) za običajni bitumen B50/70, ki se uporablja tudi v Sloveniji, ter za PmB 22/55-55, ki pa se v Sloveniji ne uporablja veliko.

Za običajne cestogradbene bitumne (npr. B50/70 in B70/100) vrednost zmečičišča

(T_{PK}) ustreza temperaturi pri vrednosti $G^* = 15 \text{ kPa}$. Rezultati obširnega testiranja na običajnem bitumnu B50/70 v letu 2014 so pokazali, da je bila razlika med najvišjo in najnižjo dobljeno temperaturo $3,5^\circ\text{C}$, kar je manj, kot je bila razlika med najvišjo in najnižjo dobljeno temperaturo ($10,7^\circ\text{C}$) pri preiskavi zmečičišča (T_{PK}) za bitumen B50/70. S pre-

iskavo DSR (T-sweep) je možno za običajne cestogradbene bitumne dobiti zelo zanesljiv podatek o vrednosti zmečičišča ob upoštevanju ($T_{PK} = T_{G^*=15 \text{ kPa}}$).

Rezultati preiskave DSR so pokazali, da so bili rezultati v letu 2014 bistveno bolj konsistentni tudi za PmB 22/55-55. Za PmB-bitumne zmečičišče T_{PK} ne korelira s $T_{G^*=15 \text{ kPa}}$.

6 • REZULTATI PREISKAV DSR PmB V SLOVENIJI

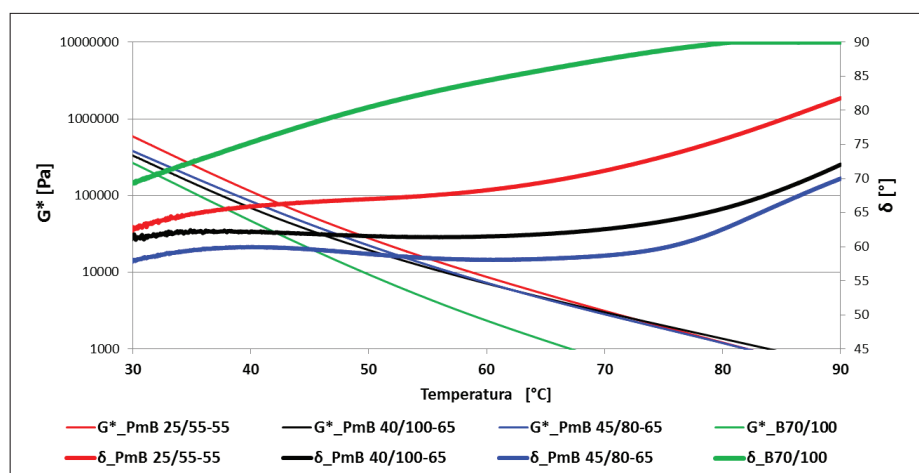
Na ZAG Ljubljana že več let izvajamo preiskavo DSR (T-sweep) skladno z nemško tehnično specifikacijo (FGSV, 2017). V spodnjem grafu so prikazani rezultati te preiskave (G^* in δ v temperaturnem območju 30°C do 90°C) na enem vhodnem cestogradbenem B70/100 bitumnu in na treh s polimeri modificiranih bitumnih različnih razredov, ki se uporabljajo v Sloveniji.

Iz rezultatov preiskave DSR štirih vhodnih bitumnov lahko ugotovimo:

- Vhodni B70/100 je pomembno mehkejši kot vsi navedeni PmB (G^* je manjši).
- Vhodni B70/100 je pomembno manj viskozen tako pri nižjih kot višjih temperaturah (fazni kot je velik).
- Vhodni PmB 45/80-65 izkazuje najboljše viskoelastične lastnosti (fazni kot je relativno majhen – v območju od 55° do 70°).

- Med vhodnim PmB 45/80-65 in PmB 40/100-65 ni pomembne razlike v togosti v tem temperaturnem razponu.

- Med vhodnim PmB 45/80-65 in PmB 25/55-55 so razlike v togosti pri temperaturah do 70°C .



Slika 8 • Rezultati preiskave DSR (T-sweep) štirih različnih vhodnih bitumnov.

7 • SKLEP

Opravljenе raziskave so pokazale, da je možno z reološkimi preiskavami pridobiti zanesljive in natančne podatke za običajne cestogradbene bitumne, in sicer o trdoti bitumna, zmečičišču ter najvišji priporočljivi temperaturi uporabe na cestah.

Predvsem za s polimeri modificirane bitumne pa so reološke preiskave bistveno celovitejši pokazatelj lastnosti bitumnov v primerjavi s fizikalnimi preiskavami, ki so sedaj v veljavi. S preiskavama DSR (T-sweep) in MSCRT dobimo podatke o trdoti bitumna, najvišji priporočljivi temperaturi uporabe ter tudi elasto-

plastičnih lastnostih vzdolž temperaturnega spektra. Zato so dobile reološke preiskave DSR in MSCRT tudi mesto v predlogu novega evropskega standarda za s polimeri modificirane bitumne.

Za običajne cestogradbene bitumne s preiskavo DSR (T-sweep) dobimo zanesljiv podatek o vrednosti zmečičišča ob upoštevanju relacije $T_{PK} = T_{G^*=15 \text{ kPa}}$. Novi evropski standard za okvirne zahteve s polimeri modificiranih bitumnov (EN 14023) uvaža podajanje lastnosti pri 15 kPa, vendar za PmB-bitumne zmečičišče ne korelira s $T_{G^*=15 \text{ kPa}}$.

Slaba stran reoloških preiskav je, da so zahtevnejše glede opreme in analize rezultatov ter da ne obstaja baza podatkov o reoloških lastnostih vhodnih, laboratorijsko starih in naravno starih oziroma v ceste vgrajenih bitumnov.

Z vzpostavitvijo baze podatkov za vhodne, starane in ekstrahirane bitumne različnih proizvajalcev bitumnov, z analizami obnašanja asfaltnih zmesi (laboratorijske preiskave utrujanja, nizkih temperatur) ter z monitoringom dejanskega obnašanja na cestah po vgradnji pa bo v daljšem časovnem obdobju možno optimizirati izbiro bitumnov za uporabo v različnih podnebnih razmerah v Sloveniji in posledično optimizirati stroške cestogradnje.

8 • LITERATURA

AASHTOa, AASHTO M 332-18 Standard Specification for Performance-Graded Asphalt Binder Using Multiple Stress Creep Recovery (MSCR) Test, The American Association of State Highway and Transportation Officials, 2018.

AASHTO, AASHTO R 92-18. Evaluating the Elastic Behavior of Asphalt Binders Using the Multiple Stress Creep Recovery (MSCR) Test, The American Association of State Highway and Transportation Officials, 2018.

FGSV, Forschungsgesellschaft für Straßen- und Verkehrswesen, AL DSR – Prüfung (BTSV – Bitumen-Typisierung-Schnell-Verfahren), Köln, 2017.
<https://en.wikipedia.org/wiki/Rheology>, 2019.

Radenberg M., Gehrke M., Extended bitumen testing in Germany, 6th Eurasphalt & Eurobitume Congress, Prague, June 2016.

SIST, SIST EN 12591:2009, Bitumen in bitumenska veziva – Specifikacije za cestogradbene bitumne, Slovenski inštitut za standardizacijo, Ljubljana, 2009.

SIST, SIST EN 14023:2010, Bitumen in bitumenska veziva - Okvirna specifikacija za bitumne, modificirane s polimeri, Slovenski inštitut za standardizacijo, Ljubljana, 2010.

SIST, SIST EN 14769:2012, Bitumen in bitumenska veziva - Pospešeno staranje v tlačni posodi (PAV), Slovenski inštitut za standardizacijo, Ljubljana, 2012a.

SIST, SIST EN 14770:2012, Bitumen in bitumenska veziva - Ugotavljanje kompleksnega strižnega modula in faznega kota (DSR), Slovenski inštitut za standardizacijo, Ljubljana, 2012b.

SIST, SIST EN 14771:2012, Bitumen in bitumenska veziva – Ugotavljanje upogibne togosti – Reometer z nosilcem, obremenjenim na upogib (BBR), Slovenski inštitut za standardizacijo, Ljubljana, 2012c.

SIST, SIST EN 12607-1:2014, Bitumen in bitumenska veziva - Določevanje odpornosti proti utrjevanju pod vplivom toplote in zraka, Slovenski inštitut za standardizacijo, Ljubljana, 2014.

SIST, SIST EN 1426:2015. Bitumen in bitumenska veziva - Določanje penetracije z iglo, Slovenski inštitut za standardizacijo, Ljubljana, 2015a.

SIST, SIST EN 1427:2015, Bitumen in bitumenska veziva - Določanje zmehčišča - Metoda prstana in kroglice, Slovenski inštitut za standardizacijo, Ljubljana, 2015b.

SIST, SIST EN 12593:2015, Bitumen in bitumenska veziva - Določanje pretrgališča po Fraassu, Slovenski inštitut za standardizacijo, Ljubljana, 2015c.

SIST, SIST EN 16659:2016, Bitumen in bitumenska veziva - Ponavljajoči obremenilni in razbremenilni preskus lezenja - MSCRT, Slovenski inštitut za standardizacijo, Ljubljana, 2016.

SIST, oSIST prEN 14023:2020, Bitumen in bitumenska veziva - Okvirna specifikacija za bitumne, modificirane s polimeri, Slovenski inštitut za standardizacijo, Ljubljana, 2020.

Wistuba, J. S. Michael P., Tipizacija bitumna z uporabo dinamičnega strižnega reometra, 16. Kolokvij: Asfalti, bitumni in vozišča, Bled, 2017.