

Univerza
v Ljubljani
Fakulteta
za gradbeništvo
in geodezijo



Jamova cesta 2
1000 Ljubljana, Slovenija
<http://www3.fgg.uni-lj.si/>

DRUGG – Digitalni repozitorij UL FGG
<http://drugg.fgg.uni-lj.si/>

V zbirki je izvirna različica doktorske disertacije.

Prosimo, da se pri navajanju sklicujete na bibliografske podatke, kot je navedeno:

University
of Ljubljana
Faculty of
*Civil and Geodetic
Engineering*



Jamova cesta 2
SI – 1000 Ljubljana, Slovenia
<http://www3.fgg.uni-lj.si/en/>

DRUGG – The Digital Repository
<http://drugg.fgg.uni-lj.si/>

This is an original PDF file of doctoral thesis.

When citing, please refer as follows:

Avsenik, L. 2016. Alternativni pomlajevalec kot dodatek za povečanje deleža recikliranega asfalta v asfaltni mešanici. = Alternative rejuvenator as an additive to increase the share of reclaimed asphalt in asphalt mixture. Doctoral dissertation. Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Fakulteta za gradbeništvo in geodezijo. (Mentor Tušar, M., somentorica Bokan-Bosiljkov, V.)

<http://drugg.fgg.uni-lj.si/6129/>



Kandidatka:

LIDIJA AVSENIK

**ALTERNATIVNI POMLAJEVALEC KOT DODATEK ZA
POVEČANJE DELEŽA RECIKLIRANEGA ASFALTA V
ASFALTNI MEŠANICI**

Doktorska disertacija štev: 41/GO

**ALTERNATIVE REJUVENATOR AS AN ADDITIVE TO
INCREASE THE SHARE OF RECLAIMED ASPHALT IN
ASPHALT MIXTURE**

Doctoral thesis No.: 41/GO

Komisija za doktorski študij je na 9. seji, 23. septembra 2014, po pooblastilu s 30. seje
Senata Univerze v Ljubljani z dne 20. januarja 2009, dala soglasje k temi doktorske
disertacije.

Za mentorja je bil imenovan doc. dr. Marjan Tušar, Kemijski inštitut in ZAG, za
somentorico izr. prof. dr. Violeta Bokan Bosiljkov.

Ljubljana, 27. oktober 2016



Komisijo za oceno ustreznosti teme doktorske disertacije v sestavi:

- izr. prof. dr. Violeta Bokan Bosiljkov,
- doc. dr. Marjan Tušar, Kemijski inštitut in ZAG,
- doc. dr. Marjana Novič, Kemijski inštitut in UL FKKT,
- prof. dr. Roko Žarnić,

je imenoval Senat Fakultete za gradbeništvo in geodezijo na 11. seji, 28. maja 2014.

Poročevalce za oceno doktorske disertacije v sestavi:

- dr. Lidija Slemenik Perše, znan. sod., Kemijski inštitut,
- prof. dr. Zvonko Jagličić,
- izr. prof. dr. Marijan Žura,
- dr. Marjana Novič, znan. svet., Kemijski inštitut,

je imenoval Senat Fakultete za gradbeništvo in geodezijo na 29. seji, 8. junija 2016.

Komisijo za zagovor doktorske disertacije v sestavi:

- prof. dr. Matjaž Mikoš, dekan UL FGG, predsednik,
- dr. Marjan Tušar, znan. sod., Kemijski inštitut in ZAG, mentor,
- prof. dr. Violeta Bokan Bosiljkov, somentorica,
- dr. Lidija Slemenik Perše, znan. sod., Kemijski inštitut,
- prof. dr. Zvonko Jagličić,
- izr. prof. dr. Marijan Žura,
- dr. Marjana Novič, znan. svet., Kemijski inštitut,

je imenoval Senat Fakultete za gradbeništvo in geodezijo na 31. seji, 21. septembra 2016.

STRAN ZA POPRAVKE

Stran z napako	Vrstica z napako	Namesto	Naj bo

IZJAVE

Spodaj podpisana študentka **Lidija Avsenik**, vpisna številka 26700135, avtorica pisnega zaključnega dela študija z naslovom **Alternativni pomlajevalec kot dodatek za povečanje deleža recikliranega asfalta v asfaltni mešanici**,

IZJAVLJAM

1. da je pisno zaključno delo študija rezultat mojega samostojnega dela;
2. da je tiskana oblika pisnega zaključnega dela študija istovetna elektronski obliki pisnega zaključnega dela študija;
3. da sem pridobil/-a vsa potrebna dovoljenja za uporabo podatkov in avtorskih del v pisnem zaključnem delu študija in jih v pisnem zaključnem delu študija jasno označil/-a;
4. da sem pri pripravi pisnega zaključnega dela študija ravnal/-a v skladu z etičnimi načeli in, kjer je to potrebno, za raziskavo pridobil/-a soglasje etične komisije;
5. soglašam, da se elektronska oblika pisnega zaključnega dela študija uporabi za preverjanje podobnosti vsebine z drugimi deli s programsko opremo za preverjanje podobnosti vsebine, ki je povezana s študijskim informacijskim sistemom članice;
6. da na UL neodplačno, neizključno, prostorsko in časovno neomejeno prenašam pravico shranitve avtorskega dela v elektronski obliki, pravico reproduciranja ter pravico dajanja pisnega zaključnega dela študija na voljo javnosti na svetovnem spletu preko Repozitorija UL;
7. da dovoljujem objavo svojih osebnih podatkov, ki so navedeni v pisnem zaključnem delu študija in tej izjavi, skupaj z objavo pisnega zaključnega dela študija.

V Ljubljani, 27. 10. 2016

Lidija Avsenik



BIBLIOGRAFSKO – DOKUMENTACIJSKA STRAN IN IZVLEČEK

UDK: **665.775:620.284:(043)**

Avtorica: **Lidija Avsenik**

Mentor: **znanstveni sodelavec dr. Marjan Tušar**

Somentorica: **prof. dr. Violeta Bokan-Bosiljkov**

Naslov: **Alternativni pomlajevalec kot dodatek za povečanje deleža recikliranega asfalta v asfaltni mešanici**

Tip dokumenta: **doktorska disertacija**

Obseg in oprema: **139 str., 40 pregl., 93 sl., 97 en.**

Ključne besede: **pomlajevalec, piroliza, recikliran asfalt, reologija, recikliranje, viskoelastične lastnosti, interkonverzija**

Izvleček

Doktorska disertacija obravnava možnost povečanja deleža recikliranega asfalta v asfaltnih mešanicah ob dodajanju alternativnega pomlajevalca. Bitumen, ki je najpomembnejša komponenta asfalta in narekuje njegovo obnašanje, se med uporabo asfalta postara, zato se njegove lastnosti spremenijo. Z uporabo posebnih dodatkov, t. i. pomlajevalcev, bitumnu povrnemo njegove osnovne lastnosti. Na ta način lahko povečamo delež recikliranega asfalta, ki ga dodamo asfaltni mešanici. Alternativni pomlajevalec je bil s postopkom pirolize odpadnih gum na novo razvit produkt. Doktorska disertacija je sestavljena iz treh sklopov. V prvem sklopu smo na kratko predstavili različne pirolitske produkte, ki so nastali s spremjanjem časa trajanja in temperature pirolize. Na podlagi njihovih lastnosti smo izbrali najprimernejši produkt za namen alternativnega pomlajevalca. V drugem sklopu smo preverjali vpliv pomlajevalca v različnih koncentracijah (3 %, 5 %, 10 % in 20 %) na viskoelastične lastnosti svežega in laboratorijsko staranega bitumna. S pomočjo standardnih mehanskih raziskav, reoloških raziskav in reološkega modeliranja smo dokazali, da alternativni pomlajevalec izboljša lastnosti staranega bitumna. Določili smo najprimernejšo koncentracijo bitumna, za uporabo v asfaltnih mešanicah z recikliranim asfaltom. V zadnjem sklopu smo s standardnimi raziskavami pokazali, da se ob dodatu pomlajevalca lastnosti asfaltnih mešanic z dodajanjem recikliranega asfalta izboljšujejo, prav tako pa lahko povečamo delež recikliranega asfalta. Ponovna uporaba recikliranega asfalta pomeni zmanjšanje odpadnega materiala in je zato pomembna za ohranjanje okolja ter trajnostni razvoj.

BIBLIOGRAPHIC – DOCUMENTALISTIC INFORMATION

UDC: **665.775:620.284:(043)**

Author: **Lidija Avsenik**

Supervisor: **Research associate Marjan Tušar, Ph.D.**

Co-supervisor: **Prof. Violeta Bokan-Bosiljkov, Ph.D.**

Title: **Alternative rejuvenator as an additive to increase the share of reclaimed asphalt in asphalt mixture**

Document type: **Ph. D. Thesis**

Notes: **139 p., 40 tab., 93 fig., 97 eq.**

Key words: **Rejuvenator, pyrolysis, reclaimed asphalt, rheology, recycling, viscoelastic properties, interconversion**

Abstract

Doctoral thesis considers the possibility of increasing the amount of reclaimed asphalt in the asphalt mixture when adding alternative rejuvenator. During road lifetime the bitumen, which is the most important component of asphalt and dictates its behavior, ages. Therefore, its properties change. With the use of special additives, the so-called rejuvenator, bitumen restores its basic properties. By using rejuvenator, we can increase the proportion of reclaimed asphalt added to the asphalt mixture. Alternative rejuvenator was gained by pyrolysis process from scrap tires. Doctoral thesis consists of three parts. In the first part, different pyrolysis products, generated by varying the time and temperature of the pyrolysis, are briefly presented. Based on their properties, we selected the most appropriate product as an alternative rejuvenator. In the second part the influence of rejuvenator in different concentrations (3 %, 5 %, 10 % and 20 %) to the viscoelastic properties of the non-aged and aged bitumen were examined. Results of the standard mechanical tests, rheological tests and models proved that the alternative rejuvenator revived aged bitumen. The optimal concentration of rejuvenator in the aged bitumen was determined. In the last section, the standard tests for asphalt mixtures have shown that the properties of asphalt mixtures with the addition of reclaimed asphalt and rejuvenator were improved. The addition of rejuvenator increased the proportion of reclaimed asphalt. Reuse of reclaimed asphalt leads to a reduction of waste material and consequently the environment.

ZAHVALA

Zahvaljujem se vsem, ki so mi pomagali pri delu in tako omogočili nastanek te doktorske disertacije.

Še posebej bi se rada zahvalila **Duški Bohinc** in **Milošu Kmetu** iz Laboratorija za asfalte in bitumenske proizvode, Zavoda za gradbeništvo (ZAG). Obema se zahvaljujem za vso pomoč pri izvedbi preiskav in učenju izvajanja preiskav, hvala za vse odgovore na moja vprašanja ter napotke in razmisleke. Hvala tudi za prijetno in veselo druženje med čakanjem na rezultate!

Doktorske disertacije prav tako ne bi bilo brez pomoči dr. **Lidiye Slemenik Perše**, ki mi je omogočila vse reološke preiskave bitumna in alternativnega pomlajevalca. Hvala Lidija za vse nasvete, pomoč pri pisanju in pregledovanju ter za spodbudne besede!

Hvala dr. Dušanu Klinarju, ZRS Bistra, za izdelavo pirolitskih produktov.

Hvala prof. dr. Jerneju Kozaku, UL FMF, za pomoč pri numeričnih izračunih.

Hvala mag. Mojci Ravnikar Turk, ki mi je omogočila izvedbo vseh preiskav asfaltov in bitumna v Laboratoriju za asfalte in bitumenske proizvode, ZAG. Hvala Marku Ovnu za pomoč pri izvedbi asfaltnih laboratorijskih preiskav in hvala Aleksandru Ipavcu za vse koristne nasvete.

Raziskovalno delo je bilo financirano s strani Javne agencije za raziskovalno dejavnost Republike Slovenije, za kar sem ji hvaležna.

Hvala mami Marini in očetu Branetu za podporo med mojim dolgoletnim študijem.

Hvala Davorju za potrpljenje!

KAZALO

STRAN ZA POPRAVKE	i
IZJAVE	ii
BIBLIOGRAFSKO – DOKUMENTACIJSKA STRAN IN IZVLEČEK	iii
BIBLIOGRAPHIC – DOCUMENTALISTIC INFORMATION	iv
ZAHVALA	v
KAZALO	vi
KAZALO PREGLEDNIC	ix
KAZALO SLIK	xi
LIST OF TABLES	xv
LIST OF FIGURES	xvii
SEZNAM UPORABLJENIH SIMBOLOV	xxi
SEZNAM UPORABLJENIH KRATIC	xxii

1 UVOD	1
1.1 Problematika odpadkov	1
1.2 Slovenska zakonodaja na področju ravnanja z odpadki	3
1.3 Smernice za trajnostni razvoj	4
1.4 Asfaltne mešanice	5
1.5 Kamniti agregat	6
1.6 Bitumen	7
1.6.1 Staranje bitumna	10
1.7 Pomlajevalec	13
1.8 Piroliza in pirolitski produkti	15
1.9 Obrazložitev motivacije za delo in namen dela	16
2 PREGLED STANJA	17
2.1 Recikliranje asfaltnih mešanic	17
2.2 Asfaltne mešanice z dodanimi pomlajevalci	20
3 REOLOGIJA	25
3.1 Reometrija	26
3.2 Viskoelastične lastnosti snovi	27
3.3 Merjenje viskoelastičnih lastnosti snovi	29

4 RAZISKAVE BITUMNA	32
4.1 Laboratorijsko staranje bitumna	32
4.2 Mehanski testi	33
4.3 Reološke meritve	35
4.3.1 Rotacijski testi	35
4.3.2 Dinamični testi	36
4.3.2.1 Testi pri konstantni frekvenci oscilacije	38
4.3.2.2 Testi pri konstantni amplitudi oscilacije	38
4.3.3 Časovno – temperaturna superpozicija (TTSP)	40
4.3.4 Relaksacijski spektri in mehanski spektri viskoelastičnih snovi	43
4.3.5 Meritve na reometeru z nosilcem, obremenjenim na upogib (BBR)	44
4.3.6 Interkonverzija materialnih funkcij	44
4.3.7 Testi lezenja in obnove	46
4.3.8 Modeli za napoved viskoelastičnega obnašanja snovi	50
5 ASFALTNE MEŠANICE Z RECIKLIRANIM ASFALTOM	54
5.1 Raziskave asfalta	55
5.1.1 Določanje prostorninske mase	55
5.1.2 Občutljivost asfaltnih preizkušancev na vodo	56
5.1.3 Določanje posredne natezne trdnosti	57
5.1.4 Merjenje odpornosti proti preoblikovanju	57
5.1.5 Ohlajevalni preizkus	58
6 REZULTATI RAZISKAV BITUMNA	60
6.1 Izbira primerenega pomlajevalca	60
6.2 Priprava vzorcev bitumna	62
6.3 Rezultati standardnih mehanskih raziskav	63
6.3.1 Zmehčišče, pretrgališče po Fraassu in penetracija	63
6.3.2 Duktilnost in elastična povratnost	65
6.3.3 Stabilnost proti razmešanju	67
6.3.4 Sprijemljivost veziva s kamnitim agregatom	68
6.4 Rezultati reoloških meritev	68
6.4.1 Temperatura mešanja in vgradnje	68
6.4.2 Rezultati meritev v srednjem in visokem temperaturnem območju	69
6.4.3 Diskretni relaksacijski spekter	77

6.4.4	Odpornost bitumna na nastanek deformacij	77
6.4.5	Rezultati meritev v nizkem temperaturnem območju	80
6.5	Rezultati interkonverzije	87
6.6	Rezultati testa lezenja in obnove	91
6.7	Uporaba reoloških modelov	96
6.8	Korelacija med reološkimi in mehanskimi lastnostmi	106
7	REZULTATI ASFALTNIH MEŠANIC Z DODANIM RECIKLIRANIM ASFALATOM	107
7.1	Materiali za pripravo asfaltnih mešanic	107
7.2	Asfaltne mešanice	108
7.3	Občutljivost asfaltnih mešanic na vodo	110
7.4	Natezna trdnost asfaltnih mešanic	111
7.5	Odpornost proti preoblikovanju	112
7.6	Rezultati ohlajevalnega preizkusa	113
7.7	Raziskave ekstrahiranega bitumna	114
7.7.1	Standardne mehanske raziskave	114
7.7.2	Reološke meritve	114
8	ZAKLJUČKI	122
VIRI		127

KAZALO PREGLEDNIC

Preglednica 1: Faktorji, ki vplivajo na staranje bitumna [35]	11
Preglednica 2: Predlagane velikosti premera plošč merilnega sistema po SHRP za izvajanje DSR reoloških meritev	37
Preglednica 3: Razdalja med ploščama	38
Preglednica 4: Materialne funkcije za opis viskoelastičnega obnašanja polimernih materialov	45
Preglednica 5: Rezultati raziskav pirolitskih produktov	61
Preglednica 6: Poimenovanje vzorcev bitumna, uporabljenih pri delu	63
Preglednica 7: Rezultati standardnih mehanskih testov referenčnega bitumna (nestaranega in staranega) in pomlajevalca	63
Preglednica 8: Rezultati izmerjenih in izračunanih vrednosti zmehčišča in penetracije posameznega vzorca	65
Preglednica 9: Rezultati testa duktilnosti in elastične povratnosti	66
Preglednica 10: Rezultati stabilnosti proti razmešanju (SIST EN 13399)	68
Preglednica 11: Sprijemljivosti kamnitega agregata z vezivom	68
Preglednica 12: Določanje meje LVO pri posamezni temperaturi	70
Preglednica 13: Eksperimentalno določeni faktorji zamika za sestavo mehanskega spektra odziva	73
Preglednica 14: Izračunane vrednosti aktivacijske energije E_a , konstant C_1 in C_2 za preiskovane vzorce	73
Preglednica 15: Temperatura, pri kateri je izpolnjen kriterij tvorbe kolesnic	79
Preglednica 16: Temperatura, pri kateri je izpolnjen kriterij utrujanja ($G^* \cdot \sin\delta = 100 \text{ kPa}$)	80
Preglednica 17: Temperatura, pri kateri sta izpolnjena kriterija nizkotemperaturne odpornosti ($S_{60} \leq 300 \text{ MPa}$ in $m_{60} \geq 0,300$)	82
Preglednica 18: Faktorji zamika, potrebni za sestavo mehanskega spektra odziva togosti	86
Preglednica 19: Aktivacijska energija E_a preiskovanih vzorcev, določena na podlagi BBR meritev	86
Preglednica 20: Časi t_b in t_m pri $G(t) = 1000 \text{ Pa}$ in $E(t) = 100000 \text{ kPa}$, določeni s pomočjo slik 67 in 68	68
	91
Preglednica 21: Faktorji časovne stabilnosti nestaranega in staranega bitumna z dodanim pomlajevalcem	91
Preglednica 22: Natančnost mehanskega modela lezenja in obnove za napoved voljnosti	92
Preglednica 23: Parametri mehanskega modela lezenja in obnove	96
Preglednica 24: Natančnost modela za napovedovanje kompleksnega strižnega modula in faznega zamika	97
Preglednica 25: Parametri različnih modelov za napovedovanje kompleksnega modula in faznega zamika za vse vzorce	99
Preglednica 26: Napake, nastale pri napovedovanju viskoznosti s pomočjo izračunanih modelov	101
Preglednica 27: S pomočjo različnih modelov napovedane vrednosti viskoznosti za proučevane vzorce	102
Preglednica 28: ZSV, določena s tremi različnimi testi	104
Preglednica 29: Napake, nastale pri napovedi togosti s pomočjo različnih modelov	106
Preglednica 30: Vrednosti parametra R^2 za oceno odvisnosti med posameznimi lastnostmi nestaranega in staranega bitumna z dodanim pomlajevalcem	106

Preglednica 31: Poimenovanje vzorcev asfaltnih mešanic, uporabljenih pri delu	107
Preglednica 32: Rezultati standardnih raziskav asfaltnih mešanic	109
Preglednica 33: Deleži posameznih komponent veziva asfaltne mešanice	110
Preglednica 34: Rezultati testa odpornosti proti preoblikovanju	112
Preglednica 35: Rezultati ohlajevalnega preizkusa	113
Preglednica 36: Rezultati standardnih mehanskih raziskav ekstrahiranga bitumna	114
Preglednica 37: Eksperimentalno določeni faktorji zamika za sestavo mehanskega spektra odziva ekstrahiranega bitumna	116
Preglednica 38: Izračunane vrednosti aktivacijske energije E_a , konstant C_1 in C_2 za ekstrahiran bitumen asfaltnih mešanic	116
Preglednica 39: Temperatura, pri kateri je bil izpolnjen kriterij tvorbe kolesnic ekstrahiranega bitumna	118
Preglednica 40: Temperatura, pri kateri je bil izpolnjen kriterij utrujanja ($G^* \cdot \sin\delta = 100$ kPa) ekstrahiranega bitumna	119

KAZALO SLIK

Slika 1: Načini predelave odpadnih gum v Evropi v obdobju med leti 1996 in 2012 [7]	2
Slika 2: Ravnanje z odpadki po Evropski direktivi 2008/98/ES [18]	5
Slika 3: Model sestave asfaltne mešanice [1]	5
Slika 4: Elementna sestava povprečnega bitumna	7
Slika 5: Tipi molekul v bitumnu [24]	8
Slika 6: (a) Splošni model sestave bitumna [27] in (b) SARA skupine bitumna [28]	9
Slika 7: Originalni koloidni sistem: (a) sol in (b) gel bitumen [27]	10
Slika 8: Spremembe frakcijske sestave bitumna zaradi staranja [24]	12
Slika 9: Glavni procesi staranja bitumna [35]	12
Slika 10: Vrednosti penetracije bitumna z dodanimi različnimi pomlajevalci [53]	14
Slika 11: Zniževanje viskoznosti in temperatur mešanja in vgradnje zaradi vpliva pomlajevalca [54]	14
Slika 12: Grafični prikaz postopka izdelave alternativnega pomlajevalca	16
Slika 13: Kemijska sestava nestaranega, staranega in pomljenega bitumna [42]	20
Slika 14: Vpliv pomlajevalcev na lastnosti bitumna [82]	21
Slika 15: Proporcionalna globina kolesnice PRD asfaltne mešanice s 50 % RA in pomlajevalcem in asfaltne mešanice iz svežih materialov [83]	22
Slika 16: Reološke lastnosti trdega bitumna (B10/20) s pomlajevalcem in mehkejšega bitumna (B40/60) [87]	23
Slika 17: Reološke lastnosti trdega ekstrahiranega bitumna (B10/20) s pomlajevalcem, Vegetex 50, in ekstrahiranega bitumna (B40/60) [87]	23
Slika 18: Odziv vzmeti (a) za idealno elastično trdno telo in odziv dušilke (b) za idealno viskozno tekočino [91]	25
Slika 19: Senzorski sistem dveh vzporednih plošč [92]	26
Slika 20: (a) Maxwellov mehanski model za viskoelastično tekočino in (b) Kelvin-Voightov mehanski model za viskoelastično trdno snov [93]	28
Slika 21: Odziv realne viskoelastične snovi pri oscilacijskem testu [93]	30
Slika 22: Kompleksni strižni modul G^* , modul akumulacije energije G' in modul energetskih izgub G'' [89]	30
Slika 23: (a) Naprava za RTFOT staranje in (b) shematski prikaz metode RTFOT [97]	32
Slika 24: (a) Naprava za PAV staranje in (b) shematski prikaz metode PAV [97]	33
Slika 25: Naprave za merjenje (a) penetracije, (b) zmehčišča in (c) pretrgališča po Fraassu	34
Slika 26: (a) Raztegnjen bitumen pri testih duktilnosti in elastične povratne deformacije in (b) tube za test stabilnosti	35
Slika 27: (a) Viskozimeter Haake RS50 in (b) graf temperatura – viskoznost za določanje temperature mešanja in vgrajevanja [88]	36
Slika 28: (a) Reometer, uporabljen za izvedbo dinamičnih testov, (b) shematski prikaz oscilatornega testa [24]	37
Slika 29: Način določanja meje LVO s pomočjo testov pri konstantni frekvenci oscilacije [106]	38
Slika 30: Frekvenčna odvisnost G' in G'' viskoelastične snovi v zelo širokem frekvenčnem območju [107]	39
Slika 31: Black diagram za (a) nestaran (B50/70) in (b) staran bitumen (B_PAV)	41

Slika 32: (a) Izoterme kompleksnega modula G^* , merjenega pri različnih temperaturah, in (b) sestavljen mehanski spekter	42
Slika 33: Posplošen Maxwellov model	43
Slika 34: (a) Princip delovanja BBR in (b) določanje S_{60} in m_{60} vrednosti [113]	44
Slika 35: (a) Obremenitev s konstantno strižno napetostjo in odziv (b) idealne elastične oz. (c) idealne viskozne snovi	47
Slika 36: Odziv (a) Maxwellovega modela in (b) Kelvin-Voightovega modela na konstantno strižno napetost v fazi lezenja ($t_0 < t < t_1$) in v fazi obnove ($t > t_1$)	48
Slika 37: (a) Burgersov mehanski model ter (b) njegov odziv na konstantno strižno napetost v fazi lezenja ($t_0 < t < t_1$) in v fazi obnove ($t > t_1$)	49
Slika 38: Definicija Sigmoidalnega modela [97]	50
Slika 39: Mešalec za laboratorijsko pripravo asfaltnih mešanic	54
Slika 40: (a) Zgoščevalnik za pripravo (b) valjastih Marshall preizkušancev	55
Slika 41: Naprava za določanje neposredne natezne trdnosti	57
Slika 42: (a) Valjasti zgoščevalnik za pripravo asfaltnih plošč in (b) asfaltna plošča med preizkusom odpornosti proti preoblikovanju	58
Slika 43: (a) Togo vpeti preizkušanci in (b) princip ohlajevalnega preizkusa [142]	59
Slika 44: IR spekter pomlajevalca in bitumna	62
Slika 45: Vpliv pomlajevalca na penetracijo, zmehčišče in pretrgališče po Fraassu (a) svežega in (b) staranega bitumna	64
Slika 46: Odvisnost sile od raztezka pri testu duktilnosti: (a) nestaran bitumen in (b) staran bitumen z dodanim pomlajevalcem	67
Slika 47: Vpliv koncentracije pomlajevalca na temperaturo mešanja in vgradnje pri (a) nestaranemu bitumu in (b) staranem bitumu	69
Slika 48: Rezultati testa pri konstantni frekvenci oscilacije za osnovni bitumen B50/70	70
Slika 49: Black diagram za (a) pomlajevalec (PP) in (b) staran bitumen z dodatkom 20 % pomlajevalca (B_PAV_20%)	71
Slika 50: Temperaturna odvisnost faktorjev zamika za nestaran bitumen: (a) WLF enačba in (b) Arreniusova enačba	72
Slika 51: Temperaturna odvisnost faktorjev zamika za staran bitumen: (a) WLF enačba in (b) Arreniusova enačba	72
Slika 52: Sestavljeni spekter kompleksnega modula G^* za: (a) nestarane bitumne in (b) starane bitumne	74
Slika 53: Sestavljeni spekter faznega zamika δ za: (a) nestarane bitumne in (b) starane bitumne	75
Slika 54: Sestavljene krivulje modula akumulacije energije, G' , modula energetskih izgub, G'' za: (a) nestaran in staran bitumen, (b) staran bitumen z 10 % pomlajevalca in (c) staran bitumen z 20 % pomlajevalca	76
Slika 55: Diskretni relaksacijski spekter za bitumen, pomlajevalec in njune mešanice	77
Slika 56: Temperaturna odvisnost parametra tvorbe kolesnic	78
Slika 57: Temperaturna odvisnost parametra utrujanja	80
Slika 58: Temperaturna odvisnost parametra (a) S_{60} in (b) m_{60} za nestarane bitumne	81
Slika 59: Temperaturna odvisnost parametra (a) S_{60} in (b) m_{60} za starane bitumne	82

Slika 60: Temperaturna odvisnost faktorjev zamika po Arreniusovi enačbi za: (a) nestaran bitumen in (b) staran bitumen	83
Slika 61: (a) Izoterme časovne odvisnosti togosti $S(t)$ merjene pri različnih temperaturah, in (b) sestavljen mehanski spekter odziva togosti nestaranega bitumna B50/70	84
Slika 62: (a) Izoterme časovne odvisnosti togosti $S(t)$ merjene pri različnih temperaturah, in (b) sestavljen mehanski spekter odziva togosti staranega bitumna B_PAV	85
Slika 63: Primerjava spektrov togosti za nestaran in staran bitumen in staran bitumen z 20 % pomlajevalca	87
Slika 64: Statični strižni relaksacijski modul $G(t)$	88
Slika 65: Statični enoosni relaksacijski modul $E(t)$	88
Slika 66: Statični enoosni relaksacijski modul $E(t)$ izračunan na podlagi kvazi elastični odvisnosti za vzorca (a) B_PAV in (b) B_PAV_20%	89
Slika 67: Določitev časov t_b in t_m pri $G(t) = 1000$ Pa za vzorca B50/70 in B50/70_20%	90
Slika 68: Določitev časov t_b in t_m pri $E(t) = 100000$ Pa za vzorca B50/70 in B50/70_20%	90
Slika 69: Mehanski model testa lezenja in obnove za vzorec B_PAV_5%: (a) $\gamma(t)$ in (b) $J(t)$ glede na naraščajočo strižno napetost	92
Slika 70: Trenutni elastični odziv J_0 za referenčni bitumen in vse modificirane vzorce bitumna	93
Slika 71: Viskozni odziv modela η_0 za (a) nestaran bitumen in (b) staran bitumen	93
Slika 72: Viskozni odziv šestparametrskoga modela η_0 in ZSV, določena pri testu lezenja za (a) nestaran bitumen in (b) staran bitumen	94
Slika 73: Retardacijski/relaksacijski čas $\lambda_{ret/rel,1}$ za (a) nestaran bitumen in (b) staran bitumen	95
Slika 74: Retardacijski/relaksacijski čas $\lambda_{ret/rel,2}$ za (a) nestaran bitumen in (b) staran bitumen	95
Slika 75: S pomočjo različnih modelov napovedane in izmerjene vrednosti kompleksnega strižnega modula za vzorec B50/70	97
Slika 76: S pomočjo različnih modelov napovedane in izmerjene vrednosti kompleksnega strižnega modula za vzorec B_PAV_20%	98
Slika 77: S pomočjo različnih modelov napovedane in izmerjene vrednosti faznega zamika za vzorca B50/70 in B_PAV_20%	98
Slika 78: Napovedane in izmerjene vrednosti viskoznosti za vzorca (a) B50/70 in (b) B_PAV_20%	100
Slika 79: Viskoznost, eksperimentalno določena z različnimi testi za (a) B50/70_5% in (b) B_PAV_20%	103
Slika 80: Primerjava izmerjenega in napovedanih spektrov togosti za B_PAV_3%	105
Slika 81: Sejalna krivulja podfrakcij in RA	108
Slika 82: Sejalne krivulje vseh asfaltnih mešanic	109
Slika 83: Rezultati testa občutljivosti na vodo	111
Slika 84: ITS asfaltnih mešanic	111
Slika 85: Rezultati testa odpornosti proti preoblikovanju	112
Slika 86: Potek kriogenih napetosti v odvisnosti od temperature	113
Slika 87: Black diagram za ekstrahiran bitumen asfaltne mešanice z 60 % RA	115
Slika 88: Temperaturna odvisnost faktorjev zamika za ekstrahiran bitumen: (a) WLF enačba in (b) Arreniusova enačba	115

Slika 89: Sestavljeni spekter kompleksnega modula G^* za ekstrahirane bitumne	117
Slika 90: Sestavljeni spekter faznega zamika δ za ekstrahirane bitumne	118
Slika 91: Temperaturna odvisnost parametra tvorbe kolesnic ekstrahiranega bitumna	119
Slika 92: Temperaturna odvisnost parametra utrujanja ekstrahiranega bitumna ($T: 100\text{ }^\circ\text{C} \rightarrow 30\text{ }^\circ\text{C}$)	120
Slika 93: Temperaturna odvisnost parametra utrujanja ekstrahiranega bitumna ($T: 30\text{ }^\circ\text{C} \rightarrow 15\text{ }^\circ\text{C}$)	121

LIST OF TABLES

Table 1: Factors affecting bitumen ageing [35]	11
Table 2: SHRP suggested disk sensors for DSR rheology testing	37
Table 3: Gap between parallel disks	38
Table 4: Material functions for describing viscoelastic behavior	45
Table 5: Test results of the pyrolytic products	61
Table 6: Samples of bitumen used in the study	63
Table 7: Standard mechanical properties of reference bitumen (non-aged and aged) and pyrolytic product	63
Table 8: The results of measured and calculated values of the softening points and the penetrations of the samples	65
Table 9: The results of ductility test and elastic recovery test	66
Table 10: The results of the storage stability test according to standard SIST EN 13399	68
Table 11: The affinity between aggregate and bitumen	68
Table 12: Determination of LV range limits at chosen test temperature	70
Table 13: Experimental shift factors to construct the master curves	73
Table 14: The calculated values of activation energy E_a , constants C_1 and C_2 for the samples studied	73
Table 15: Temperature at which the rutting parameter fulfilled the criterion	79
Table 16: Temperature at which the fatigue cracking parameter met the criterion ($G^* \cdot \sin\delta = 100$ kPa)	80
Table 17: Temperatures at which the maximum S_{60} (300 MPa) or minimal m_{60} (0,300) values were obtained	82
Table 18: Shift factors for stiffness master curves from the BBR measurements	86
Table 19: Activation energy E_a for researched samples from BBR measurements	86
Table 20: Times t_b in t_m at $G(t) = 1000$ Pa and $E(t) = 100000$ kPa, determined from Figures 67 in 68 91	91
Table 21: Time stability factors for non-aged and aged bitumen with addition of PP	91
Table 22: The accuracy of the creep and recovery mechanical models for prediction of compliance	92
Table 23: Mechanical model parameters for describing creep and recovery behavior	96
Table 24: The accuracy of the models for predictions of complex modulus and phase angle	97
Table 25: Parameters of mathematical models for predictions of complex modulus and phase angle for non-aged and aged samples	99
Table 26: The statistical parameters for the predictions of the viscosity with different models	101
Table 27: Predicted values of the viscosity for non-aged and aged samples	102
Table 28: The ZSV determined with different tests	104
Table 29: The statistical parameters for predictions of stiffness with various models	106
Table 30: The R^2 values for various properties of non-aged and aged bitumen with rejuvenator	106
Table 31: Samples of asphalt mixtures used in the study	107
Table 32: Standard properties of asphalt mixtures	109
Table 33: Shares of individual components of the binder in asphalt mixture	110
Table 34: Results of the wheel tracking test	112
Table 35: Results of Thermal Stress Restrained Specimen test	113
Table 36: Standard mechanical properties of extracted bitumen	114

Table 37: Experimental shift factors for determination of the master curves for extracted bitumen	116
Table 38: The calculated values of activation energy E_a , constants C_1 and C_2 for the extracted bitumen from asphalt mixtures	116
Table 39: Temperature at which the rutting parameter fulfilled the criterion for extracted bitumen	118
Table 40: Temperature at which the fatigue parameter fulfilled the criterion for extracted bitumen	119

LIST OF FIGURES

Figure 1: European treatment routes for used tires (1996-2012) [7]	2
Figure 2: Waste treatment according to 2008/98/ES [18]	5
Figure 3: Model of asphalt mixture [1]	5
Figure 4: The elemental content of average bitumen	7
Figure 5: Types of molecules found in bitumen [24]	8
Figure 6: (a) Bitumen model [27] and (b) SARA bitumen functional groups [28]	9
Figure 7: The original colloidal system: (a) sol and (b) gel bitumen [27]	10
Figure 8: Changes in fractional chemical composition as a function of ageing [24]	12
Figure 9: Major bitumen ageing processes [35]	12
Figure 10: Penetration values of rejuvenated asphalt [53]	14
Figure 11: Decreasing the viscosity and temperatures of mixing and compaction because of rejuvenators influence [54]	14
Figure 12: Graphical presentation of alternative rejuvenator preparation	16
Figure 13: Chemical composition of original, aged and rejuvenated bitumen [42]	20
Figure 14: Effect of rejuvenator on bitumen performance [82]	21
Figure 15: Proportional rut depth PRD of asphalt mixtures with 50 % RA and rejuvenator and virgin asphalt mixture [83]	22
Figure 16: Rheological properties of hard bitumen (B10/20) with rejuvenator and softer bitumen (B40/60) [87]	23
Figure 17: Rheological properties of hard bitumen (B10/20) with rejuvenator, Vegetex 50, and softer bitumen (B40/60) [87]	23
Figure 18: Spring (a) for ideal elastic solid and dashpot (b) for ideal viscous liquid [91]	25
Figure 19: Schematic representation of a parallel-plate measuring system [92]	26
Figure 20: (a) Maxwell's model for viscoelastic liquid and (b) Kelvin-Voight's model for viscoelastic solid [93]	28
Figure 21: Dynamic oscillatory stress-strain functions [93]	30
Figure 22: Complex shear modulus G^* , storage modulus G' and loss modulus G'' [89]	30
Figure 23: (a) Device for RTFOT and (b) schematic diagram of RTFOT [97]	32
Figure 24: (a) Device for PAV and (b) schematic diagram of PAV [97]	33
Figure 25: The devices for determining (a) penetration, (b) softening point and (c) Fraass breaking point	34
Figure 26: (a) Stretched bitumen at the ductility and the elastic recovery tests and (b) tubes for the storage stability tests	35
Figure 27: (a) Viscometer Haake RS50 and (b) viscosity-temperature graph for determination of mixing and compaction temperature [88]	36
Figure 28: (a) Rheometer used for dynamic measurements, (b) schematic presentation of the oscillatory test [24]	37
Figure 29: Strain sweeps used to determine linear region [106]	38
Figure 30: Frequency dependence of G' and G'' in large frequency range [107]	39
Figure 31: Black diagram for (a) non-aged (B50/70) and (b) aged bitumen (B_PAV)	41

Figure 32: (a) Isotherms of complex modulus G^* measured at different temperatures and (b) master curve	42
Figure 33: Generalized Maxwell model	43
Figure 34: (a) Principles of BBR and (b) determination of S_{60} and m_{60} values [113]	44
Figure 35: (a) Constant shear stress and response of (b) ideal elastic or (c) ideal viscous material	47
Figure 36: (a) Maxwell model's response and (b) Kelvin-Voight model's response to constant shear stress in creep phase ($t_0 < t < t_1$) and in recovery phase ($t > t_1$)	48
Figure 37: (a) Burger's model and (b) its response to constant shear stress in creep phase ($t_0 < t < t_1$) and in recovery phase ($t > t_1$)	49
Figure 38: Definition of the Sigmoidal model [97]	50
Figure 39: Mixer for laboratory preparation of asphalt	54
Figure 40: (a) Compactor for the preparation of (b) Marshall samples	55
Figure 41: The device for determining the indirect tensile strength	57
Figure 42: Compactor for the preparation of the asphalt slabs and (b) the asphalt slab during the test of rutting resistance	58
Figure 43: (a) Specimens with prohibited thermal shrinkage and (b) test principle of TSRST [142]	59
Figure 44: IR spectra of rejuvenator and bitumen	62
Figure 45: The influence of PP concentration on penetration, softening point and Fraass breaking point for the (a) non-aged and (b) aged bitumen	64
Figure 46: Dependency of the force on elongation, measured with ductility test: (a) non-aged bitumen and the blends with PP, (b) aged bitumen and the blends with PP	67
Figure 47: Influence of PP concentration on mixing and compaction temperature of (a) non-aged and (b) aged bitumen	69
Figure 48: The results of amplitude sweep test for reference bitumen B50/70	70
Figure 49: Black diagram for (a) rejuvenator (PP) and (b) aged bitumen with addition of 20 % of rejuvenator (B_PAV_20%)	71
Figure 50: Temperature dependency of shift factors for non-aged bitumen: (a) WLF equation and (b) Arrenius equation	72
Figure 51: Temperature dependency of shift factors for aged bitumen: (a) WLF equation and (b) Arrenius equation	72
Figure 52: Complex modulus G^* master curve for: (a) non-aged bitumen and (b) aged bitumen	74
Figure 53: Phase angle δ master curve for: (a) non-aged bitumen and (b) aged bitumen	75
Figure 54: Storage (G') and loss (G'') modulus of (a) non-aged and aged bitumen, (b) aged bitumen with 10 % PP and (c) aged bitumen with 20 % PP	76
Figure 55: Discrete relaxation spectra for the bitumen, PP and the blends	77
Figure 56: Temperature dependency of rutting parameter	78
Figure 57: Temperature dependency of fatigue cracking parameter	80
Figure 58: Temperature dependency of parameter (a) S_{60} and (b) m_{60} for non-aged bitumen	81
Figure 59: Temperature dependency of parameter (a) S_{60} and (b) m_{60} for aged bitumen	82
Figure 60: Temperature dependency of shift factors according to Arrenius equation for: (a) non-aged bitumen and (b) aged bitumen	83

Figure 61: (a) Time dependent stiffness $S(t)$ isotherms measured at different temperatures and (b) stiffness mastercurve of non-aged bitumen B50/70	84
Figure 62: (a) Time dependent stiffness $S(t)$ isotherms measured at different temperatures and (b) stiffness mastercurve of aged bitumen B_PAV	85
Figure 63: Stiffness master curve for non-aged and aged bitumen and aged bitumen with 20% of rejuvenator	87
Figure 64: The relaxation modulus $G(t)$	88
Figure 65: The relaxation modulus $E(t)$	88
Figure 66 The relaxation modulus $E(t)$ calculated on basis of quasi-elastic interrelationship for samples (a) B_PAV and (b) B_PAV_20%	89
Figure 67: Determination of times t_b in t_m at $G(t) = 1000$ Pa for samples B50/70 and B50/70_20%	90
Figure 68: Determination of times t_b in t_m at $E(t) = 100000$ Pa for samples B50/70 and B50/70_20%	90
Figure 69: Mechanical creep and recovery model for B_PAV_5%: (a) $\gamma(t)$ and (b) $J(t)$ response to increasing shear stress	92
Figure 70: The instantaneous compliance, J_0 , for reference bitumen and modified bitumen samples	93
Figure 71: The viscosity response of the model, η_0 , for (a) non-aged bitumen and (b) aged bitumen	93
Figure 72: The viscosity response of the six-parameters model, η_0 , and the ZSV determined at the creep test for (a) non-aged bitumen and (b) aged bitumen	94
Figure 73: The retardation/relaxation time $\lambda_{ret/rel,1}$ for (a) non-aged bitumen and (b) aged bitumen	95
Figure 74: The retardation/relaxation time $\lambda_{ret/rel,2}$ for (a) non-aged bitumen and (b) aged bitumen	95
Figure 75: Predicted and measured values of complex modulus for sample B50/70	97
Figure 76: Predicted and measured values of complex modulus for sample B_PAV_20%	98
Figure 77: Predicted and measured values of phase angle for samples B50/70 and B_PAV_20%	98
Figure 78: Predicted and measured values of viscosity for samples (a) B50/70 and (b) B_PAV_20%	100
Figure 79: Experimental viscosity, determined with different tests for (a) B50/70_5% and (b) B_PAV_20%	103
Figure 80: Measured and predicted stiffness master curve for B_PAV_3%	105
Figure 81: The sieving curve of the fractions and of the RA	108
Figure 82: The sieving curve of all asphalt mixtures	109
Figure 83: The water sensitivity of the asphalt mixtures	111
Figure 84: ITS of the asphalt mixtures	111
Figure 85: Results of the wheel tracking test	112
Figure 86: Temperature dependency of cryogenic stress	113
Figure 87: Black diagram for extracted bitumen from asphalt mixture with 60 % RA	115
Figure 88: Temperature dependency of shift factors for extracted bitumen: (a) WLF equation and (b) Arrhenius equation	115
Figure 89: Complex modulus G^* master curve for extracted bitumen	117
Figure 90: Phase angle δ master curve for extracted bitumen	118
Figure 91: Temperature dependency of rutting parameter for extracted bitumen	119
Figure 92: Temperature dependency of fatigue cracking parameter for extracted bitumen ($T: 100$ °C → 30 °C)	120

Figure 93: Temperature dependency of fatigue cracking parameter for extracted bitumen ($T: 30\text{ }^{\circ}\text{C} \rightarrow 15\text{ }^{\circ}\text{C}$)

121

SEZNAM UPORABLJENIH SIMBOLOV

γ	strižna deformacija [%]
$\dot{\gamma}$	hitrost strižne deformacije [s^{-1}]
δ	fazni zamik [°]
$\vartheta(t)$	merjen sredinski poves [mm]
ρ	gostota [kg/m^3]
λ_i	relaksacijski čas i-tega Maxwellovega elementa [s]
$\lambda_{ret/rel}$	retardacijski/relaksacijski čas [s]
η	viskoznost [Pa s]
η_0	nična strižna viskoznost [Pa s]
η_∞	neskončna strižna viskoznost [Pa s]
η^*	kompleksna viskoznost [Pa s]
η'	elastična komponenta kompleksne viskoznosti [Pa s]
η''	viskozna komponenta kompleksne viskoznosti [Pa s]
τ	strižna napetost [Pa]
ω	kotna frekvence [rad/s]
ω_{red}	nova frekvence v mehanskem spektru [rad/s]
a_T	faktor zamika [-]
C_1	konstanta WLF enačbe [-]
C_2	konstanta WLF enačbe [°C]
$D(t)$	statična enoosna voljnost lezenja [Pa^{-1}]
d_{5000}, d_{10000}	globina kolesnice po 5000 oz. 10000 ciklih [mm]
$E(t)$	statični enoosni relaksacijski modul [Pa]
E_a	aktivacijska energija [kJ/mol]
G	elastični strižni modul [Pa]
$G(t)$	statični strižni relaksacijski modul [Pa]
G^*	kompleksni strižni modul [Pa]
G'	modul akumulacije energije [Pa]
G''	modul energetskih izgub [Pa]
g_i	elastični modul i-tega Maxwellovega elementa [Pa]
$G^* \cdot sin\delta$	parameter utrujanja [Pa]
$G^*/sin\delta$	parameter tvorbe kolesnic [Pa]
h	višina preizkušanca [mm]
J	voljnost [Pa^{-1}]
J''	viskozna komponenta voljnosti [Pa^{-1}]
J'	elastična komponenta voljnosti [Pa^{-1}]
ν	valovno število [cm^{-1}]
R	splošna plinska konstanta [J/molK]
$S(t)$	togost [Pa]
T	temperatura [°C]
T_0	referenčna temperatura [°C]

SEZNAM UPORABLJENIH KRATIC

BBR	reometer z nosilcem obremenjenim na upogib (<i>angl. Bending Beam Rheometer</i>)
DMA	dinamična mehanska analiza (<i>angl. Dynamic Mechanical Analysis</i>)
DSR	dinamični strižni reometer (<i>angl. Dynamic Shear Rheometer</i>)
FTIR	infrardeča spektrofotometrija s Fourierovo transformacijo (<i>angl. Fourier Transform Infrared Spectroscopy</i>)
ITS	posredna natezna trdnost (<i>angl. Indirect Tensile Strength</i>)
ITSR	količnik posredne natezne trdnosti izražen v odstotkih (<i>angl. Indirect Tensile Strength Ratio</i>)
ITS _w	povprečna vrednost posredne natezne trdnosti preizkušancev mokre skupine
ITS _d	povprečna vrednost posredne natezne trdnosti preizkušancev suhe skupine
LVO	linearno viskoelastično območje
NCHRP	ameriški raziskovalni program (<i>angl. National Cooperative Highway Research Program</i>)
NMSE	normalizirana srednja vsota kvadratov razlike (<i>angl. Normalized Mean Square Error</i>)
PAH	policiklični aromatski ogljikovodiki (<i>angl. Polycyclic Aromatic Hydrocarbons</i>)
PAV	metoda dolgotrajnega staranja (<i>angl. Pressure Ageing Vessel</i>)
PP	pirolitski produkt
PRD	proporcionalna globina kolesnice (<i>angl. Proportional Rut Depth</i>)
RA	recikliran asfalt (<i>angl. Recycled/Reclaimed Asphalt</i>)
R _i	razmerje med napovedano in izmerjeno vrednostjo (<i>angl. discrepancy ratio</i>)
R ²	statistična razlika kvadratov
RTFOT	metoda kratkotrajnega staranja (<i>angl. Rolling Thin Film Oven Test</i>)
SARA	tehnika razvrstitev: asfalteni (<i>angl. asphaltenes</i>), smole (<i>angl. resins</i>), aromati (<i>angl. aromatics</i>) in nasičeni ogljikovodiki (<i>angl. saturates</i>)
SHRP	ameriški raziskovalni avtocestni program (<i>angl. Strategic Highway Research Program</i>)
SSR	vsota kvadratov razlike (<i>angl. Sum of Squared Residuals</i>)
TSRST	ohlajevalni preizkus (<i>angl. Thermal Stress Restrained Specimen Test</i>)
TTSP	časovno – temperaturna superpozicija (<i>angl. Time – Temperature Superposition</i>)
WLF	Williams-Landau-Ferry enačba
WTS	stopnja naraščanja kolesnice na 1000 ciklov (<i>angl. Wheel-Tracking Slope</i>)
ZSV	nična strižna viskoznost (<i>angl. Zero Shear Viscosity</i>)

1 UVOD

Asfalt je material, ki je že dolgo poznan. Prva uporaba materiala, vezanega z bitumnom, je znana že iz časa 6000 do 4000 let pred našim štetjem, na območju med Egiptom in Indijo [1]. Od tistih časov se je tehnologija asfalta spremenila in napredovala, osnova pa je ostala enaka. Še vedno gre za kamniti agregat, obvit z bitumnom. V današnjem času je uporaba asfalta najbolj razširjena v cestogradnji. V sedemdesetih letih prejšnjega stoletja je nastopila naftna kriza, ki je privedla do uporabe recikliranega asfalta (*angl. recycled asphalt, RA*). To pomeni, da se odstranjeni asfalt ponovno uporabi v nadaljnjih aplikacijah.

Gradbeništvo je dejavnost, pri kateri nastane velika količina odpadkov. Odpadki nastanejo med samo gradnjo, pa tudi pri rekonstrukciji in končni odstranitvi objektov. Gradbeni odpadki praviloma niso nevarni, razen azbestnih odpadkov in odpadkov, ki vsebujejo katran. V skladu z načeli trajnostnega razvoja je potrebno preprečiti nastanek novih odpadkov oziroma jih v čim večji meri ponovno uporabiti ali reciklirati. Tako hkrati rešujemo dve glavni težavi: (i) recikliran material nadomesti naravni material in (ii) zmanjša se odlaganje odpadkov. Ponovna uporaba gradbenih odpadkov ali njihova reciklaža pripomore tudi k zmanjšanju degradacije okolja zaradi pridobivanja naravnih virov. Prav tako zmanjšamo emisije toplogrednih plinov in porabo energije, saj ni potrebno ponovno pridobivanje virov. Proces odstranjevanja asfalta lahko vpliva na nehomogenost RA, zato moramo pri odstranjevanju asfalta paziti, da pred nadaljnjo uporabo odstranimo dele, kot so zemljina, oznake na cesti in druge podobne materiale.

Asfalt je material, ki ga lahko skoraj v celoti reciklamo in ponovno uporabimo, zato je smiselno, da preverimo možnosti njegove nadaljnje uporabe. Trenutno se reciklirani asfalt največkrat uporabi za ponovno vgraditev v asfaltne voziščne konstrukcije. Ker se je asfalt med uporabo postaral, so se njegove lastnosti poslabšale. Da bi ponovno zadostil tehničnim zahtevam, je treba pri ponovni vgradnji uporabiti posebne dodatke, t. i. pomlajevalce (*angl. rejuvenator*), ki bitumnu v asfaltu povrnejo prvotne lastnosti.

V nadaljevanju bomo preverjali ali lahko s ponovno uporabo RA proizvedemo asfaltno mešanico, ki zadosti minimalnim tehničnim zahtevam za uporabo. Zanima nas ali bodo lastnosti asfalta z dodanim RA primerljive z asfaltom iz originalnih materialov in ali bo dodatek pomlajevalca izboljšal lastnosti asfalta z RA.

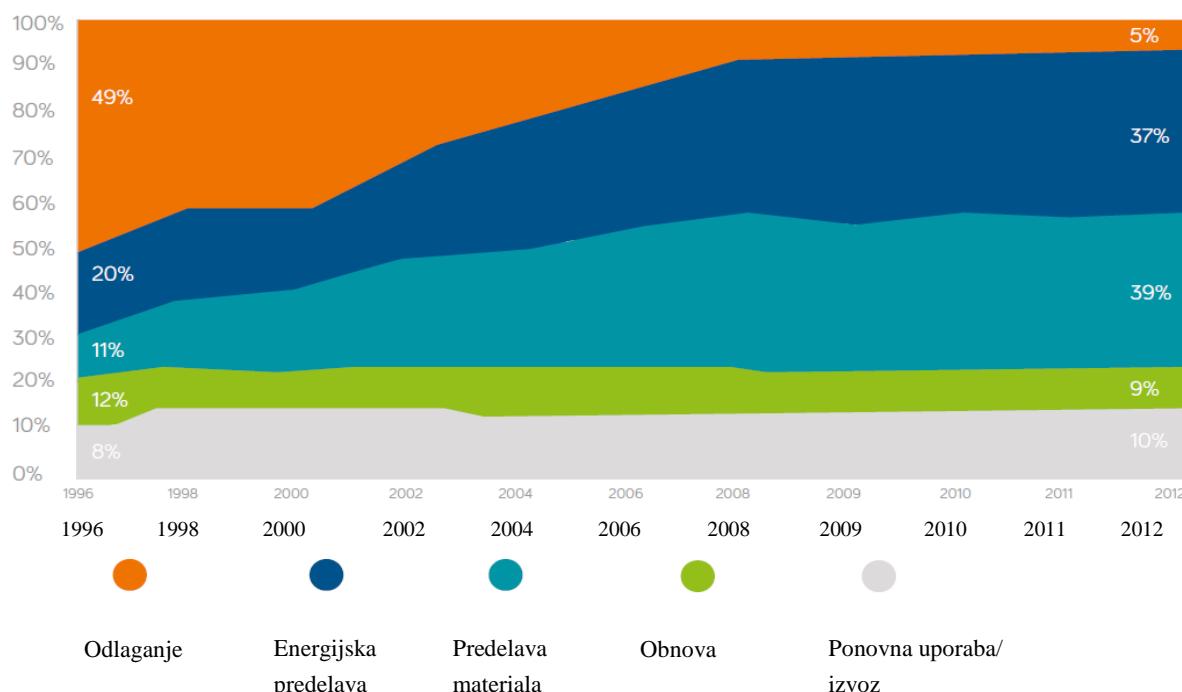
Pri svojih raziskavah smo za pomlajevalec uporabili t. i. alternativni pomlajevalec. To je pomlajevalec, pridobljen iz odpadnih snovi. Uporabili smo odpadne gume predelane s postopkom pirolize in z dodanimi olji iz pirolize. Piroliza je termični razkroj organskega materiala pri povišanih temperaturah ob odsotnosti kisika.

1.1 Problematika odpadkov

Proizvodnja asfalta v Evropi se je v zadnjih letih zmanjševala in se v letu 2014 ustavila pri 260 milijonih tonah. Tudi v Sloveniji je opazen trend zmanjševanja proizvodnje, saj se je od leta 2008, ko je znašala 2,6 milijona tone, do leta 2014 zmanjšala na 1,4 milijona tone. Evropska poraba bitumna se je v teh letih zmanjšala iz 20,6 milijona ton na 12,4 milijona ton, v Sloveniji pa iz 0,11 na 0,07 milijona ton. Stopnja reciklaže asfalta je v evropskih državah različna. Države, kjer je delež

recikliranega asfalta velik, so: Belgija, Finska, Nemčija, Madžarska, Slovaška, Španija in Švedska, kjer delež vgrajenega asfalta, ki vsebuje recikliran asfalt, znaša nad 70 %. V Sloveniji je ta številka mnogo nižja in znaša okoli 25 % [2], [3].

Naraščanje števila vozil v svetu pomeni vedno večje povpraševanje po pnevmatikah (v nadaljevanju bomo uporabljali izraz gume) [4]. Posledica tega je večja proizvodnja gum (v Evropi 4,7 milijona ton v letu 2013), na koncu njihove življenske dobe pa je vedno večje tudi število odpadnih gum. Evropska direktiva 1999/31/ES [5] od leta 2006 naprej prepoveduje odlaganje odpadnih gum na odlagališčih, saj lahko odpadne gume zaradi nepravilnega shranjevanja ogrožajo človeško zdravje in predstavljajo nevarnost za okolje, npr. požar, širjenje glodavcev in mrčesa ter nevarne emisije, ki se lahko sproščajo v zrak ali zemljo [6]. Vpliv direktive 1999/31/ES je prikazan na sliki 1, kjer je opazen pozitiven trend takega ravnjanja z odpadnimi gumami, da se zmanjšuje njihovo odlaganje. V letu 2012 je bilo na okolju prijazen način v Evropi obravnavanih 3,4 milijona ton odpadnih gum, kar predstavlja 95 % vseh odpadnih gum [7]. Predelanih je bilo 1,34 milijona ton, od tega 2,5 % s postopkom pirolize.



Slika 1: Načini predelave odpadnih gum v Evropi v obdobju med leti 1996 in 2012 [7]

Figure 1: European treatment routes for used tires (1996–2012) [7]

Na podlagi preteklih izkušenj so se v Evropi uveljavili trije modeli nadzora odpadnih gum [8]:

1. Razširjena odgovornost proizvajalca, ki prenese odgovornost o ravnanju z odpadnimi gumami na proizvajalca ali uvoznika gum. Obvezuje jih, da poskrbijo za zbiranje odpadnih gum in njihovo predelavo ali recikliranje.
2. Davčni sistem, ki proizvajalcem ali prodajalcem obračuna dajatev za odstranjevanje, ki je dodana k stroškom nove gume in se vplača v državni proračun. Ravnanje z odpadnimi gumami v tem modelu se financira iz državnih sredstev (pridobljenih od kupcev, ki kupujejo nove pnevmatike).
3. Sistem prostega trga, ki predpostavlja donosnost predelave in recikliranja odpadnih gum. Ta model predpostavlja, da so odpadne gume dragocen vir surovin.

Najbolj razširjen je prvi model, ki je v veljavi tudi v Sloveniji. Njegovo uspešnost dokazuje tudi do 100 % zbranih odpadnih gum v posameznih državah, ki jih je treba nadalje obravnavati, saj je njihovo odlaganje prepovedano.

1.2 Slovenska zakonodaja na področju ravnjanja z odpadki

Področje ravnjanja z odpadki ureja Zakon o varstvu okolja (ZVO-1) [9], ki ga spremljajo podzakonski akti, med katerimi so za področje dissertacije pomembni Uredba o odpadkih [10], Uredba o ravnjanju z odpadki, ki nastanejo pri gradbenih delih [11] ter Uredba o ravnjanju z izrabljenimi gumami [12].

O ravnjanju z odpadki govori 20. člen Zakona o varstvu okolja [9]. Ta člen določa, da je treba preprečevati ali zmanjševati količino odpadkov in njihov škodljiv vpliv na okolje. Prav tako je potrebno zagotoviti predelavo odpadkov ali njihovo varno odstranitev, če predelava ni mogoča. Pravila ravnjanja se nanašajo zlasti na:

1. zmanjševanje nastajanja odpadkov in njihove škodljivosti za okolje,
2. razvrščanje odpadkov v sezname, pridobitev potrdila za vpis v evidenco za zbiranje odpadkov,
3. pogoje za pridobitev predpisanih dovoljenj ali soglasij,
4. načrtovanje, gradnjo in obratovanje naprav za ravnjanje z odpadki,
5. vodenje evidenc o odpadkih in o ravnjanju z njimi.

Uredba o odpadkih [10] predpisuje ravnjanje in možnosti za preprečevanje ali zmanjševanje nastajanja odpadkov skladno z Direktivo 2008/98/ES Evropskega parlamenta in Sveta [13]. Po 8. členu uredbe odpadki prenehajo biti odpadki šele, ko so predelani v proizvode, materiale ali snovi za uporabo v prvotni ali drug namen ali za pridobivanje energije. 10. člen predpisuje ravnjanje z odpadki tako, da ni ogroženo človekovo zdravje in, da ravnjanje ne povzroča škodljivih vplivov na okolje, npr.: čezmerne obremenjevanja vode, zraka in tal, čezmerne obremenjevanja s hrupom in neprijetnimi vonjavami ... Proizvodnja, distribucija, potrošnja in uporaba izdelkov morajo biti take, da pripomorejo k preprečevanju nastajanja odpadkov.

Vidimo, da tako zakon kot tudi uredba o odpadkih, govorita o tem, da je treba preprečiti nastanek odpadkov.

Uredba o ravnjanju z odpadki, ki nastanejo pri gradbenih delih [11], določa obvezno ravnjanje z odpadki, ki nastajajo zaradi gradnje, rekonstrukcije, adaptacije, obnove ali odstranitve objekta. Uredba se nanaša tudi na skupino odpadkov s številko 17 s klasifikacijskega seznama odpadkov, v skladu s Sklepom komisije z dne 18. 12. 2014 o spremembi Odločbe Komisije 2000/532/ES o seznamu odpadkov v skladu z Direktivo 2008/98/ES Evropskega parlamenta in sveta [14]. Pod številko 17 so med drugimi klasificirane tudi:

- 17 03 Bitumenske mešanice, premogov katran in proizvodi, ki vsebujejo katran,
- 17 03 01* Bitumenske mešanice, ki vsebujejo premogov katran,
- 17 03 02 Bitumenske mešanice, ki niso navedene pod 17 03 01.

Izdelki, ki vsebujejo katran (oznaka *), se smatrajo kot nevarni odpadki. Asfalt spada pod klasifikacijsko številko odpadkov 17.

Uredba o ravnjanju z izrabljenimi gumami [12] z namenom zagotovitve okolju prijaznega ravnanja določa pravila zbiranja in predelave izrabljenih gum, obveznosti v zvezi z dajanjem gum v promet ter

druge obveznosti, povezane z ravnanjem z gumami in izrabljenimi gumami. Uredba velja za vse vrste gum, ne glede na njihovo velikost ali maso in ne glede na to kdaj, so bile dane na trg. Po uredbi se za gumo šteje pnevmatika za osebne avtomobile, avtobuse, tovornjake in priklopna vozila, motorna kolesa, dvokolesa, kmetijska in gozdarska vozila ter stroje. Izrabljena guma je odpadek, ki se uvršča v skupino odpadkov s klasifikacijsko številko 16 01 03 s seznama odpadkov.

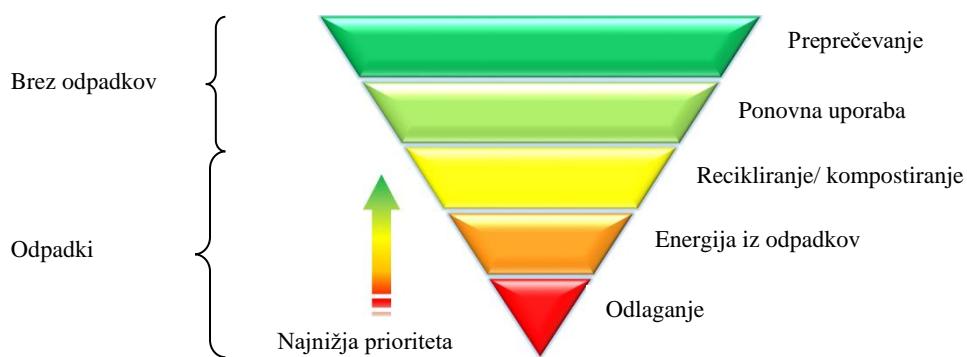
1.3 Smernice za trajnostni razvoj

Osnovno definicijo trajnostnega razvoja lahko podamo kot: "Trajnostni razvoj je takšen razvoj, ki zadošča današnjim potrebam, ne da bi pri tem ogrožal možnosti prihodnjih generacij, da zadostijo svojim lastnim potrebam" [15].

Evropska komisija je konec leta 2012 predstavila predlog okoljskega akcijskega programa za usmerjanje okoljske politike EU do leta 2020. Pred tem je bil v veljavi 6. Okoljski akcijski program [16], ki je veljal med leti 2002 in 2012. Cilji 6. Okoljskega programa so v 2. členu predpostavili večjo učinkovitost virov in takšno ravnanje z viri in odpadki, ki omogoča bolj trajnostno proizvodnjo in porabo, s čimer se doseže prekinitev povezanosti med rabo virov in nastajanjem odpadkov ter stopnjo gospodarske rasti, in zagotovitev, da poraba obnovljivih in neobnovljivih virov ne preseže nosilne zmogljivosti okolja. Ti cilji se dosežejo z ukrepi, določenimi v 8. členu programa. Ukrepi so sledeči: (i) spodbujanje ponovne rabe, (ii) pri nastajajočih odpadkih se prednost nameni njihovi predelavi ter zlasti recikliraju ter (iii) zmanjševanje količine odloženih odpadkov. Odloženi odpadki se morajo obravnavati blizu kraja proizvodnje, v kolikor to ne vodi do zmanjšanja učinkovitosti v postopkih ravnanja z odpadki. Po končanem 6. Okoljskem programu je bilo na področju odpadkov ugotovljeno, da se je povečala stopnja recikliranja. Nekatere države članice Evropske unije so vodilne v svetovnem merilu na področju tehnologije za recikliranje. Ti dosežki niso enakomerno porazdeljeni po vseh državah članicah. V povprečju se reciklira ali ponovno uporabi 40 % odpadkov, ostalo se odloži ali pa sežge. V okviru 7. Okoljskega programa se bo Evropska unija zavzemala za zmanjševanje odpadkov, ki se jih odlaga. Sežig odpadkov bo omejen na tiste, ki jih ni mogoče ponovno uporabiti oziroma reciklirati [17].

Novembra 2008 je bila sprejeta Direktiva Evropskega parlamenta in sveta o odpadkih [13]. V njej je zapisano, da mora biti prvi cilj vsake politike ravnanja z odpadki zmanjšanje škodljivih vplivov nastajanja odpadkov, in ravnanja z njimi, na zdravje ljudi in okolje. Obenem mora biti cilj zmanjšanje uporabe virov in spodbujanje praktične uporabe hierarhije ravnanja z odpadki. Ta direktiva bo pomagala EU, da se približa „družbi recikliranja“, tj. družbi, ki se poskuša izogibati nastajanju odpadkov in porabljati odpadke kot vir. Direktiva določa 5-stopenjsko hierarhijo ravnanja z odpadki (slika 2), ki se upošteva kot prednostni vrstni red pri načrtovanju politike in pripravi zakonodaje na področju odpadkov, in sicer:

1. preprečevanje nastajanja odpadkov,
2. priprava odpadkov za ponovno uporabo,
3. recikliranje,
4. druga predelava (npr. energetska predelava),
5. odlaganje.



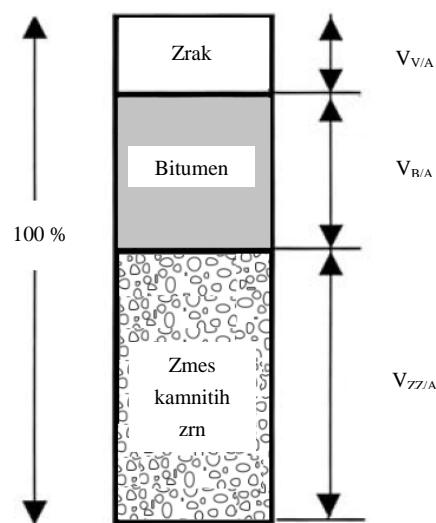
Slika 2: Ravnjanje z odpadki po Evropski direktivi 2008/98/ES [18]

Figure 2: Waste treatment according to 2008/98/ES [18]

Ta hierarhija je znana tudi pod imenom 5R, zaradi angleških izrazov, ki opisujejo 5-stopenjsko lestvico (*angl. reduce, reuse, recycle materials, recycle energy, reject*). Zaradi pomanjkljivosti prenosa Direktive v pravni red držav je bila sprejeta Uredba o odpadkih, kjer je zapisana hierarhija [10].

1.4 Asfaltne mešanice

Asfalt je kompozitni material, sestavljen iz treh osnovnih komponent: kamnitega agregata, veziva in zraka. Najpogosteje se za vezivo uporablja bitumen. Čeprav je delež bitumna v asfaltni mešanici majhen, pa odločilno vpliva na njegovo obnašanje. Na sliki 3 je prikazano razmerje med komponentami v asfaltni mešanici.



Slika 3: Model sestave asfaltne mešanice [1]

Figure 3: Model of asphalt mixture [1]

Največ asfalta uporabljamo v cestogradnji, uporablja pa se tudi v vodogradnji, visokogradnji, industrijski gradnji, na letališčih, deponijah, igriščih ... Asfalt lahko vgradimo v nosilne, obrabne ali zaporne plasti. V spodnjo nosilno plast vgrajena asfaltna zmes mora prevzeti strižne in natezne napetosti, ki nastanejo pod prometno obremenitvijo. Po potrebi mora premostiti lokalno slabša nosilna mesta v podlagi. Asfaltne zmesi za obrabne in zaporne plasti voziščnih konstrukcij morajo prenašati

horizontalne (tangencialne in transverzalne) sile med pnevmatikami in površino voziščne konstrukcije. Zagotoviti morajo primerno ravnost vozišča, torno sposobnost vozišča, zaščititi voziščno konstrukcijo in del cestnega telesa pod njo pred vplivi vremena ter zaščititi voziščno konstrukcijo pred prometno obtežbo, ki jo ustvarjajo vozila. Asfaltne zmesi morajo biti zato odporne proti preoblikovanju, zglajevanju, prekomernemu staranju, razpokanju ter učinkom mraza in soli. Asfalt mora izpolnjevati pogoje glede tesnjenja površine voziščne konstrukcije, dreniranja vozne površine, absorbiranja hrupa, ki ga ustvarjajo vozila, in svetlosti vozne površine.

Poimenovanje asfalta, vgrajenega v nosilne plasti v Sloveniji, je sledeče:

- v veznih nosilnih plasteh je vgrajen **AC bin** (*angl. Asphalt Concrete – binder*),
- v zgornje nosilne plasti je vgrajen **AC base** (*angl. Asphalt Concrete – base*),
- v vezane spodnje nosilne plasti je vgrajen **AC base, stab** (*angl. Asphalt Concrete – base, stabilized*).

V obrabne, zaporne ali obrabnozaporne plasti voziščnih konstrukcij so v Sloveniji vgrajene naslednje zmesi:

- bitumenski beton z oznako **AC surf** (*angl. Asphalt Concrete – surface*),
- drobir z bitumenskim mastiksom z oznako **SMA** (*angl. Stone Mastic Asphalt*),
- drenažni asfalt z oznako **PA** (*angl. Porous Asphalt*),
- liti asfalt z oznako **MA** (*angl. Mastic Asphalt*).

Asfalte lahko delimo tudi glede na predvidene prometne obremenitve, ki jim bodo podvrženi v času uporabe, in sicer v razrede od A1 (izredno težka prometna obremenitev) do A5 (hodniki za pešce, kolesarske steze) [1].

Pri pregledu literature moramo biti pozorni, saj je v ameriški literaturi s pojmom asfalt označen bitumen, v Evropi pa s tem pojmom označujemo asfaltne kompozitne zmesi.

1.5 Kamniti agregat

Delež kamnitega materiala v sestavi asfaltnih zmesi je praviloma med 92 % in 96 % glede na maso oziroma med 80 % in 85 % glede na prostornino asfalta. Osnovna naloga kamnitega materiala v asfaltni zmesi je prenos prometne obremenitve z obrabne na nosilno plast voziščne konstrukcije. Kamniti material je izpostavljen stalnim mehanskim (pritiski, udarci in trenje pnevmatik) in atmosferskim (dež, led, zmrzal in oksidacijski procesi) ter posredno kemijskim vplivom [1].

Za asfalt je zelo pomembna sprijemljivost kamnitega agregata z bitumnom, t. i. adhezijo. Povezava med agregatom in bitumnom neposredno določa trdnost asfaltne mešanice. Agregat na adhezijo vpliva s svojo kemijsko in fizikalno sestavo, površino, poroznostjo in strukturo por [19], [20]. Prisotnost vode v asfaltu pomembno vpliva na adhezijo, in sicer jo poslabšuje. Glede na afiniteto agregata do vode ga ločimo na hidrofilni in hidrofobni agregat. Hidrofilni agregat je po kemijski sestavi kisel in običajno sestavljen iz velikega deleža silicijevega dioksida (kremena). Hidrofobni agregat je kemijsko bazičen in ima nizko vsebnost kremena. Hidrofobni agregat ima pozitiven naboj, kar povzroči močnejšo adhezijo z bitumnom in boljšo vodoodpornost. Posledično imajo hidrofobni agregati višjo odpornost na luščenje bitumna kot hidrofilni agregat [21], [22]. Raziskave potrjujejo, da je za adhezijo bolj pomembna kemijska sestava agregata kot njegova poroznost oz. njegove druge lastnosti [23]. Med hidrofobne aggregate (bazične) uvrščamo: karbonatne kamnine (apnenec, dolomit) in marmor, med hidrofilne (kisle) pa kremen, bazaltnе kamnine in granit. Izbera agregata, ki ga uporabimo v asfaltu, je

običajno pogojena s stroški transporta, zato je največkrat v uporabi lokalno dostopen agregat. Če njegove lastnosti niso najboljše za doseganje ustreznih zahtev za asfalt, jih lahko popravimo s posebnimi dodatki, ki preprečujejo luščenje in izboljšajo adhezijo.

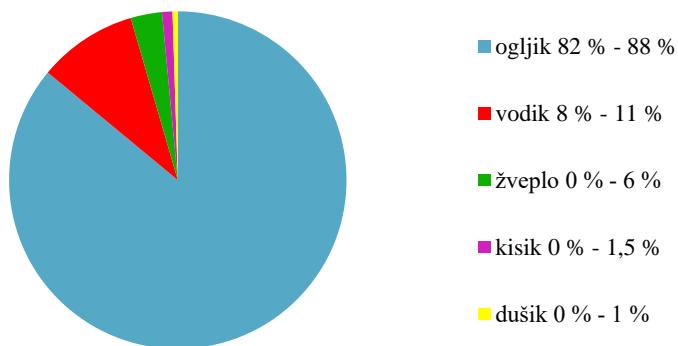
Zmes zrn je prilagojena za vsako posamezno uporabo in je sestavljena iz enega ali več razredov zrn ali frakcij. Obremenitev zmesi zrn je odvisna od mesta vgraditve glede na namen uporabe. Posamezno zrno v zmesi bo tem manj obremenjeno, čim bolj ustrezena je sestava zrn. Zmesi kamnitih zrn so v osnovi opredeljene z vrsto kamnitih zrn in načinom pridobivanja. Predstavimo jih s sejalno krivuljo, ki prikazuje odstotek materiala, ki se preseje oz. ostane na situ. Sejalne krivulje so določene za posamezne asfalte.

Načini pridobivanja zmesi kamnitih zrn so v osnovi zelo različni: izkopavanje, drobljenje ali pa ponovna uporaba recikliranega agregata.

1.6 Bitumen

Bitumen je težko hlapljiva zmes različnih organskih substanc, ki nastane pri predelavi ustreznega zemeljskega olja. Njegovo viskoelastično obnašanje je močno temperaturno odvisno. Bitumen ključno vpliva na asfalt, čeprav je njegov delež v sestavi majhen (okoli 5 %).

Kemijska sestava bitumna je zelo raznolika, saj ga sestavlja več kot dvajset tisoč različnih organskih spojin, večinoma ogljikovodikov. Vsebuje tudi heterociklične spojine, ki imajo različne atome, npr. žveplo, dušik in kisik. V bitumnu v majhnih sledeh najdemo tudi kovine kot so: vanadij, nikelj, železo, magnezij in kalcij [24]. Bitumni iz različnih virov vsebujejo različne atome snovi. Ti heterogeni atomi vplivajo na polarnost bitumna in zato bistveno spreminjajo njegove lastnosti. Elementna sestava (razmerje mas elementov) povprečnega bitumna je vidna na sliki 4.

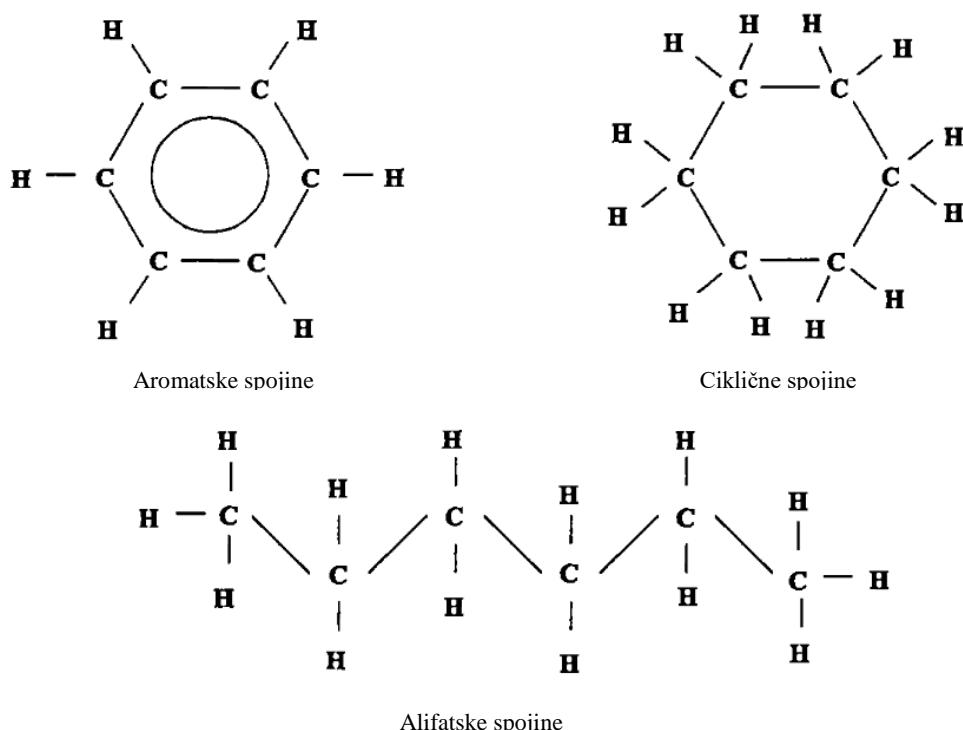


Slika 4: Elementna sestava povprečnega bitumna

Figure 4: The elemental content of average bitumen

Bolj kot sama elementna sestava bitumna je pomembna njegova molekulska struktura [25]. V bitumnu najdemo spojine od nepolarnih nasičenih ogljikovodikov do zelo polarnih cikličnih spojin. Organske spojine v bitumnu delimo na tri glavne tipe (slika 5):

- alifatske spojine,
- ciklične spojine in
- aromatske spojine.



Slika 5: Tipi molekul v bitumnu [24]

Figure 5: Types of molecules found in bitumen [24]

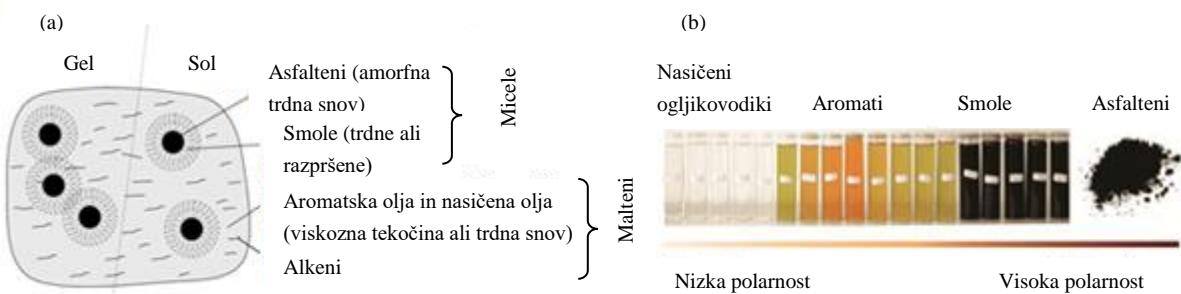
Obnašanje bitumna je odvisno od načinov interakcij med temi skupinami. Molekule so med seboj povezane s šibkimi vezmi, ki jih lahko pretrgamo s toploto ali strižno silo [24].

Natančna sestava bitumna je odvisna od surovine in procesa, s katerim je pridobljen bitumen. Ker bi bila celovita in natančna analiza bitumna neracionalna in nesmiselna, se je razvilo več načinov za razdelitev bitumna v manjše homogene podfrakcije. Razvrstitev temelji na topnosti oz. netopnosti posameznih podskupin v različnih topilih in njihovi polarnosti. Najbolj znana taka razvrstitev deli sestavine bitumna v štiri podskupine: asfaltene (*angl. asphaltens*), smole (*angl. resins*), aromate (*angl. aromatics*) in nasičene ogljikovodike (*angl. saturates*) in je prikazana na sliki 6. Zaradi začetnic angleških poimenovanj omenjenih skupin se tehnika razvrstitev imenuje *SARA* tehnika [24], [26].

Asfalteni so črne ali rjave amorfne trdne snovi, ki poleg ogljikovodikov vsebujejo dušik, žveplo in kisik. Predstavljajo med 5 in 25 % mase bitumna. Asfaltene sestavljajo zelo polarne, kompleksne aromatske spojine. Imajo veliko molekulsko maso med 1000 g/mol in 100000 g/mol, velikost delcev je od 5 nm do 30 nm, razmerje atomov vodik/ogljik pa je okoli 1,1. Vplivajo na fizikalne lastnosti bitumna, kot sta temperatura prehoda T_g in viskoznost. Povečevanje deleža asfaltenov povzroči večjo trdnost bitumnov.

Smole so večinoma sestavljene iz ogljikovodikov, z majhnimi dodatki kisika, žvepla in dušika. So temnorjave trde ali poltrde zelo polarne snovi, zato imajo visoko adhezijo. Sestavljajo med 30 in 45 % bitumna. V smoli so razpršeni asfalteni in njihovo razmerje pove, ali se bitumen obnaša kot raztopina (*angl. solution, sol*) ali gel (*angl. gelatinous, gel*). Imajo molekulsko maso med 500 g/mol in 50000 g/mol, velikost delcev je od 1 nm do 5 nm, razmerje atomov vodik/ogljik pa je med 1,3 in 1,4.

Aromatske spojine imajo najnižjo molekulsko maso (med 300 g/mol in 2000 g/mol) in predstavljajo večino medija, v katerem so razpršeni asfalteni. So temnorjava viskozna tekočina in predstavljajo med 40 in 65 % bitumna. V glavnem so sestavljene iz nepolarnih, nenasičenih ogljikovodikovih obročev. Nasičeni ogljikovodiki predstavljajo med 5 in 20 % bitumna. Pri sobni temperaturi so brezbarvna oz. svetla tekočina. Sestavljeni so iz ravnih ali razvejanih verig alifatskih ogljikovodikov, redko so prisotni tudi aromatski obroči. Njihova povprečna molekulsa masa je okoli 600 g/mol, razmerje atomov vodik/ogljik pa je blizu 2.



Slika 6: (a) Splošni model sestave bitumna [27] in (b) SARA skupine bitumna [28]

Figure 6: (a) Bitumen model [27] and (b) SARA bitumen functional groups [28]

Poleg tehnike SARA je uveljavljena tudi Corbettova tehnika razdelitve komponent bitumna v podfrakcije. Ta tehnika temelji na razvrstitvi tako, da se na podlagi topnosti v n-heptanu loči frakcija asfaltenov, nato pa sledi selektivna kromatografska razdelitev preostanka raztopine (malteni) na podlagi njihove polarnosti. Tako dobimo štiri frakcije: asfaltene (*angl. asphaltens*), polarne aromate (*angl. polar aromatics*), ciklične aromate (*angl. naphthene aromatics*) in nasičene ogljikovodike (*angl. saturates*) [24], [29].

Asfalteni so najbolj polarna skupina.

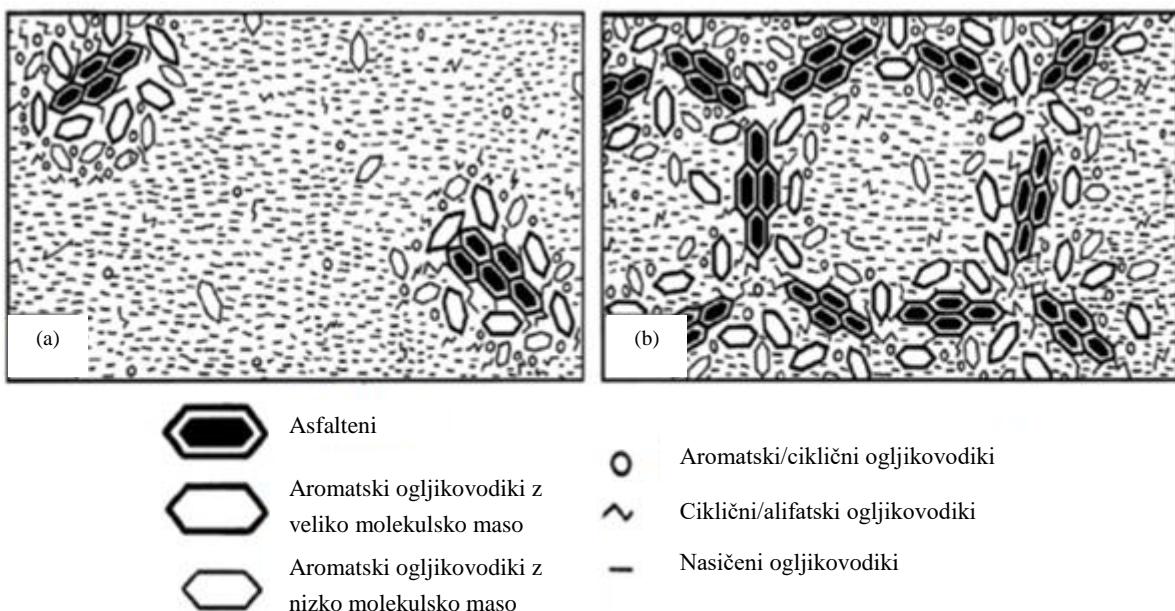
Polarne aromate sestavljajo kondenzirani obroči aromatov in funkcionalne skupine, ki vsebujejo različne atome. V polarnih aromatih so razpršeni asfalteni. Njihov polarni značaj narekuje močno adhezivne lastnosti.

Naftni aromati so viskozna tekočina in v večji meri sestavljajo medij, v katerem so razpršeni asfalteni. Vsebujejo kondenzirane nearomatske in aromatske obroče, prisotni pa so tudi različni atomi, npr. žveplo, kisik in dušik.

Skupino nasičenih ogljikovodikov predstavlja viskozno olje brez kemijskih funkcionalnih skupin. Molekule te skupine so nepolarne, vsebujejo pa nasičene ravne ali razvejane ogljikovodike (alifatske spojine), nasičene ciklične ogljikovodike, poleg žvepla pa lahko vsebujejo tudi manjše količine aromatskih ogljikovodikov.

Bitumen obravnavamo kot koloid. To pomeni, da so asfaltenske micele razpršene ali raztopljene v oljnatem mediju t. i. maltenih (smole, aromati in nasičeni ogljikovodiki). Prvi je koloidno strukturo predlagal Rosinger v letu 1914, Nellesteyn pa je prvi objavil opis leta 1923 [26]. Koloidni model sta nadgradila Pfeifer in Saal [30]. Sistem vsebuje aromatska jedra, obdana z manj aromatskimi molekulami, ki so razpršena v alifatski fazi (topilo). Med razpršeno fazo in topilom ni jasne meje; gre za prehod od nizke do visoke aromatičnosti. Če ima bitumen zadostno količino smol in aromatov, so

asfalteni razpršeni in nastanejo t. i. sol bitumni. Če pa se asfalteni ne morejo razpršiti, nastanejo t. i. gel bitumni. Shematski prikaz sol in gel bitumnov je prikazan na sliki 7. V realnosti so bitumni nekje vmes med obema skrajnjima mejama.



Slika 7: Originalni koloidni sistem: (a) sol in (b) gel bitumen [27]

Figure 7: The original colloidal system: (a) sol and (b) gel bitumen [27]

Koloidni model razloži razlike v reološkem obnašanju sol in gel bitumnov. Sol bitumni izkazujejo newtonsko obnašanje, gel bitumni pa nenewtonsko obnašanje [31]. Sol bitumni imajo nizko koncentracijo asfaltenov, zato se micele asfaltenov prosto premikajo v homogenem materialu. So temperaturno občutljivi, vendar za njih dobro velja načelo časovno-temperaturne superpozicije. Za gel bitumne so značilni dolgi relaksacijski spektri in majhno spreminjanje faznega zamika z dinamičnim modulom. Načelo superpozicije za njih ne velja vedno. V praksi se reološke lastnosti realnih bitumnov nahajajo med lastnostmi sol in gel bitumnov, zato jih lahko imenujemo viskoelastični sol-gel bitumni [32].

Cestogradbeni bitumni so razvrščeni v posamezne tipe na podlagi fizikalnih lastnosti, med katerimi sta najpomembnejši vrednosti penetracije [33] in zmehčišča [34].

1.6.1 Staranje bitumna

Bitumen v asfaltu se postara že med samo proizvodnjo, transportom in vgradnjo asfalta (t. i. kratkotrajno staranje). Staranje se nato nadaljuje tudi med uporabo asfalta (t. i. dolgotrajno staranje). Na procese staranja vpliva več dejavnikov, ki so zapisani v preglednici 1. Najpomembnejši med njimi so: temperatura, UV sevanje in izpostavljenost kisiku.

Preglednica 1: Faktorji, ki vplivajo na staranje bitumna [35]

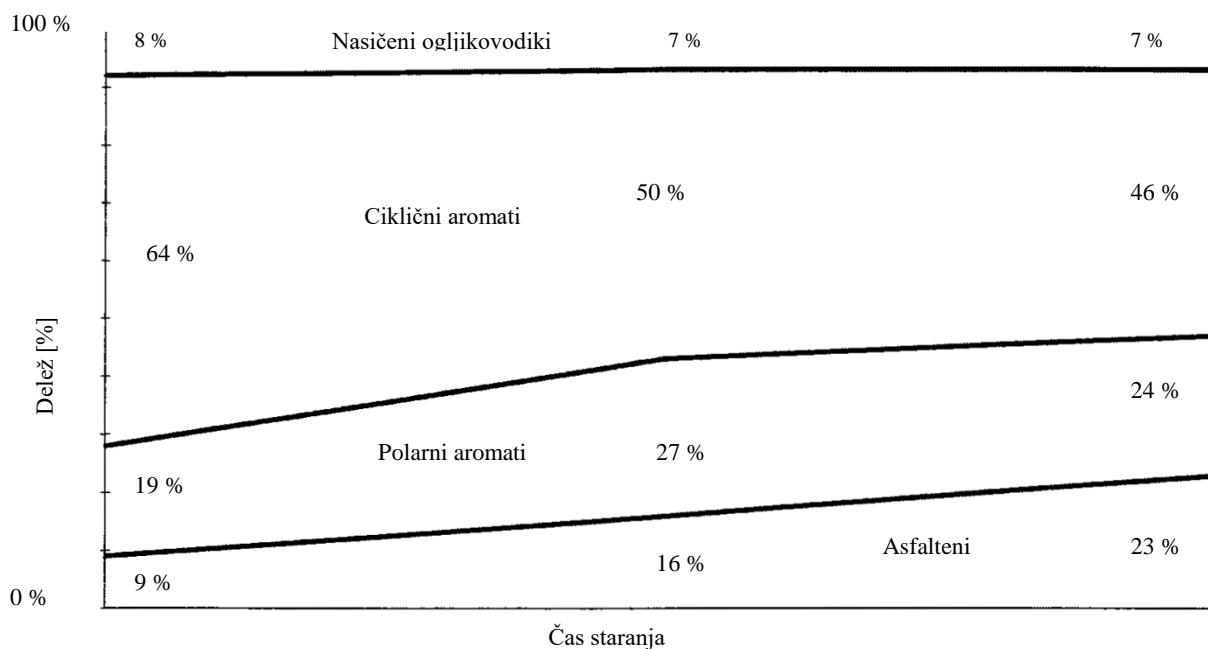
Table 1: Factors affecting bitumen ageing [35]

Faktor	Vpliv na faktor				Mesto vpliva	
	Čas	Temperatura	Kisik	UV sevanje	Na površini	V masi
Oksidacija (v temi)	x	x	x		x	
Oksidacija (direktna svetloba)	x	x	x	x	x	
Izhlapevanje	x	x			x	
Polimerizacija	x	x			x	x
Fizikalno otrjevanje	x				x	x
Izcejanje olj	x	x			x	
Vpliv vode	x	x	x	x	x	
Vpijanje v agregat	x	x			x	x
Mikrobiološko propadanje	x	x	x		x	x

Staranje lahko razdelimo na dva glavna mehanizma: povratno in nepovratno. Pomembnejše je nepovratno staranje, pri katerem se spremenijo kemijske lastnosti veziva. Med te procese štejemo: oksidacijo, izgubo hlapljivih komponent in izcejanje olja. O povratnem mehanizmu govorimo pri fizikalnem otrjevanju [25], [36], [37].

Izmed naštetih je oksidacija glavni razlog staranja bitumna [24]. Bitumen v stiku z zrakom počasi oksidira. Aktivne spojine v bitumnu reagirajo s kisikom in s procesom oksidacije, kondenzacije ter polimerizacije nastanejo visoko polarne spojine. Nastale polarne spojine se povežejo v micle, ki imajo veliko molekulsko maso ter povzročijo otrjevanje bitumna (nastanek gelske strukture bitumna) in povišanje viskoznosti. Bitumen postane trši in manj fleksibilen [24]. Izhlapevanje komponent pri cestogradbenih bitumnih ni pogosto. Izcejanje pa je proces, ki je odvisen tudi od poroznosti agregata [36]. Med staranjem se delež asfaltenov na račun maltenov povečuje, kar pomeni, da delež trdne snovi narašča, delež tekoče snovi pa se zmanjšuje [38].

Spremembe v kemijski sestavi bitumna so prikazane na sliki 8. V splošnem gre pri staranju bitumna za prehajanje komponent od nepolarnih k polarnim frakcijam. Vidimo, da delež asfaltenov narašča s staranjem, medtem ko se delež cikličnih aromatov znižuje s časom oksidacije. V začetni fazi je nižanje njihove vsebnosti precej večje kot v končni fazi, kjer je upadanje manjše. Polarni aromati naraščajo do neke vrednosti, nato pa začne njihova količina upadati. Naraščanje njihovega deleža sovpada z intenzivnim redčenjem cikličnih aromatov v začetku staranja. Ko se manjšanje cikličnih aromatov stabilizira, se začne delež polarnih aromatov zniževati. Začetno naraščanje polarnih aromatov je posledica večjega prispevka iz cikličnih aromatov, kot je izguba zaradi transformacije v asfaltene. Ko se zmanjševanje frakcije cikličnih aromatov upočasni, je izguba zaradi transformacije v asfaltene večja, zato se delež polarnih aromatov zmanjša. Delež polarnih aromatov med staranjem narašča ali pa se zmanjšuje, odvisno od tega, koliko se jih transformira v asfaltene in koliko jih nastane iz cikličnih aromatov. V splošnem pa se delež vseh aromatov, polarnih in cikličnih, v procesu staranja znižuje. Frakcija nasičenih ogljikovodikov se malenkostno zniža med staranjem, kar je najverjetneje posledica izhlapevanja.

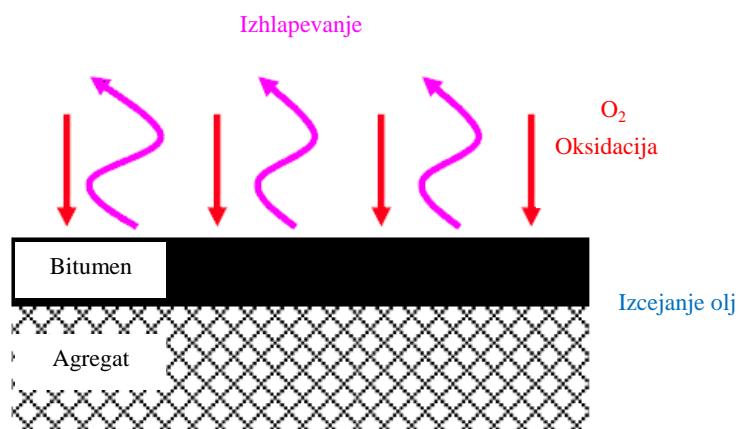


Slika 8: Spremembe frakcijske sestave bitumna zaradi staranja [24]

Figure 8: Changes in fractional chemical composition as a function of ageing [24]

Vidimo, da se zaradi staranja delež maltenov zmanjšuje, saj se transformira v asfalteno. Ker je tako na voljo manjši delež maltenov, v katerem se lahko asfalteni razpršijo, nastane flokulacija asfaltenov [39].

Večina procesov staranja, ki vplivajo na sestavo bitumna, se zgodi na dveh stičnih površinah: na stiku bitumna z zrakom in stiku bitumna z agregatom (slika 9).



Slika 9: Glavni procesi staranja bitumna [35]

Figure 9: Major bitumen ageing processes [35]

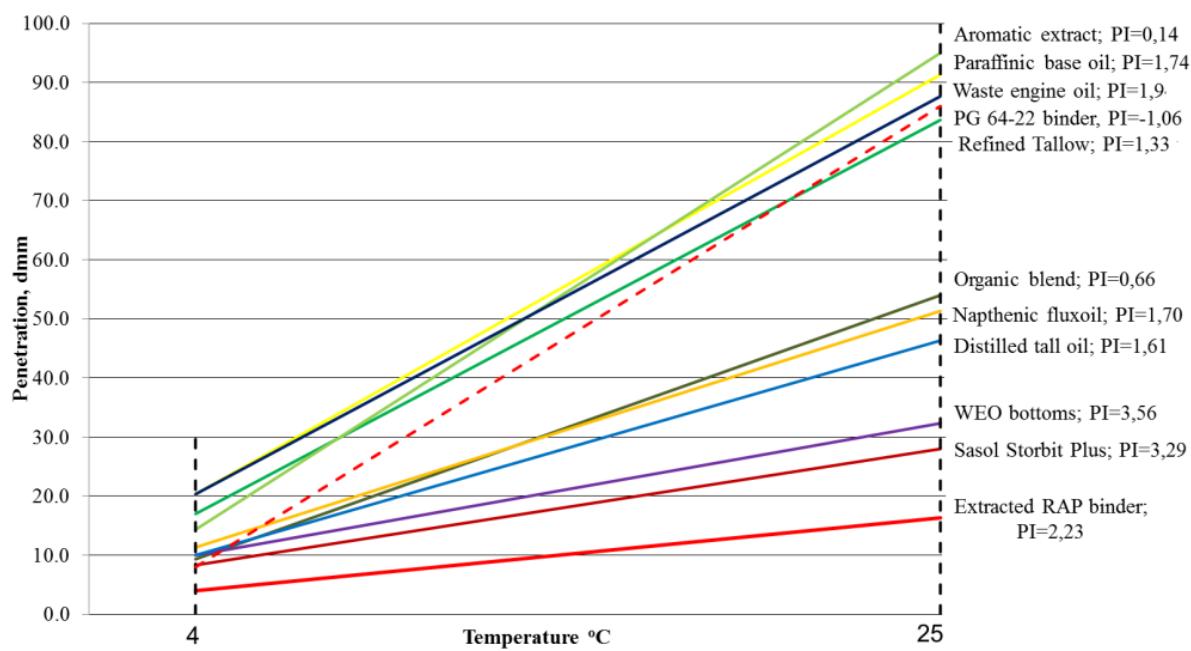
Bitumen postane zaradi staranja bolj trd in krhek, njegova viskoznost se poveča, poslabšata se adhezija in kohezija, kar vodi do površinskega izletavanja agregatnih zrn in nastanka razpok [40]. Zaradi spremenjanja komponent se reološko obnašanje postaranega bitumna razlikuje od reološkega obnašanja svežega bitumna [41].

Za simuliranje staranja v laboratoriju je na voljo več metod. Za ponazoritev kratkotrajnega staranja so najbolj pogoste metode TFOT (*angl. Thin Film Oven Test*), RTFOT (*angl. Rolling Thin Film Oven Test*) in RFT (*angl. Rotating Flask Test*). V našem delu smo uporabili metodo RTFOT, kjer je bitumen krajši čas izpostavljen povišani temperaturi, ki je v območju delovnih temperatur bitumna. Za ponazoritev dolgotrajnega staranja sta znani metodi RCAT (*angl. Rotating Cylinder Ageing Test*) in PAV (*angl. Pressure Ageing Vessel*). Uporabili smo metodo PAV, pri kateri je bitumen daljši čas izpostavljen povišanemu tlaku in povišani temperaturi, ki pa je nižja kot pri RTFOT testu. Obe metodi sta opisani v poglavju 4.1.

1.7 Pomlajevalec

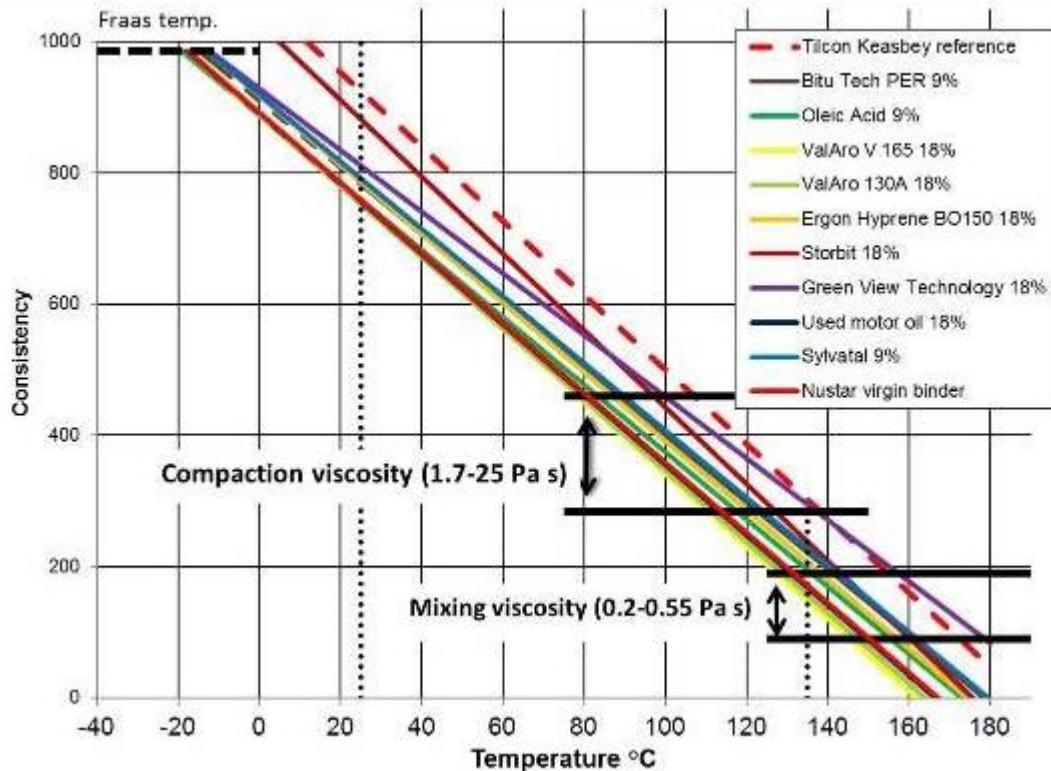
Med uporabo se bitumen v asfaltu zaradi različnih dejavnikov postara in njegove lastnosti niso več primerljive z lastnostmi, ki jih ima svež bitumen. Da bo asfalt z RA dosegel zahtevane tehnične standarde, je potrebno pri reciklaži dodati pomlajevalec. Prvi pomlajevalec so uporabili že leta 1960 [42]. Skozi leta se je kot pomlajevalec uporabilo več različnih snovi, katerih osnova je naftni derivat ali organska substanca: emulzije, oljnate komponente z visokim deležem maltenov, mehki bitumen z visoko penetracijo, terciarne amine, odpadna rastlinska olja, odpadna motorna olja, različne kombinacije naštetih materialov, komercialni pomlajevalci (Storbit in Storflux [43], Rheofalt® HP-EM [44], Cyclogen (Tricor refining) [45], Anova [46], McASphalt rejuvenator [47]). V našem delu smo uporabili pomlajevalec, narejen iz odpadnih gum s postopkom pirolize, t. i. alternativni pomlajevalec.

Potrebno je razlikovati med dodatki, ki znižujejo viskoznost in mehčajo bitumen, to so t. i. dodatki za mehčanje, in pomlajevalci. Pomlajevalci morajo zagotoviti homogeno vezivo, v katerem so asflateni razpršeni in sta preprečeni njihova sedimentacija oz. flokulacija [36]. Raziskave kažejo, da morajo imeti pomlajevalci visok delež maltenov, t.j. frakcije cikličnih in polarnih aromatov [48], in nizek delež nasičenih ogljikovodikov, ki pospešujejo staranje [49]. Naloga pomlajevalca je, da obnovi lastnosti postaranega bitumna. V osnovi je njihovo delovanje tako, da vrnejo kemijsko sestavo postaranega bitumna v prvotno stanje [50]. Zmehčati morajo togost oksidiranega bitumna, znižati njihovo viskoznost in obnoviti razmerje med asfalteni in malteni [51]. Na sliki 10 je prikazano, kako se je vrednost penetracije ekstrahiranega RA bitumna zviševala po dodatku različnih pomlajevalcev; to pomeni, da je bitumen po dodatku pomlajevalca postal mehkejši. Visoko aromatski pomlajevalci izboljšajo odpornost na otrjevanje in zmanjšajo občutljivost na temperaturo [38]. Pomlajevalci omogočajo vgradnjo pri nižjih temperaturah, kar zmanjša stroške proizvodnje, porabo energije in je okoljsko bolj sprejemljivo. Nižje temperature pri vgrajevanju omogočajo, da se povečajo razdalje transportiranja in čas vgradnje [52]. Na sliki 11 je prikazano zmanjševanje viskoznosti bitumna zaradi dodanih različnih pomlajevalcev, kar pomeni tudi zniževanje temperature mešanja in vgrajevanja. Poleg tega, da pomlajevalec omogoča ponovno vgradnjo starega bitumna v asfalt, hkrati optimizira tudi kemične lastnosti glede trajnosti.



Slika 10: Vrednosti penetracije bitumna z dodanimi različnimi pomlajevalci [53]

Figure 10: Penetration values of rejuvenated asphalt [53]



Slika 11: Zniževanje viskoznosti in temperatur mešanja in vgradnje zaradi vpliva pomlajevalca [54]

Figure 11: Decreasing the viscosity and temperatures of mixing and compaction because of rejuvenators influence [54]

Da bo pomlajevalec učinkoval, mora prodati v postaran bitumen, biti mora enoten v vseh serijah in primeren za uporabo. To pomeni, da se pri uporabi ne smejo pojaviti ali povečati zdravju škodljivi učinki [36]. Navsezadnje pa je zelo pomembna tudi kompatibilnost pomlajevalca z dodanim svežim

bitumnom. Pomlajevalec, postaran bitumen iz RA in dodan svež bitumen morajo tvoriti homogeno vezivo, ki enakovredno nadomešča uporabo izključno svežega bitumna. Tako vezivo lahko uspešno uporabimo pri mešanicah asfalta z dodanim RA.

1.8 Piroliza in pirolitski produkti

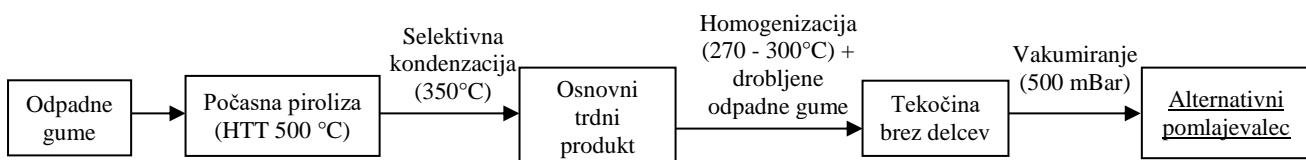
Piroliza je starodaven proces, ki ga pri nas poznamo v obliki kuhanja oglja, t. i. oglarjenja. V tehničnem smislu je piroliza proces, pri katerem poteka kemičen razkroj snovi pri povišanih temperaturah in brez prisotnosti kisika.

V prejšnjih poglavijih je bilo zapisano, da je odlaganje odpadnih gum na odlagališčih prepovedano. Proizvodnja gum narašča, kar pomeni, da je vsako leto več odpadnih gum, ki jih moramo ustrezno obravnavati. Eden izmed načinov je piroliza odpadnih gum. Uporaba pirolize v gumarstvu sega že v dvajseta leta prejšnjega stoletja. Več poskusnih postopkov z različnimi tehnologijami se je v svetu uveljavilo v šestdesetih letih. Prve poskuse pirolize v industrijske namene so uporabili Američani v sledečem desetletju. Razvoj pirolize gume se je v naslednjih letih nadaljeval, razmah pa se je začel v devetdesetih letih in traja še danes [55]. Piroliza je primeren postopek obdelave odpadnih gum, saj ima majhen vpliv na okolje, hkrati pa pridobimo produkte, ki jih lahko nadalje uporabimo.

V preteklosti so pirolitske produkte iz odpadnih gum že uporabili za modifikacijo bitumna. Predvsem Roy s sodelavci je opravil veliko raziskav na tem področju [56], [57], [58], [59], vendar pa so bili njihovi produkti uporabljeni kot dodatki za zmanjševanje temperaturne občutljivosti bitumna. Do sedaj se pirolitski produkt iz odpadnih gum še ni uporabljal kot pomlajevalec.

Pirolitski produkti so bili v naših raziskavah pridobljeni s postopkom počasne pirolize [60]. Proces pirolize smo spremenjali tako, da smo spremenjali čas trajanja (od 10 min do 150 min) in temperaturo pirolize (od 280 °C do 500 °C). Dobljene pirolitske produkte smo nato modificirali z različnimi olji in z drobljeno gumo. Končni pirolitski produkti so bili podobni bitumnu. Njihove lastnosti smo ovrednotili z mehanskimi testi za določanje lastnosti bitumna. Na podlagi rezultatov smo se odločili, da je izmed štirinajstih proizvedenih in modificiranih pirolitskih produktov za vlogo alternativnega pomlajevalca najbolj primeren pirolitski produkt 14.

Ker so postopki proizvodnje pirolitskih produktov poslovna skrivnost, njihovega natančnega postopka proizvodnje v disertaciji nismo navajali. V nadaljevanju je opisan samo kratek potek postopka izdelave pirolitskega produkta 14. Pridobljen je bil s postopkom počasne pirolize. Hlapi pri visokih temperaturah so bili kondenzirani in nato modificirani z drobljeno gumo. Selektivna kondenzacija vročih pirolitskih plinov iz pirolitske šarže ($1,5 \text{ m}^3$) je potekala pri 350 °C. Najvišja temperatura, pri kateri je potekala piroliza, je bila 500 °C, to je t. i. najvišja procesna temperatura (*angl. the highest treatment temperature, HTT*). Tako smo dobili trden produkt, podoben bitumnu. V nadaljevanju je bil produkt homogeniziran pri temperaturah med 270 in 300 °C v mešalniku skupaj s 25 % deležem drobljenih odpadnih gum (velikost delcev je bila med 0,5 in 2 mm). Tekočina brez delcev je bila vakumirana pri tlaku 500 mBar, da so se odstranile lažje frakcije. Po končanem procesu vakumiranja smo pridobili končni pirolitski produkt (označen s PP), ki smo ga uporabili kot pomlajevalec. Grafični prikaz izdelave je prikazan na sliki 12.



Slika 12: Grafični prikaz postopka izdelave alternativnega pomlajevalca

Figure 12: Graphical presentation of alternative rejuvenator preparation

Pirolitski produkti lahko vsebujejo visoke koncentracije škodljivih policikličnih aromatskih ogljikovodikov (*angl. polycyclic aromatic hydrocarbons, PAH*) [55], zato smo najvišjo temperaturo pirolize omejili na 500 °C, kar je relativno nizka temperatura za proces pirolize. Na ta način smo dobili produkt, ki vsebuje nižji PAH delež kot poročajo drugi [55], [61].

1.9 Obrazložitev motivacije za delo in namen dela

Odpadki so pri današnjem načinu življenja neizogibni. Zaradi vse večje okoljske ozaveščenosti, predvsem pa zaradi ekonomičnosti, smo v položaju, ko moramo odpadke obravnavati kot vir nadaljnje oz. ponovne uporabe. V pričajoči doktorski disertaciji smo imeli opravka z odpadki na dveh ravneh. Najprej smo iz odpadkov izdelali alternativni pomlajevalec. Surovina za izdelavo alternativnega pomlajevalca so bile odpadne gume. V nadaljevanju naloge smo alternativni pomlajevalec uporabili za povečanje stopnje deleža RA v asfaltni mešanici.

Sprva smo raziskali več pirolitskih produktov in izbrali primerenega za vlogo pomlajevalca. V nadaljevanju smo izvedli mehansko in reološko karakterizacijo bitumna z dodanim pomlajevalcem. Teste smo izvajali na svežem in staranem bitumnu, da smo dobili vpogled v delovanje pomlajevalca. Pripravljene mešanice smo najprej ovrednotili s standardnimi metodami. Za natančno karakterizacijo mešanic smo jih v nadaljevanju preiskovali z nestandardnimi metodami. Med te spadajo: oscilacijske tehnike in testi lezenja ter obnove pri statičnih pogojih na dinamičnem strižnem reometru. Izmerjene materialne module viskoelastičnih snovi, v našem primeru bitumna, ne moremo podati v obliki konstant, temveč jih nadomestimo z materialnimi funkcijami. Za popoln opis viskoelastičnega obnašanja potrebujemo 21 materialnih funkcij. V disertaciji smo izmerjene materialne funkcije bitumna s postopkom interkonverzije pretvorili v druge materialne funkcije. Viskoelastične lastnosti bitumna smo proučevali tudi z različnimi mehanskimi modeli.

Nadalje smo preiskovani bitumen vgradili v asfaltne mešanice. Asfaltnim mešanicam smo dodajali različne količine recikliranega asfalta in pomlajevalec. Mehansko stabilnost asfaltnih mešanic smo ovrednotili s standardnimi asfaltimi raziskavami, kot so: odpornost asfalta proti preoblikovanju (nastajanju kolesnic), določanje odpornosti na vodo ter obnašanje asfalta pri nizkih temperaturah.

Namen dela je bil preveriti, ali lahko z uporabo alternativnega pomlajevalca povečamo delež recikliranega asfalta v asfaltni mešanici.

2 PREGLED STANJA

2.1 Recikliranje asfaltnih mešanic

Na koncu življenjske dobe ceste, ko ta zaradi poškodb ne ustreza več pogojem za promet, jo je potrebno obnoviti. Po odstranjevanju stare, poškodovane ceste dobimo odpadni asfalt, ki ga lahko ponovno uporabimo, saj je asfalt material, ki ga lahko popolnoma recikliramo. Odpadni asfalt tako lahko postane ponovno uporabljen ali recikliran asfalt (RA). Prednosti reciklaže asfalta so: ohranjanje naravnih materialov, omejevanje negativnih učinkov na okolje, prispevek k trajnosti, lastnosti recikliranega asfalta so primerljive lastnostim osnovnega materiala, recikliranje pomeni tudi finančni prihranek, zmanjšanje količine odpadkov... Vendar pa se moramo zavedati, da se RA med prvotno uporabo obrabi, poškoduje in postara, zato se njegove prvotne lastnosti spremenijo. Pred ponovno uporabo ga je potrebno zato raziskati, še posebej to velja za bitumen iz RA, in presoditi nadaljnje ukrepe za uporabo RA (količino in kakovost dodanega svežega bitumna in kamenega agregata).

Zgodovina uporabe recikliranega asfalta je stara toliko kot sama cestogradnja, saj se je, najverjetneje, material iz obnove porabil pri gradnji novih cest [62]. Zgodovina sodobnega recikliranja sega v leto 1915 [63]. Redna uporaba recikliranega asfalta se je začela v sedemdesetih letih prejšnjega stoletja v času naftne krize. Tedaj so se cene naftnih derivatov močno povečale, zato je narasla cena bitumnu, ki se najpogosteje uporablja kot vezivo v asfaltu. Cena bitumna bistveno vpliva na končno ceno asfalta, saj predstavlja tretjino ali več končne cene [62]. Sprva se je recikliran asfalt uporabljal samo za izgradnjo nasipov ali pa v nevezanih plasteh, nato tudi za popravilo cest ali za izgradnjo cest z lažjo obremenitvijo. Sedaj, po letih uporabe in novega znanja, pa lahko reciklirani asfalt prav tako dobro uporabimo tudi pri težje obremenjenih prometnih površinah. V Sloveniji je ponovna uporaba materialov v cestogradnji opisana v tehnični specifikaciji TSC 06.800 [64]. Uporaba te smernice je neobvezna. V slovenskem standardu SIST EN 13108-8 [65] najdemo opis ponovno uporabljenega asfalta in nekaj zahtev, ki naj jih izpolnjuje.

V Združenih državah Amerike imajo te regulative mnogo bolje urejene, zato ne preseneča, da je asfalt v ZDA odpadek, ki se ga v največji meri reciklira [66]. že od leta 1962 imajo raziskovalni program (*angl. National Cooperative Highway Research Program, NCHRP*) za opravljanje raziskav, načrtovanje, projektiranje, gradnjo, obratovanje in vzdrževanje avtocest. V poznih osemdesetih letih prejšnjega stoletja so vpeljali dodatni raziskovalni avtocestni program (*angl. Strategic Highway Research Program, SHRP*). Prvi SHRP je imel pomemben doprinos predvsem pri tehničnih zahtevah, npr. uvedbi novih metod, preizkusov, naprav, pa tudi zahtev za gradbene materiale, asfaltiranje in zimsko vzdrževanje. Drugi SHRP postavlja v ospredje človeški faktor in varnost avtocest. V ameriški tehnični smernici programa NCHRP iz leta 2001 [67] je pojasnjeno, da je vpliv postaranega bitumna v recikliranem asfaltu na svež bitumen odvisen od količine dodanega recikliranega asfalta. Pri uporabi recikliranega asfalta se moramo zavedati njegove spremenljivosti. RA je namreč odstranjen iz stare ceste in vsebuje prvoten material, poleg tega pa tudi material raznih popravil in morebitnih prevlek. V recikliranem asfaltu so zmešane odstranjene zaporne, obrabne in vezne plasti. Priporočeno je, da se recikliran asfalt različnih odsekov shranjuje posebej in se med seboj ne meša. To lahko tudi pogojuje količino dodanega recikliranega asfalta k svežemu asfaltu. Vzorce recikliranega asfalta lahko odvzamemo na cesti (preden je asfalt odstranjen) na mestu, kjer je skladiščen, ali pa iz tovornjaka. Ko je odstranjen ves bitumen iz recikliranega asfalta, lahko naredimo raziskave recikliranega agregata, ki

mora ustrezati enakim zahtevam kot svež agregat. Posebno pozornost moramo nameniti vlagi v recikliranem agregatu.

Skozi leta so bile razvite številne metode za reciklažo asfalta. Razdelimo jih glede na mesto, kjer poteka reciklaža: na mestu (*angl. in situ*) ali v asfaltni bazi (*angl. in plant*). Lahko pa jih razdelimo tudi glede na temperaturo, na katero segrejemo recikliran material. Tako poznamo vroče in hladne metode. Recikliran asfalt lahko pridobimo na različne načine: z rezkanjem (vroče ali hladno) ali z drobljenjem. Pri vročem rezkanju segrevanje ne sme biti premočno, sicer se lahko spremenijo lastnosti vezivnih sredstev. Pri hladnem rezkanju se lastnosti veziva v rezkanem materialu ne spremenijo, vendar prihaja do razbitja kamnitih zrn [68].

V asfaltni bazi, ki uporablja RA, so potrebne posebne shranjevalne enote za shranjevanje odstranjenega asfalta. Tudi samo asfaltno bazo je potrebno prilagoditi, če želimo uporabljati več kot 10 % RA. Količina dodanega RA je odvisna tudi od načina recikliranja. Pri hladnem recikliranju v asfaltni bazi (recikliran agregat je posredno gret s svežim agregatom) je delež recikliranega asfalta med 10 in 40 %, odvisno od njegove vlažnosti. Pri vroči metodi je recikliran agregat segret neposredno v dodatnem sušilnem bobnu in tako se količina recikliranega asfalta poveča na 30 do 80 %. Če recikliran agregat segrevamo v istem sušilnem bobnu kot svež agregat (le na različnih koncih bobna), je količina recikliranega asfalta omejena na 35 % [69].

Izsledki NCHRP raziskav [70] so pokazali, da lahko manjše količine recikliranega asfalta (od 10 % do 15 %) uporabimo brez dodatnih raziskav obstoječega bitumna v recikliranem asfaltu. Pri takih količinah RA je količina postaranega bitumna premajhna, da bi lahko vplivala na asfalt, v katerega je vgrajen RA. Pri količini 15 % RA je potrebno izbrati mehkejši sveži bitumen. S tem upoštevamo vpliv otrdelega bitumna iz RA. Pri dodanemu RA, ki presega količino 20 %, pa je potrebno ekstrahirati bitumen in ga raziskati. Rezultati kažejo, da lahko pri uporabi mehkejših svežih bitumnov dodamo večjo količino RA.

Lastnosti asfalta, ki vključuje recikliran asfalt, so bile in so še danes predmet številnih raziskav. Zanimajo nas predvsem vplivi RA na mehanske lastnosti končne mešanice asfalta. Na lastnosti asfalta bistveno vplivata postaran bitumen iz RA in količina dodanega RA. Postaran bitumen iz RA je trd in ima višjo viskoznost, kar pomeni, da se njegova togost pri vseh temperaturah in frekvencah obtežbe poveča. Pri visokih temperaturah to pomeni izboljšavo, saj je asfalt bolj odporen na trajne deformacije. Pri srednjih in nizkih temperaturah pa asfalt postane bolj krhek in njegova odpornost na razpoke se zmanjša. Pri uporabi RA se star in svež bitumen v določeni meri mešata. Prav stopnja mešanja ima direkten vpliv na togost. Če sta star in svež bitumen homogenizirana, se togost poveča in kolesnice nastanejo pri višji temperaturi. Če je mešanje slabo, se asfalt lahko obnaša, kot da je prisoten samo svež bitumen. Ni nujno, da bodo zaradi tega razpoke nastale pri nižjih temperaturah, vendar pa bodo deformacije nastale pri višjih temperaturah. Dejanska stopnja mešanja starega in svežega bitumna je odvisna od več faktorjev: togosti starega bitumna, kompatibilnosti starega in svežega bitumna, asfaltne baze, temperature mešanja, količine dodanega RA ... [71].

Copeland je v svoji raziskavi iz leta 2011 [72] ugotovil, da se v ZDA v povprečju vgrajuje približno 12 % RA v nove asfalte. Samo polovica držav ZDA uporablja več kot 20 % RA, čeprav je dovoljeno uporabiti do 30 % RA. Možnih odgovorov na vprašanje, zakaj tako majhna uporaba RA, je več, med drugimi pomanjkanje RA in njegove raznolikosti, pomanjkanje izkušenj, nepoznavanje uporabe RA ... Zaključki te raziskave potrjujejo, da je RA dragocen in kakovosten material, ki lahko nadomesti sveže

in drage materiale. Odločitev za uporabo RA večinoma temelji na ekonomskem preračunu. Količina RA do 30 % ni povzročila sprememb pri obnašanju in življenjski dobi asfalta v primerjavi z asfaltom iz svežih materialov.

Shu in soavtorji [73] so v svoji raziskavi preverjali vpliv 10 %, 20 % in 30 % dodanega RA. Vsi asfalti so bili pripravljeni v laboratoriju. Rezultati študije so pokazali, da se je z dodajanjem RA povišala natezna trdnost asfaltne mešanice, zmanjšala pa se je rezerva natezne trdnosti. Asfaltu se je zmanjšala sposobnost disipiranja energije in zaradi tega se je poslabšala odpornost na utrujanje.

Kandhal in soavtorji [74] so preverjali obnašanje vgrajenega asfalta s 15 %, 20 % in 25 % deležem RA. Raziskave so izvršili po dveh letih uporabe. Njihovi zaključki so, da ni razlik v mehanskih lastnostih med asfaltom iz svežih materialov in asfaltom, ki vsebuje RA.

V naslednjih dveh raziskavah je bil delež recikliranega asfalta višji. Shah in ostali so v raziskavi uporabili 15 %, 20 % in 40 % recikliranega asfalta [71]. Njihovi rezultati kažejo, da nobena količina dodanega RA materiala ni bistveno spremenila lastnosti asfalta. Raziskava ni potrdila predvidevanj o linearjem mešanju starega in svežega bitumna; to pomeni, da rezultati npr. ob dodanem 40 % deležu RA niso dvakrat večji/manjši kot pri 20 % RA. Rezultati kažejo, da dovolj velika količina bitumna iz RA lahko spremeni lastnosti asfaltne mešanice.

V raziskavi z 20 in 40 % dodanega RA so Li in soavtorji [75] preverjali vpliv različnih količin RA, pa tudi vpliv njegovega izvora in vpliv veziva. Rezultati so pokazali, da imajo asfalti z bolj togim bitumnom (velja tako za svež bitumen kot tudi za staran bitumen iz RA) višje vrednosti dinamičnih modulov. Zanimiva je ugotovitev, da so pri nižjih temperaturah dinamični moduli z dodanim 20 % RA višji kot pri 40 % RA. Pri višjih temperaturah imajo asfalti s 40 % RA podobne module kot asfalti z 20 % RA. Vir RA vpliva na dinamične module asfalta pri nizkih temperaturah, pri visokih pa vpliv ni bil opazen. Odpornost na porušitev je bila pri 20 % RA podobna kontrolni mešanici, z večanjem RA (40 %) se je bistveno zmanjšala.

Srednje vrednosti dodanega RA so preiskovali tudi Bueche in ostali [76]. Preverjali so vpliv 25 % in 40 % dodanega RA. Rezultati študije so pokazali, da so se mešanice z dodanim RA obnašale podobno kot brez njega. Vsi asfalti so dosegali dobre rezultate na področju trdnosti, odpornosti na utrujanje in odpornosti na vlogo.

V naslednji raziskavi so uporabili višje deleže (40 % in 60 %) RA. Valdes in soavtorji [77] so ugotovili, da imajo mešanice z RA višjo natezno trdnost, imajo pa slabšo zmožnost deformiranja. Disipirana energija pri procesu razpokanja je večja pri asfaltih z RA. Pri tako velikih količinah dodanega recikliranega asfalta pa nastane problem zaradi spremenljivosti dodanega RA, zato je priporočljivo, da se RA uporabi v različnih frakcijah. Priprava RA je zelo pomembna pri preprečevanju prevelike heterogenosti asfalta.

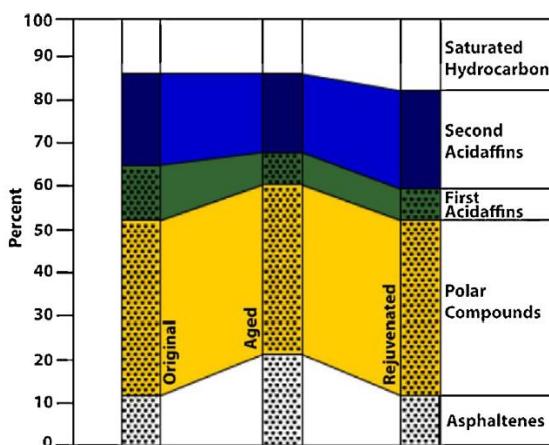
Po pregledu dostopne literature vidimo, da lahko vgradimo različne deleže RA v nove asfalte. Uporaba RA namesto originalnih materialov ima tako prednosti kot slabosti, npr. izboljša se natezna trdnost, poslabša pa odpornost na porušitev. Delež dodanega RA je navzgor omejen tako, da asfalti z RA še dosegajo zahtevane tehnične standarde. Za uporabo večjih količin RA v novih asfaltnih mešanicah je potrebno prilagoditi tudi samo opremo za proizvodnjo asfalta [78]. Zavedati se moramo, da recikliranje asfalta ni preprosta naloga in od nas zahteva znanje in izkušnje. Poleg tega je potrebno posebno pozornost nameniti zdravju delavcev, ki vgrajujejo RA. Ta namreč lahko vsebuje katran, ki je

zdravju škodljiv in nevaren odpadek. Katran se v novih asfaltnih mešanicah ne sme uporabljati, zato RA s katranom ne sme biti ponovno vgrajen.

2.2 Asfaltne mešanice z dodanimi pomlajevalci

Na lastnosti asfaltne mešanice v veliki meri vpliva postaran bitumen iz recikliranega asfalta. Večji kot je delež RA, večji vpliv ima postaran bitumen. Da lahko vgradimo večje količine RA, je potrebno dodati poseben dodatek, imenovan pomlajevalec (*angl. rejuvenator*).

Brownridge [42] je v svoji raziskavi ugotovil, da pomlajevalec podaljša trajnost asfaltne mešanice zaradi izboljšane kemijske sestave bitumna. Na sliki 13 je prikazano, da se kemijska sestava postaranega bitumna ob uporabi pomlajevalca skoraj popolnoma obnovi. Prav tako pomlajevalec zaščiti bitumen pred vplivi zraka in vode. Tako sta upočasnjena oksidacija in luščenje bitumna iz agregata. Uporaba pomlajevalca je v raziskavi ocenjena kot uspešna.



Slika 13: Kemijska sestava nestaranega, staranega in pomlajenega bitumna [42]

Figure 13: Chemical composition of origina, aged and rejuvenated bitumen [42]

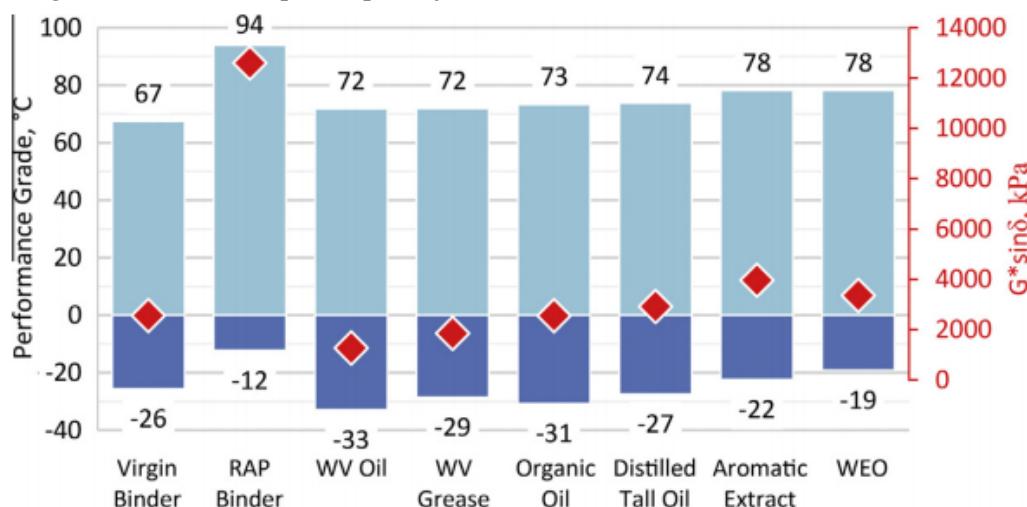
Grilli s sodelavci [79] je preverjal vpliv pomlajevalca v asfaltu s 30 % RA. Dodan pomlajevalec je znižal viskoznost postaranega bitumna, kar je tudi namen pomlajevalca. Vendar pa so asfalti s pomlajevalcem (2,68 % glede na maso bitumna) izkazali nižje vrednosti natezne trdnosti kot asfalti brez pomlajevalca. Nadaljnje raziskave v smeri tvorbe kolesnic ali nizkotemperатурne raziskave niso bile izvedene.

V raziskavi Shena in sodelavcev [50] so dodali različne količine RA (15 %, 30 %, 38 % in 48 %). Preverjali so, ali lahko lastnosti asfaltov z RA izboljšajo samo na podlagi izbire mehkejšega svežega bitumna, ali pa je potreben dodatek pomlajevalca. Rezultati so pokazali, da asfalti s pomlajevalcem dosežejo enake ali boljše lastnosti kot asfalti z mehkejšim bitumnom. Vendar pa se je povečala količina dodanega RA, ki ga je možno vgraditi ob uporabi pomlajevalca. Natezne lastnosti in odpornost na tvorbo kolesnic asfaltov z RA so bili v okviru tehničnih zahtev. Dodani pomlajevalec je izboljšal lastnosti asfalta z RA.

Artamendi s sodelavci [80] je za pomlajevalec uporabil odpadno rastlinsko olje. Delež dodanega RA je bil 20 %, 40 % in 60 % glede na celotno maso mešanice, delež pomlajevalca pa se je spremenjal od 0,1 % do 0,9 % glede na celotno maso mešanice. Rezultati so pokazali, da se povečana togost mešanice zaradi dodanega RA zmanjša ob dodatku pomlajevalca.

Kako povečati delež RA v asfaltu, so preiskovali Su in sodelavci [81]. Izdelali so asfaltne mešanice z različnimi deleži RA (40 %, 70 % in 100 %) in z dodanim pomlajevalcem. Rezultati nakazujejo, da se je odpornost asfalta, z RA in pomlajevalcem, na stalne deformacije (kolesnice) povečala z večanjem RA. Nasprotno pa se z večanjem RA poslabšajo nizkotemperaturne lastnosti (odpornost na utrujanje zaradi povečane togosti). Asfalti s pomlajevalcem in z dodanim RA do 40 % so izkazovali primerljive lastnosti kot asfalti brez RA.

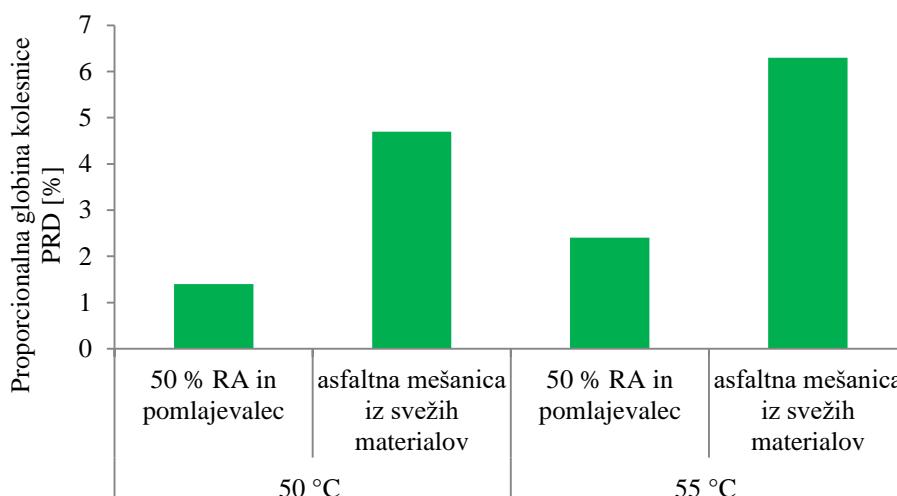
V svojem delu je Zaumanis s sodelavci [82] preiskoval vpliv šestih različnih pomlajevalcev na postaran bitumen iz RA. Na sliki 14 je prikazan vpliv pomlajevalca (12 % glede na celoten bitumen). Pomlajevalci so znižali temperaturo zmehčišča, vendar noben ni dosegel začetne vrednosti. Nizkotemperaturno obnašanje, določeno na podlagi BBR meritev, so pomlajevalci uspešno dosegli, nekateri pa celo presegli. Nadalje so rezultati pokazali, da se dovzetnost na nastanek kolesnic ni poslabšala, kar nakazuje, da ni nevarnosti za povečano dovzetnost za nastanek kolesnic tudi, če delež pomlajevalca ni optimalno načrtovan. Opazen je bil vpliv staranja na bitumne z dodanim pomlajevalcem, medtem ko na čiste bitumne vpliv RTFO staranja ni bil opazen. Večina pomlajevalcev je izboljšala odpornost na nastanek razpok zaradi vpliva RA. Ker je natezna trdnost mešanice s pomlajevalci primerljiva tisti brez pomlajevalca, se je odpornost na nastanek razpok povečala na račun znižanja togosti mešanice ob uporabi pomlajevalca.



Slika 14: Vpliv pomlajevalcev na lastnosti bitumna [82]

Figure 14: Effect of rejuvenator on bitumen performance [82]

Raziskavo z dodajanjem RA in pomlajevalca so izvedli tudi v Sloveniji [83]. Dodan je bil RA v različnih količinah (10 %, 30 % in 50 %). Količina dodanega pomlajevalca se je spremenjala in je bila odvisna od deleža postaranega bitumna v mešanici, kar pomeni, da je bila odvisna od deleža dodanega RA. Rezultati so pokazali, da pomlajevalec izboljša lastnosti asfalta, saj so se zmanjšale kolesnice (slika 15), hkrati pa izboljšale lastnosti v področju nizkih temperatur. Pomlajevalec ni samo povečal količine RA, ampak tudi izboljšal lastnosti asfalta pri nizkih količinah RA.



Slika 15: Proporcionalna globina kolesnice PRD asfaltne mešanice s 50 % RA in pomlajevalcem in asfaltne mešanice iz svežih materialov [83]

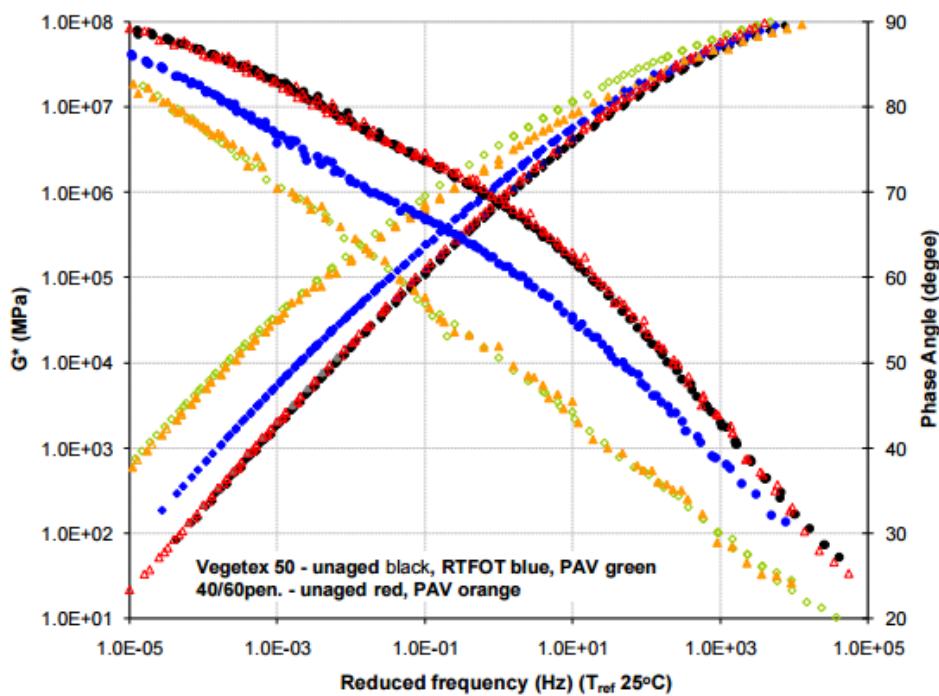
Figure 15: Proportional rut depth PRD of asphalt mixtures with 50 % RA and rejuvenator and virgin asphalt mixture [83]

V nadaljevanju bom na kratko predstavila še raziskave, kjer so proučevali učinek pomlajevalca tudi na bitumnu in ne samo na končni asfaltni zmesi.

Bailey in Zoorob [84] sta kot pomlajevalec uporabila sveža in rabljena rastlinska olja. Rezultati so pokazali, da noben pomlajevalec ni povrnil kemijske sestave staranega bitumna, vendar pa je bil uspešno uporabljen v asfaltni mešanici, še posebej ob dodajanju pomlajevalca vročemu RA. Izboljšala se je vgradljivost asfalta, vendar bi bilo potrebno za končno oceno izvesti še dodatne mehanske teste. Shen je v svoji drugi raziskavi [85] s testi DSR in BBR ugotovil, da pomlajevalec zmehča postaran bitumen. Pri tem je potrebno biti pozoren na to, da bitumen ne postane premehek, saj se tako zmanjša odpornost na tvorbo kolesnic. Po pričakovanjih so se izboljšale nizkotemperaturne lastnosti, kot so odpornost na utrujanje in zmanjševanje razpok. Enake zaključke dobimo tudi, ko pomlajevalec vgradimo v asfalt.

Lin in sodelavci [86] so dodajali pomlajevalec pri 35% RA. Pomlajevalci so izboljšali duktilnost in kohezijo postaranega bitumna, znižala se je tudi krhkost, kar vodi v večjo odpornost pri nizkih temperaturah.

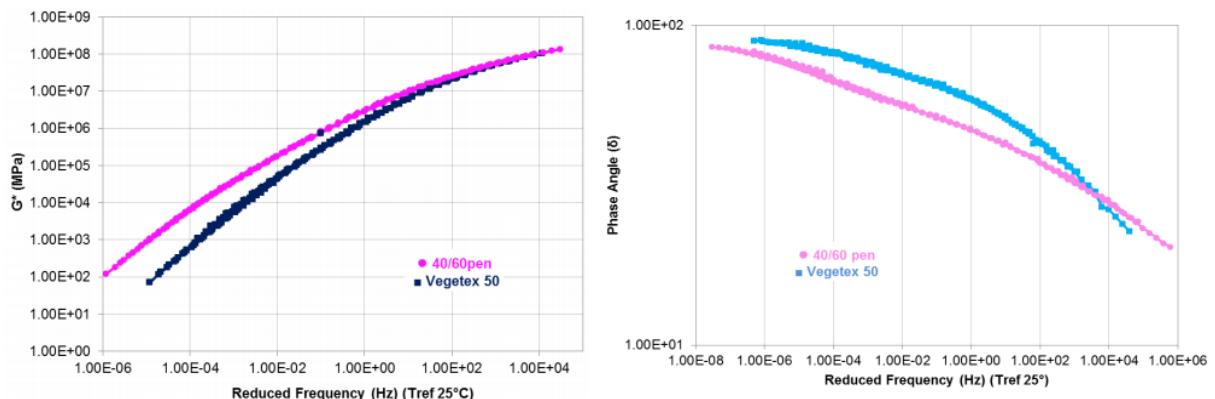
Bailey in Zoorob [87] sta v svoji naslednji raziskavi ponovno preiskovala rastlinsko olje. V začetni fazi je bil trd bitumen penetracije 10/20 pomlajen z rastlinskim oljem. Reološke lastnosti pomlajenega B10/20 bitumna so se ujemale z bitumnom penetracijskega razreda 40/60 (slika 16). V nadaljevanju raziskave je bilo rastlinsko olje uporabljeno tudi v asfaltnih mešanicah.



Slika 16: Reološke lastnosti trdega bitumna (B10/20) s pomlajevalcem in mehkejšega bitumna (B40/60) [87]

Figure 16: Rheological properties of hard bitumen (B10/20) with rejuvenator and softer bitumen (B40/60) [87]

Ekstrahiran bitumen iz laboratorijskih asfaltnih mešanic je bil ob dodatku pomlajevalca celo mehkejši kot referenčni bitumen (slika 17).



Slika 17: Reološke lastnosti trdega ekstrahiranega bitumna (B10/20) s pomlajevalcem, Vegetex 50, in ekstrahiranega bitumna (B40/60) [87]

Figure 17: Rheological properties of hard bitumen (B10/20) with rejuvenator, Vegetex 50, and softer bitumen (B40/60) [87]

V nadaljevanju sta izvedla tudi raziskave asfaltnih mešanic, ki so bile vgrajene na testnih poljih. V asfaltnih mešanicah je bil za kontrolno mešanico uporabljen bitumen B70/100, za ponazoritev staranega bitumna pa B40/60, kateremu so nato dodali rastlinsko olje. Rezultati so pokazali, da je bila globina kolesnic asfaltne mešanice ob uporabi pomlajevalca nižja, točnost pa večja. Rezultati ekstrahiranega bitumna so pokazali, da je bil bitumen iz mešanice s pomlajevalcem bolj postaran, na

kar kaže višja vrednost zmehčišča. Kljub temu pa njegove lastnosti nakazujejo boljšo odpornost na dolgoročno staranje. Vgrajevanje obeh asfaltnih mešanic je primerljivo.

Romera in sodelavci [88] so ugotovili, da se bitumnu z dodanim pomlajevalcem izboljšajo zmožnosti obvijanja agregata ter da se temperatura mešanja in vgrajevanja zniža.

Rezultati raziskave Chena in ostalih [51] so pokazali, da je uporaba pomlajevalca primeren način za zvišanje deleža RA. Presenetljivo se je v tej raziskavi izboljšala odpornost na tvorjenje kolesnic.

V zgornjih raziskavah so kot pomlajevalce uporabili različne snovi, od komercialno dostopnih do lastnih izdelkov, npr. odpadno motorno olje [88].

Pregled literature na področju raziskav bitumnov in pomlajvalcev je pokazal, da so raziskovalci za svoje raziskave uporabili različne materiale, ki so jih vgradili v različne asfaltne mešnice. Pri tem so spremenjali tudi razmerje uporabljenih dodatkov. Na podlagi predloženih raziskav lahko zapišemo naslednje zaključke, ki jih pričakujem pri predstavljeni raziskavi:

- pri dodatku do 20 % RA ne pričakujemo nobenih poslabšanj asfalta (tudi pri asfaltih brez dodanega pomlajevalca),
- dodan RA bo pozitivno učinkoval na parametre tvorbe kolesnic, hkrati pa bo poslabšal nizkotemperатурne lastnosti asfalta (utrujanje, razpoke),
- pomlajevalec izboljša nizkotemperатурne lastnosti asfalta (odpornost na nastanek razpok),
- uporaba pomlajevalca omogoča vgrajevanje večjega deleža RA.

3 REOLOGIJA

V doktorski disertaciji smo opravili veliko meritev reoloških lastnosti bitumnov. Reologija je interdisciplinarna veda, ki omogoča vrednotenje obnašanja tekočin med tečenjem in deformacijskega obnašanja trdnih snovi, kot skrajni meji obravnavanih materialov. Poudarek je na obravnavi tekočin, poltrdnih snovi in viskoelastičnih trdnih snovi. Reologija raziskuje povezave med obremenitvijo, deformacijo in časom. Njeno ime izhaja iz dveh grških besed: *reo* ($\rho\epsilon\omega$), ki pomeni teči, in *logos* ($\lambda\sigma\gamma\sigma\sigma$), ki pomeni znanost. Pojem reologija je vpeljal profesor Bingham leta 1929 [89], [90]. Na eni strani obravnavanih materialov so idealne tekočine, ki jim pripada idealno viskozno obnašanje, na drugi strani pa idealne trdne snovi z idealnim elastičnim obnašanjem.

Idealno trdno snovo opisuje Hookov zakon iz leta 1678, ki pravi, da je strižna napetost linearno sorazmerna strižni deformaciji. Sorazmernostni faktor je elastični strižni modul G . Enačbo Hookovega zakona zapišemo kot:

$$\tau = G \gamma. \quad (1)$$

Idealno trdno telo ponazorimo z odzivom vzmeti (slika 18 (a)):

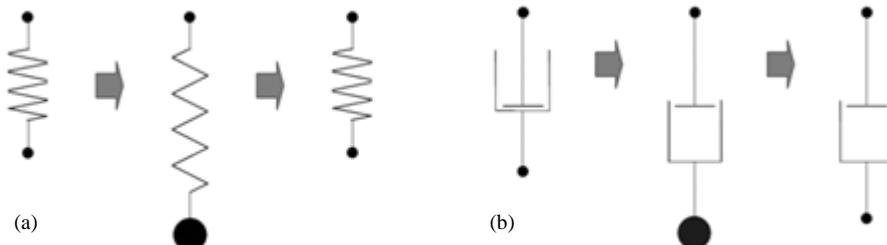
- pod vplivom strižnih sil se vzmet deformira elastično, kar pomeni, da je deformacija povratna;
- energija, potrebna za deformacijo, pa se akumulira in omogoča popolno obnovo telesa po prenehanju delovanja strižnih sil [89].

Idealno viskozno t. i. newtonsko tekočino opišemo z Newtonovim zakonom o viskoznosti, ki pravi, da je odpor tekočine proti toku pri enostavnemu strigu linearno sorazmeren hitrosti strižnega toka oziroma hitrosti strižne deformacije. Faktor proporcionalnosti je viskoznost η . Enačbo Newtonovega zakona o viskoznosti zapišemo kot:

$$\tau = \eta \dot{\gamma}. \quad (2)$$

Idealno tekočino lahko ponazorimo z odzivom dušilke (slika 18 (b)):

- deformacija je nepovratna,
- energija za deformacijo se porabi v obliki toplote in je ni mogoče povrniti po prenehanju delovanja strižnih sil [89].



Slika 18: Odziv vzmeti (a) za idealno elastično trdno telo in odziv dušilke (b) za idealno viskozno tekočino [91]

Figure 18: Spring (a) for ideal elastic solid and dashpot (b) for ideal viscous liquid [91]

Viskoznost newtonskih tekočin je pri danem tlaku in temperaturi lastnost tekočine, ki je neodvisna od smeri, jakosti in časa delovanja striga. Pri realnih tekočinah, t. i. nenewtonskih tekočinah, pa se viskoznost pri danem tlaku in temperaturi spreminja glede na jakost in smer delovanja striga, lahko pa je odvisna tudi od časa trajanja striga. Viskoznost časovno neodvisnih nenewtonskih tekočin je

odvisna le od jakosti striga, viskoznost časovno odvisnih nenewtonskih tekočin pa je odvisna tudi od časa in smeri delovanja striga.

Nenewtonskie tekočine lahko izkazujejo strižno odvisno naraščanje viskoznosti, dilatantnost (*angl. dilatancy* ali *shear thickening*) pri povečanju strižne hitrosti ali pa zmanjševanje viskoznosti ter psevdoplastičnost (*angl. pseudo plasticity* ali *shear thinning*) pri znižanju strižne hitrosti. Časovno odvisne nenewtonskie tekočine nadalje delimo na tiksotropne in antitiksotropne ali reopektične tekočine. Viskoznost tiksotropnih tekočin s časom delovanja striga upada, medtem ko viskoznost reopektičnih tekočin s časom delovanja striga narašča. Če je po prenehanju delovanja striga viskoznost enaka začetni, govorimo o reverzibilnem obnašanju, sicer pa o ireverzibilnem obnašanju tekočine.

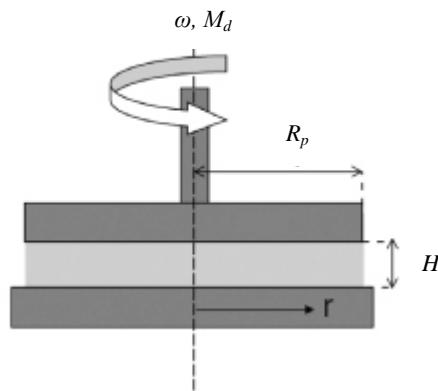
3.1 Reometrija

Reološke lastnosti snovi med drugim merimo tudi z rotacijskimi reometri. Poznamo dve vrsti rotacijskih reometrov:

- z nastavljivo strižno hitrostjo (neodvisna spremenljivka je strižna hitrost, merimo pa strižno napetost),
- z nastavljivo strižno napetostjo (neodvisna spremenljivka je strižna napetost, merimo pa strižno hitrost).

Pri naših raziskavah smo uporabili rotacijski reometer z nastavljivo strižno hitrostjo. Za merjenje reoloških značilnosti niso dovolj samo teoretično predznanje, poznavanje dejanskih pogojev, v katerih se snov nahaja med aplikacijo in po njej, uporaba ustrezne merilne naprave in procedure, ampak je pomembna tudi pravilna izbera senzorskoga sistema. Najbolj pogosto se uporablja: sistem koaksialnih valjev, sistem stožca in plošče ter sistem dveh vzporednih plošč, ki smo ga uporabili tudi pri naših raziskavah.

Pri senzorskem sistemu dveh vzporednih plošč, prikazanem na sliki 19, se vzorec nahaja med ploščama s premerom R_p , ki sta oddaljeni za razdaljo H . Iz navora M_d , ki je posledica upora tekočine pri rotaciji ene od plošč, izračunamo strižno napetost na obodu plošče ob znanih dimenzijah (R_p in H). Strižno hitrost na obodu plošče določata kotna hitrost ω in radij R_p .



Slika 19: Senzorski sistem dveh vzporednih plošč [92]

Figure 19: Schematic representation of a parallel-plate measuring system [92]

Strižno napetost izračunamo s pomočjo enačbe [89]:

$$\tau_{R_p} = \frac{2M_d}{\pi R_p^3}, \quad (3)$$

kjer je M_d navor na ploščo in R_p polmer plošče.

Strižna hitrost med ploščama je [89]:

$$\dot{\gamma}_{R_p} = \frac{R_p \omega}{H}, \quad (4)$$

kjer je ω kotna hitrost rotirajočega senzorja, H je razmak med ploščama.

Strižna deformacija se izračuna po enačbi [89]:

$$\gamma_{R_p} = \frac{R_p \theta}{H}, \quad (5)$$

kjer je θ odmik senzorja iz začetne lege.

Strižna napetost in deformacija nista konstantni, ampak sta odvisni od premera plošče. Zgornje enačbe 3, 4 in 5 so določene za največje vrednosti polmera ($r = R_p$).

Pri senzorskem sistemu vzporednih plošč lahko sami nastavimo razdaljo med ploščama in tako preprosto določamo različna območja strižnih hitrosti oziroma strižne deformacije. Deformacije morajo biti dovolj majhne, da so meritve še znotraj linearne viskoelastične odziva (LVO). Deformacije, ki določajo meje LVO, so v splošnem pri nižjih temperaturah nižje in višje pri višjih temperaturah. Na rezultate meritev vpliva tudi velikost premera senzorskega sistema. S pričakovanim naraščanjem kompleksnega modula merjene snovi praviloma izberemo manjši premer senzorskega sistema. To pomeni, da pri nižjih temperaturah za meritev uporabimo sistem vzporednih plošč manjšega premera kot pri višjih temperaturah [24].

3.2 Viskoelastične lastnosti snovi

Med obema skrajnima mejama snovi, idealnimi tekočinami in idealnimi trdnimi snovmi, je področje realnih snovi, ki jih opisujemo z obema komponentama dinamičnih modulov (viskoznega in elastičnega) v različnih deležih. Te realne snovi imenujemo viskoelastične snovi; mednje spada tudi bitumen. V splošnem viskoelastične snovi delimo na viskoelastične tekočine in viskoelastične trdne snovi [93]. Kako se bo snov odzivala na delajočo silo, je odvisno od snovi same in od časa trajanja delovanja sile. Ali se bo snov odzivala kot tekočina ali kot trdna snov, lahko opredelimo z Deborahovim številom:

$$D_e = \frac{\lambda_k}{t}, \quad (6)$$

kjer je λ_k karakteristični relaksacijski čas, ki je lastnost snovi, t pa je čas poteka deformacije. Za Hookovo elastično telo je D_e število neskončno veliko, medtem ko je za idealno newtonsko tekočino to število enako nič. Kadar je D_e število okoli 1, se snov obnaša viskoelastično. To pomeni, da se del v snov vnesene energije ohrani, po prenehanju delovanja strižne sile pa se vrne v obliki elastičnega povratka, del pa porabi v obliki toplotne [89].

Obnašanje viskoelastičnih snovi lahko ponazorimo z uporabo dušilke in vzmeti. Viskoelastične tekočine opišemo z Maxwellovim mehanskim modelom (slika 20 (a)), ki je sestavljen iz zaporedno vezane dušilke in vzmeti:

- takoj po nanosu sile se deformira vzmet, šele potem se aktivira dušilka, ki se premika toliko časa, kot deluje sila oz. dokler snov ne doseže svoje mejne vrednosti,
- po odstranitvi sile se vzmet takoj skrči in vrne v prvotno lego, dušilka pa se ne vrne v svojo prvotno lego, ampak ostane deformirana.

Enačbe stanja, ki opisujejo odziv viskoelastične tekočine, zapišemo kot [89]:

$$\tau = \tau_e = \tau_v, \quad (7)$$

$$\gamma = \gamma_e + \gamma_v, \quad (8)$$

$$\frac{d\gamma}{dt} = \frac{d\gamma_e}{dt} + \frac{d\gamma_v}{dt}, \quad (9)$$

$$\frac{d\gamma}{dt} = \frac{1}{G} \frac{d\tau}{dt} + \frac{\tau}{\eta}, \quad (10)$$

kjer indeks e pri simbolih označuje elastični doprinos, indeks v pa viskozni doprinos.

Iz zgornjih enačb lahko izpeljemo Maxwellov relaksacijski čas $\lambda_M = \eta/G$, ki opredeli odziv viskoelastične tekočine na strižno silo. Izraža čas potreben za relaksacijo vnesene sile [94].

Viskoelastične trdne snovi opisuje Kelvin-Voightov mehanski model (slika 20 (b)), pri katerem sta dušilka in vzmet vezani vzporedno:

- deformacija narašča enakomerno ves čas, ko deluje sila, do maksimalne velikosti,
- po prenehanju delovanja sile, se vzmet in dušilka po določenem času vrneta v prvotno lego.

Enačbe stanja, ki opisujejo odziv viskoelastične trdne snovi, zapišemo kot [89]:

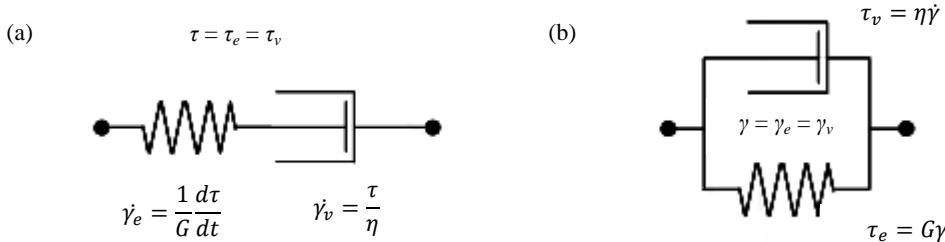
$$\gamma = \gamma_e = \gamma_v, \quad (11)$$

$$\tau = \tau_e + \tau_v, \quad (12)$$

$$\tau = G \gamma + \eta \dot{\gamma}. \quad (13)$$

Tudi pri tem modelu indeks e označuje elastični doprinos, v pa viskozni doprinos.

V tem primeru govorimo o retardacijskem času $\lambda_K = \eta/G$, ki izraža potreben čas, da se po odstranitvi sile raztegnjena vzmet vrne v prvotno lego [94].



Slika 20: (a) Maxwellov mehanski model za viskoelastično tekočino in (b) Kelvin-Voightov mehanski model za viskoelastično trdno snov [93]

Figure 20: (a) Maxwell's model for viscoelastic liquid and (b) Kelvin-Voight's model for viscoelastic solid [93]

Pogosto za odziv realnih tekočin ne zadostuje le povezava dveh osnovnih elementov, ampak različne zaporedne in vzporedne vezave več elementov. Enačbe stanja v takih primerih postanejo veliko bolj

zapletene, vendar še vedno predstavljajo osnovo za vrednotenje viskoznega in elastičnega doprinosu k viskoelastičnemu odzivu snovi.

3.3 Merjenje viskoelastičnih lastnosti snovi

Reološke lastnosti viskoelastičnih snovi merimo s t. i. dinamično mehansko analizo (DMA, *angl. Dynamic Mechanical Analysis*) [93], [95]. Zaradi enoličnosti določanja merjenih količin izvajamo meritve znotraj LVO. Tako lahko ovrednotimo viskozni in elastični doprinos k viskoelastičnemu odzivu. Meritve v splošnem izvajamo z uporabo dveh merilnih tehnik:

- dinamični testi – oscilatorni testi,
- statični testi – testi lezenja in obnove (*angl. creep and recovery*)

Reometer z nastavljivo strižno hitrostjo omogoča, da je deformacija majhna in znotraj LVO. V dinamični analizi je vzorec podvržen sinusni obremenitvi s strižno deformacijo, ki jo zapišemo:

$$\gamma(t) = \gamma_a \sin(\omega t), \quad (14)$$

kjer je γ_a amplituda strižne deformacije in ω kotna frekvenca, podana v rad/s.

Strižna hitrosti je določena z enačbo:

$$\dot{\gamma}(t) = \omega \gamma_a \cos(\omega t). \quad (15)$$

Časovno spremjanje strižne napetosti kot odziv na vsiljeno spremjanje strižne deformacije osnovnih elementov vzmeti in dušilke zapišemo kot:

$$\text{vzmet: } \tau(t) = G \gamma_a \sin(\omega t), \quad (16)$$

$$\text{dušilka: } \tau(t) = \eta \omega \gamma_a \cos(\omega t). \quad (17)$$

Časovni potek spremjanja strižne napetosti pokaže, da je elastični odziv v fazi z vsiljeno strižno deformacijo, medtem ko je viskozni odziv zamaknjen za vsiljeno deformacijo 90° .

Z uporabo enačb 14–17 ter 7–10, ki opisujejo Maxwellov mehanski model, dobimo:

$$\tau(t) = \left[\frac{G \lambda_M^2 \omega^2}{1 + \lambda_M^2 \omega^2} \right] \sin(\omega t) + \left[\frac{G \lambda_M \omega}{1 + \lambda_M^2 \omega^2} \right] \cos(\omega t). \quad (18)$$

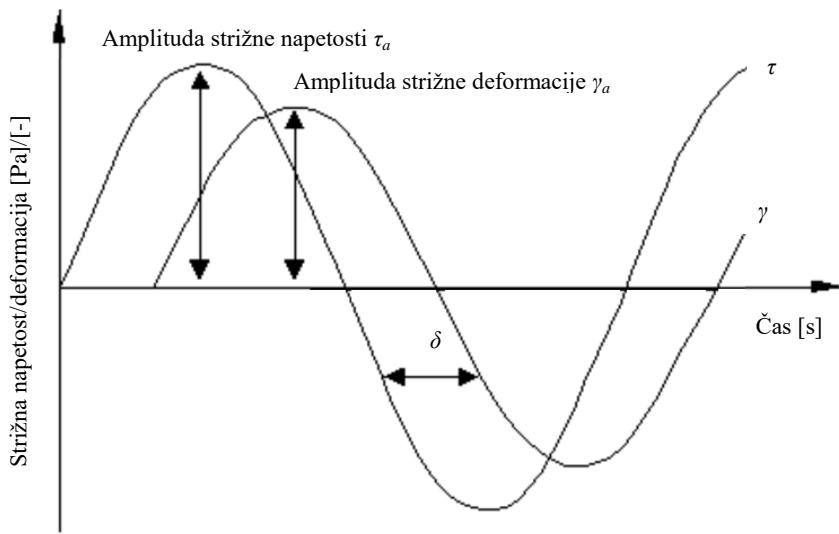
Izraz za izračun strižne napetosti je razdeljen na dva dela:

- doprinos odziva v fazi (sinusni del) ki predstavlja elastično komponento in
- doprinos odziva izven faze (kosinusni del), ki predstavlja viskozno komponento viskoelastičnega odziva.

Realne viskoelastične snovi kažejo odziv na sinusno spremjanje strižne deformacije kot periodično spremjanje strižne napetosti, ki je časovno zamaknjeno. V enačbe stanja za popis sinusnega odziva vpeljemo fazni zamik δ (slika 21):

$$\gamma(t) = \gamma_a \sin(\omega t), \quad (19)$$

$$\tau(t) = \tau_a \sin(\omega t + \delta) = \tau_a [\cos \delta \sin(\omega t) + \sin \delta \cos(\omega t)]. \quad (20)$$



Slika 21: Odziv realne viskoelastične snovi pri oscilacijskem testu [93]

Figure 21: Dynamic oscillatory stress-strain functions [93]

Celoten odpor snovi na sinusno deformacijo je določen s kompleksnim modulom G^* . Njegovo vrednost izračunamo analogno Hookovemu zakonu ($G = \tau/\gamma$) kot razmerje amplitud strižne napetosti, τ_a , in strižne deformacije, γ_a :

$$|G^*| = \frac{\tau_a}{\gamma_a}. \quad (21)$$

S kombinacijo enačb 20 in 21 lahko vpeljemo dinamični količini, ki predstavljata viskozni in elastični doprinos:

$$\tau(t) = G^* \gamma_a \cos\delta \sin(\omega t) + G^* \gamma_a \sin\delta \cos(\omega t) = \gamma_a [G' \sin(\omega t) + G'' \cos(\omega t)]. \quad (22)$$

G' je modul akumulacije energije (angl. *storage modulus*), ki je v fazi z vsiljeno strižno deformacijo. Predstavlja energijo, ki se shrani in sprosti pri vsaki oscilaciji:

$$G' = (\tau_a/\gamma_a) \cos\delta. \quad (23)$$

G'' je modul energetskih izgub (angl. *loss modulus*), ki je izven faze z vsiljeno strižno deformacijo. Predstavlja povprečno stopnjo razpršene energije:

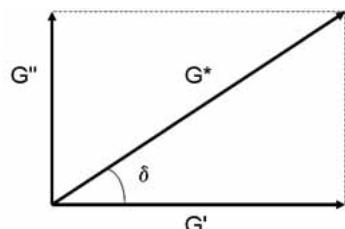
$$G'' = (\tau_a/\gamma_a) \sin\delta. \quad (24)$$

Kompleksni strižni modul G^* vektorsko zapišemo kot:

$$G^* = G' + i G''. \quad (25)$$

Vrednost kompleksnega strižnega modula lahko zapišemo tudi kot:

$$G^* = \sqrt{G'^2 + G''^2}. \quad (26)$$



Slika 22: Kompleksni strižni modul G^* , modul akumulacije energije G' in modul energetskih izgub G'' [89]

Figure 22: Complex shear modulus G^* , storage modulus G' and loss modulus G'' [89]

Navpična os na sliki 22 predstavlja viskozno obnašanje oz. obnašanje tekočine, vodoravna os pa elastično oz. steklasto obnašanje. Pri nizkih temperaturah lahko viskozno obnašanje dosežemo pri počasnem strižnem obremenjevanju, pri visokih temperaturah pa elastično obnašanje dosežemo s hitrim obremenjevanjem [24]. Za idealno trdno telo velja: $G'' = 0$ in $\delta = 0^\circ$, kar pomeni, da je $G^* = G' = G$. Za idealno tekočino velja: $G' = 0$ in $\delta = 90^\circ$, kar pomeni, da je $G^* = G''$ in $G''/\omega = \eta$.

Interpretacija modula akumulacije energije in energetskih izgub kot elastični in viskozni modul bi bila napačna. Dejansko je elastična komponenta odziva samo del modula akumulacije energije in viskozni odziv je samo del modula energetskih izgub. Pri viskoelastičnih snoveh je zapoznel elastični odziv precej velik, vendar pa je popolnoma povraten. Oba modula, modul akumulacije energije in modul energetskih izgub, izkazujeta tudi del zapoznelega elastičnega odziva [24].

Tangens faznega zamika $\tan\delta$ je razmerje viskoznega in elastičnega modula:

$$\tan\delta = \frac{G''}{G'}. \quad (27)$$

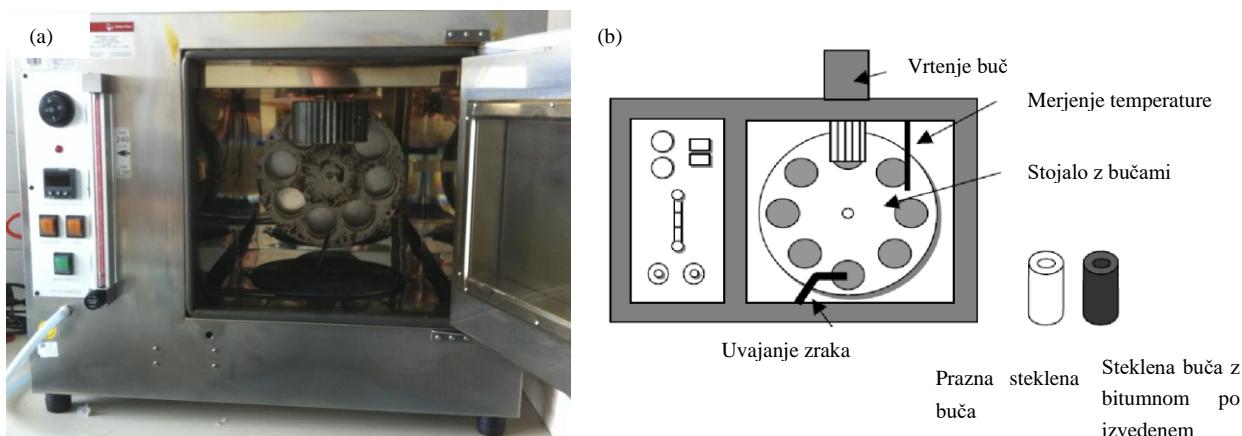
Fazni zamik zavzema vrednosti med 0° in 90° . Za viskoelastične snovi velja, da je $0^\circ < \delta < 90^\circ$.

4 RAZISKAVE BITUMNA

Ker nas je zanimalo delovanje pomlajevalca, smo raziskave izvedli na laboratorijsko staranemu bitumnu. Pri dodajanju RA v novo asfaltno mešanico moramo hkrati dodati tudi svež bitumen, zato smo raziskave opravili tudi na svežem bitumnu.

4.1 Laboratorijsko staranje bitumna

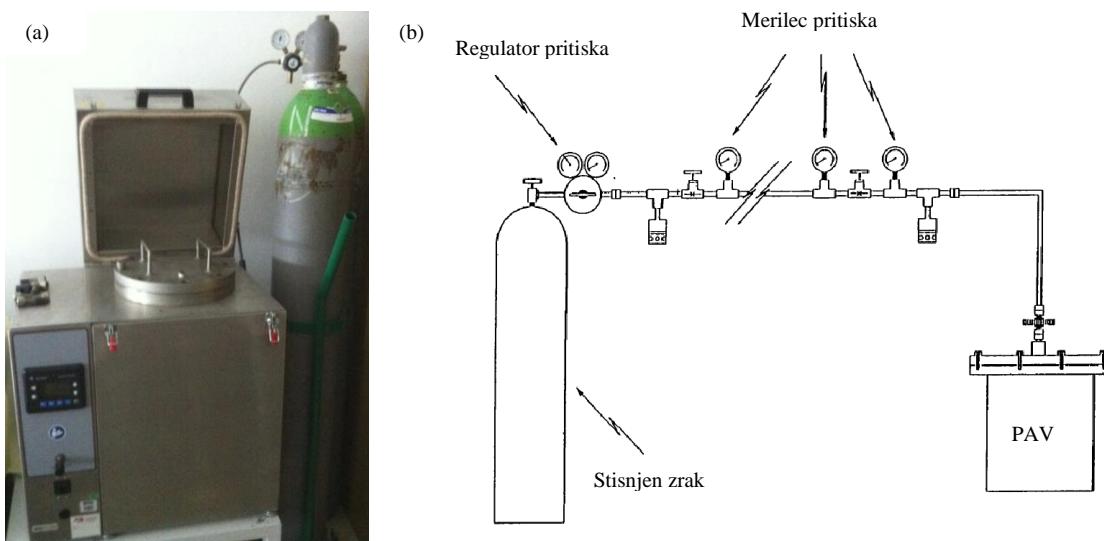
Kratkotrajno staranje, ki mu je bitumen podvržen med mešanjem, transportom in vgradnjo asfalta, simuliramo s t. i. metodo RTFOT (*angl. Rolling Thin Film Oven Test*) po standardu SIST EN 12607 [96]. Bitumen, razdeljen v steklene buče (35 g), staramo pod vplivom visokih temperatur in stalnega pretoka zraka. Steklene buče se vrtijo s hitrostjo 15 obratov/minuto, med tem pa uvajamo zrak s hitrostjo 4 L/s. Zaradi vrtenja se na notranji strani buče oblikuje enakomeren tanek sloj bitumna. Bitumen je 75 minut izpostavljen delovanju vročega zraka pri 163 °C. Pogoji staranja niso popolnoma enaki tistim v proizvodnji asfalta, vendar so rezultati staranja primerljivi [24]. Naprava za izvajanje RTFOT metode in njen shematski potek sta prikazana na sliki 23.



Slika 23: (a) Naprava za RTFOT staranje in (b) shematski prikaz metode RTFOT [97]

Figure 23: (a) Device for RTFOT and (b) schematic diagram of RTFOT [97]

Dolgotrajno staranje, ki deluje na bitumen v času uporabe ceste, simuliramo s t. i. metodo PAV (*angl. Pressure Ageing Vessel*). PAV staranje izvedemo na RTFOT staranem bitumnu. 50 g RTFOT staranega bitumna izpostavimo povišanemu pritisku (2,1 MPa) in temperaturi $T = 100$ °C za 20 ur. Metoda upošteva realno staranje glede na klimatske pogoje, ne more pa upoštevati spremenljivk v asfaltu, kot so delež zračnih votlin, tip agregata in vpojnost agregata. Naprava za izvajanje PAV metode in njen shematski potek sta prikazana na sliki 24.



Slika 24: (a) Naprava za PAV staranje in (b) shematski prikaz metode PAV [97]

Figure 24: (a) Device for PAV and (b) schematic diagram of PAV [97]

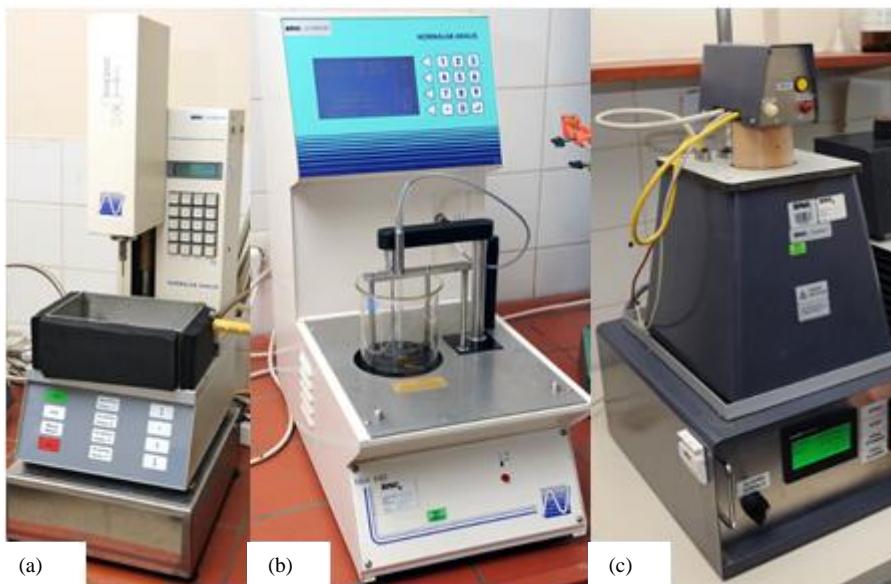
4.2 Mehanski testi

Bitumen je kompleksen material in njegov odziv na obremenjevanje je močno odvisen od temperature in trajanja obremenitve. Nekateri postopki za merjenje lastnosti bitumnov so znani že več kot 100 let. Najstarejši postopek, znan že od leta 1889, je standardizirana meritve penetracije [1]. Rezultat meritve penetracije uvršča bitumne v različne razrede. Empirični mehanski testi podajo dobro oceno inženirskih lastnosti, tako za visoko- kot tudi nizkotemperaturno območje uporabe bitumna. Mnoge empirične metode so postale standardizirani postopki preizkušanja bitumnov.

Metoda penetracije (slika 25 (a)) določa trdoto bitumna in je opisana v standardu SIST EN 1426 [33]. Trdota bitumna je izražena kot globina, ki jo doseže standardizirana igla z maso 100 g pri navpični penetraciji v času 5 s in pri temperaturi $T = 25^{\circ}\text{C}$. Rezultat je izražen kot desetinka milimetra, tj. 1/10 mm. Večja kot je penetracija, mehkejši je bitumen in obratno. Penetracijo tako lahko obravnavamo kot posredno meritve relativne viskoznosti pri določeni temperaturi.

Zmehčišče (slika 25 (b)) je določeno po metodi prstana in kroglice, opisanega v standardu SIST EN 1427 [34]. Zmehčišče je temperatura, pri kateri se konsistenco bitumna spremeni iz trdne v tekočo. Po standardu je to temperatura, pri kateri se jeklena kroglica, ki leži na bitumnu vlitem v medeninastem prstanu, ugrezne v bitumen in doseže predpisano razdajo $25 \pm 0,4$ mm.

Pretrgališče po Fraassu (slika 25 (c)) opisuje krhko obnašanje bitumna v nizkotemperaturnem območju. Test je razvil Fraass leta 1937 [27]. Po standardni metodi, ki je opisana v SIST EN 12593 [98], je pretrgališče določeno kot temperatura, pri kateri plast bitumna, ki je nanesena na kovinsko ploščico in je izpostavljena izmeničnemu upogibanju in relaksiranju, pri stalnem ohlajevanju, poči.



Slika 25: Naprave za merjenje (a) penetracije, (b) zmehčišča in (c) pretrgališča po Fraassu

Figure 25: The devices for determining (a) penetration, (b) softening point and (c) Fraass breaking point

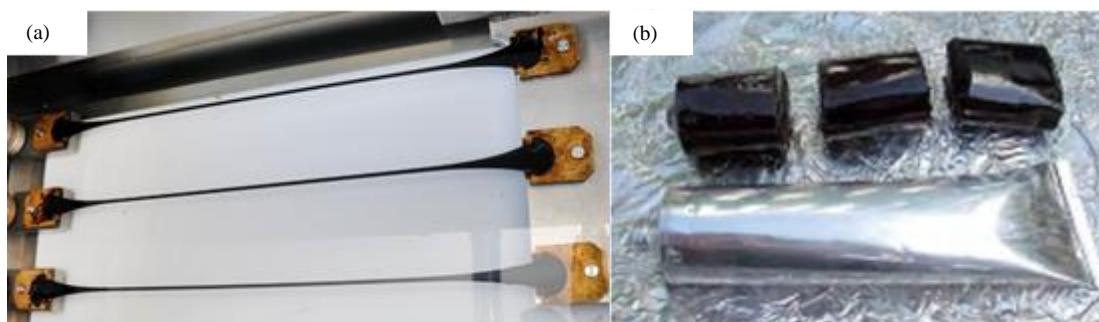
Natezne lastnosti bitumna so določene z metodo določanja sile pri merjenju duktilnosti, kot je opisano v SIST EN 13589 [99] in prikazano na sliki 26 (a). Kalupi, ki vsebujejo vlti bitumen, so nameščeni na napravo, ki jih pri stalni hitrosti 50 mm/min raztegne do največ 1500 mm. Duktilnost je izražena kot razdalja, do katere se bitumen raztegne, ne da bi se nitka pri tem pretrgala.

Elastična povratna deformacija bitumna je določena po SIST EN 13398 [100]. Podobno kot pri prejšnjem testu duktilnosti so tudi tukaj kalupi z vlitim bitumnom pri stalni hitrosti 50 mm/min raztegnjeni do dolžine 200 mm. Nitka bitumna je nato na polovici prerezana in po določenem času (30 min) se skrčeni konci bitumenskega vzorca izmerijo. Elastična povratna deformacija R_e je izražena kot delež bitumna v odstotkih, ki se v tem času skrči:

$$R_e = \frac{d - (d_l + d_d)}{d} \cdot 100\%. \quad (28)$$

Pri tem je d razdalja, pri kateri prerežemo bitumen; običajno je to 200 mm, razen v primerih, ko se nit bitumna pretrga, preden doseže to vrednost; d_l in d_d sta dolžini levega in desnega dela raztegnjenega bitumna v kalupu po pretečenem času 30 min.

Pri dodajanju dodatkov v bitumen so pomembni njihovo medsebojno mešanje in homogenost nastalega materiala ter stabilnost pri skladiščenju takih bitumnov ob odsotnosti mešanja. Stabilnost proti razmešanju preverjamo po standardu SIST EN 13399 [101]. V pokončno tubo (višine 160 mm in širine 30–40 mm) nalit bitumen z dodatki segrevamo 3 dni pri povišani temperaturi ($T = 180^\circ\text{C}$). Pri tem bitumen ne mešamo. Po segrevanju bitumen ohladimo in razrežemo na tri enake dele, kot je prikazano na sliki 26 (b). Na osnovi razlik v izmerjenih mehanskih lastnosti spodnjega in zgornjega dela sklepamo na stopnjo stabilnosti bitumna z dodatki.



Slika 26: (a) Raztegnjen bitumen pri testih duktilnosti in elastične povratne deformacije in (b) tube za test stabilnosti

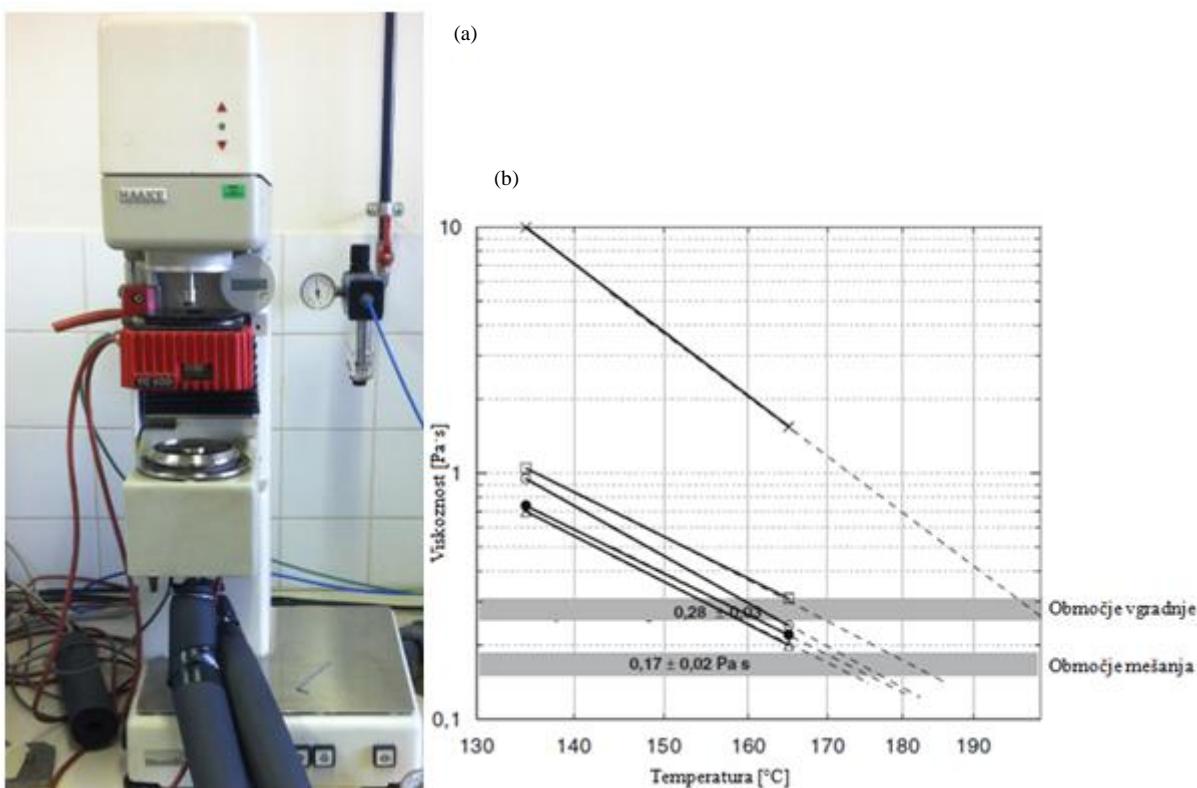
Figure 26: (a) Stretched bitumen at the ductility and the elastic recovery tests and (b) tubes for the storage stability tests

Sprjemljivost kamnitega agregata z vezivom, t. i. adhezijo, preverimo po standardu SIST EN 12697-11 [102]. Pri tem testu agregat najprej popolnoma obvijemo z bitumnom, nato ga postavimo v posodo z ohlajeno vodo (5°C), v kateri je tudi ovira, ob katero se drgne agregat. Posodo neprestano vrtimo ter po 6 h, 24 h, 48 h in 72 h prenehamo z vrtenjem in neodvisni ocenjevalci ocenijo delež obvitosti agregata z bitumnom. Rezultat je povprečje vseh ocen, zaokrožen na 5 %.

4.3 Reološke meritve

4.3.1 Rotacijski testi

Prvi del reoloških testiranj je obsegal meritve, ki smo jih izvedli z uporabo viskozimetra Haake RS50. Merili smo viskoznost na podlagi rotacijskih testov, kot rezultat pa smo dobili tokovne krivulje in krivulje viskoznosti [103]. Uporabili smo meritni sistem s stožcem in ploščo (premer stožca je znašal 35 mm). Z rotacijskim viskozimetrom smo določili temperaturo mešanja in vgradnje (slika 27). Temperaturi sta odvisni od viskoznosti, ki naj ju ima bitumen za namen mešanja oz. vgradnje: $0,17 \pm 0,02 \text{ Pa s}$ in $0,28 \pm 0,03 \text{ Pa s}$ [88], [104].



Slika 27: (a) Viskozimeter Haake RS50 in (b) graf temperatura – viskoznost za določanje temperature mešanja in vgrajevanja [88]

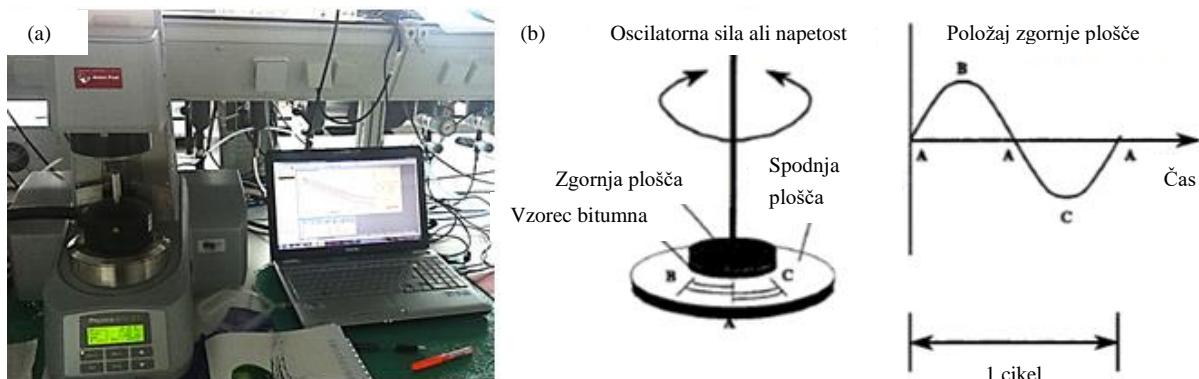
Figure 27: (a) Viscometer Haake RS50 and (b) viscosity-temperature graph for determination of mixing and compaction temperature [88]

Z uporabo reometrov lahko izmerimo različne reološke parametre, kar bo prikazano v nadaljevanju.

4.3.2 Dinamični testi

Rezultati reoloških meritev bitumna posredujejo tudi informacije o obnašanju asfalta, v katerega bo vgrajen raziskani bitumen. Reološki parametri se kot merilo ustreznosti že uporabljajo v evropskih standardih (SIST EN) in ameriških smernicah SHRP. Kriteriji o ustreznosti so določeni na osnovi kompleksnega strižnega modula G^* in faznega zamika δ .

Dinamične reološke meritve (DSR, *angl. Dynamic Shear Rheometer*) smo izvajali na strižnem reometru Physica MCR 301, Anton Paar, z nastavljivo strižno hitrostjo (slika 28). DSR meri viskoelastične lastnosti bitumna pri različnih temperaturah, frekvencah, strižnih silah in deformacijah.



Slika 28: (a) Reometer, uporabljen za izvedbo dinamičnih testov, (b) shematski prikaz oscilatornega testa [24]

Figure 28: (a) Rheometer used for dynamic measurements, (b) schematic presentation of the oscillatory test [24]

Kompleksni strižni modul G^* je razmerje med strižno napetostjo in strižno deformacijo (enačba 21). G^* predstavlja upor vzorca na deformacijo, ko je bitumen izpostavljen strižni obremenitvi. Elastična in viskozna komponenta modula G^* sta povezani in določeni s faznim zamikom δ (enačba 27).

Bitumen je temperaturno zelo občutljiv material, kar pomeni, da je njegova struktura močno odvisna od temperature. Lastnosti bitumna se spremenjajo s temperaturo. Z naraščanjem temperature pada elastični doprinos k viskoelastičnemu odzivu, zato je pomembno, da je pri meritvah temperatura v celotnem vzorcu enaka ter da je kontrolirana v celotnem času meritve. V našem primeru smo za ta namen uporabili Peltier sistem za nadzor temperature. Njegova slaba stran je, da segrevanje vzorca poteka samo preko spodnje plošče, kar lahko povzroči temperaturni gradient po višini vzorca. V ta namen smo uporabili temperaturno kapo (*angl. temperature hood*), s katero smo pokrili vzorec in tako zagotovili manjše izgube temperature v okolico ter s tem bolj enakomerno porazdelitev temperature v vzorcu.

Izbira geometrije senzorskega sistema je odvisna od kompleksnega modula G^* in temperature izvajanja meritve. Za velikost premera SHRP smernice predlagajo naslednje [105] (preglednica 2):

Preglednica 2: Predlagane velikosti premera plošč merilnega sistema po SHRP za izvajanje DSR reoloških meritov

Table 2: SHRP suggested disk sensors for DSR rheology testing

Velikost premera	Temperaturni razpon	G^*
8 mm	Od 0 °C do +40 °C	Od 10^5 do 10^7 Pa
25 mm	Od +40 °C do +80 °C	Od 10^3 do 10^5 Pa

Razdaljo H med ploščama prav tako podajajo SHRP smernice [106] (preglednica 3):

Preglednica 3: Razdalja med ploščama

Table 3: Gap between parallel disks

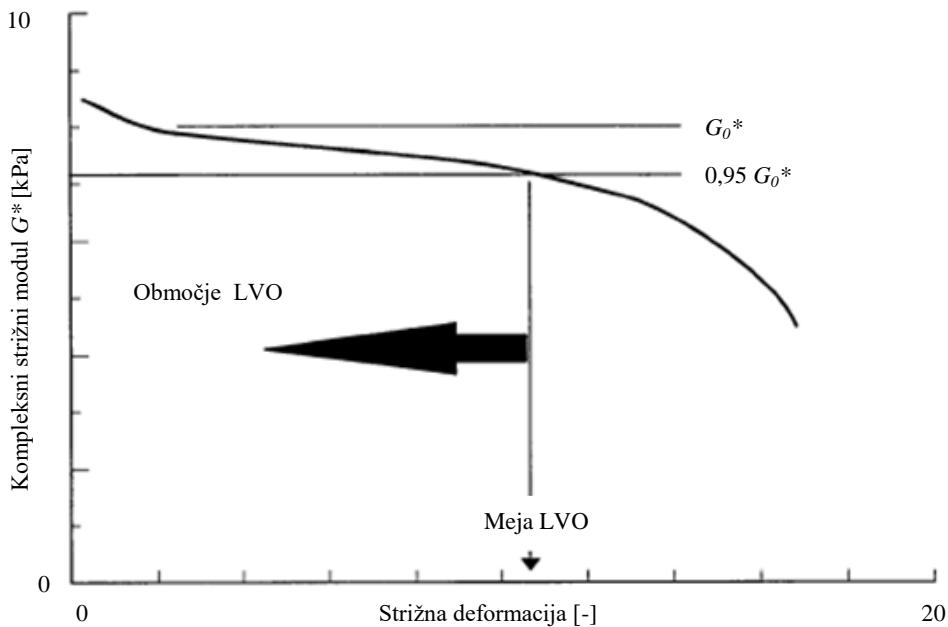
Velikost premera	Razdalja med ploščama H	G^*
8 mm	2 mm	Od 10^5 do $3 \cdot 10^7$ Pa
25 mm	1 mm	Od 10^3 do 10^5 Pa

Na podlagi preglednice 2 in 3 smo se odločili in izvajali teste oscilacije pri naslednjih pogojih:

- uporaba sistema vzporednih plošč 8 mm/2 mm pri $T = 20^\circ\text{C}$ in 30°C ,
- uporaba sistema vzporednih plošč 25 mm/1 mm pri $T = 40^\circ\text{C}$, 50°C , 60°C , 70°C in 80°C .

4.3.2.1 Testi pri konstantni frekvenci oscilacije

Na začetku izvajanja reoloških meritev najprej določimo območje linearnosti – LVO. V tem območju so reološke lastnosti neodvisne od amplitude strižne deformacije, struktura vzorca pa je nespremenjena. Nad to vrednostjo (meja LVO) se začnejo vrednosti dinamičnih količin (G^* , G' , G'' , η^* , η' , η'') z naraščajočo amplitudo deformacije spremenjati. Teste pri konstantni frekvenci oscilacije, $\omega = 10 \text{ rad/s}$, smo izvajali tako, da smo zvezno povečevali amplitudo strižne deformacije (od 0,1 % do 100 %). Ko se je struktura materiala porušila, tj. prehod izven LVO, so se merjene reološke lastnosti začele spremenjati. Meja LVO je določena kot deformacija, pri kateri vrednost modula G^* pada na 95 % njegove začetne vrednosti (slika 29), [106].



Slika 29: Način določanja meje LVO s pomočjo testov pri konstantni frekvenci oscilacije [106]

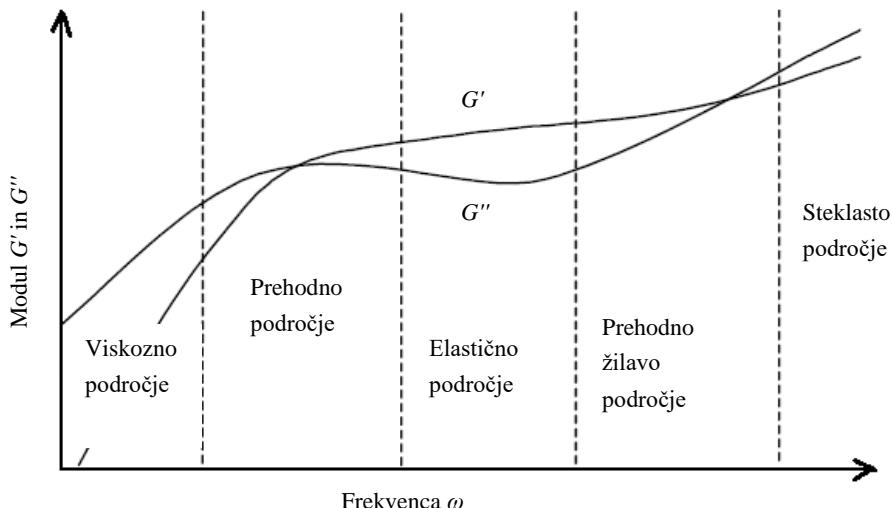
Figure 29: Strain sweeps used to determine linear region [106]

4.3.2.2 Testi pri konstantni amplitudi oscilacije

Vrednosti dinamičnih količin lahko enolično določimo in izračunamo samo v območju LVO. S pomočjo testov pri konstantni amplitudi oscilacije smo frekvenco oscilacije zvezno zmanjševali, od 100 rad/s do 0,1 rad/s, v območju konstantne amplitudne strižne deformacije, ki je zagotavljala linearen

odziv. Na ta način smo določili dinamične količine pri pogojih, ko se notranja struktura snovi ne podira (nedestruktivni strižni pogoji).

S spremenjanjem frekvence oscilacije med meritvijo sprememjamo hitrost vnesene deformacije. Kot rezultat dobimo frekvenčno odvisnost dinamičnih količin, ki predstavlja spekter odzivov snovi (viskoznih in elastičnih) na časovni potek eksperimenta. Odvisnost viskoelastičnih lastnosti od frekvence imenujemo tudi mehanski spekter (*angl. mastercurve*). Posamezna področja mehanskega spektra odziva viskoelastične tekočine v zelo širokem frekvenčnem območju so prikazana na sliki 30 in razložena v nadaljevanju.



Slika 30: Frekvenčna odvisnost G' in G'' viskoelastične snovi v zelo širokem frekvenčnem območju [107]

Figure 30: Frequency dependence of G' and G'' in large frequency range [107]

Posamezna področja mehanskega spektra lahko razdelimo na:

1. Viskozno področje:
 - $G'' > G'$,
 - prevladuje viskozno obnašanje,
 - G'' linearno narašča s frekvenco, G' narašča s kvadratom frekvence: $G'' \propto \omega$, $G' \propto \omega^2$,
 - najdaljši relaksacijski čas snovi je določen kot $\lambda_{max} = (G'/G'')\omega$.
2. Prehodno področje:
 - z naraščajočo frekvenco pride do prehoda iz $G'' > G'$ v $G'' < G'$,
 - pri $G'' = G'$ velja $\lambda_M = 1/\omega$,
 - odziv je značilen za viskoelastične tekočine.
3. Elastično področje:
 - $G' > G''$,
 - prevladuje elastično obnašanje,
 - opazen plato konstantnega G' , G'' pada z naraščajočo frekvenco in doseže minimum,
 - majhna odvisnost obeh modulov od frekvence,
 - odziv je značilen za viskoelastične poltrde snovi.
4. Prehodno žilavo področje:
 - prevladuje elastična komponenta G' ,

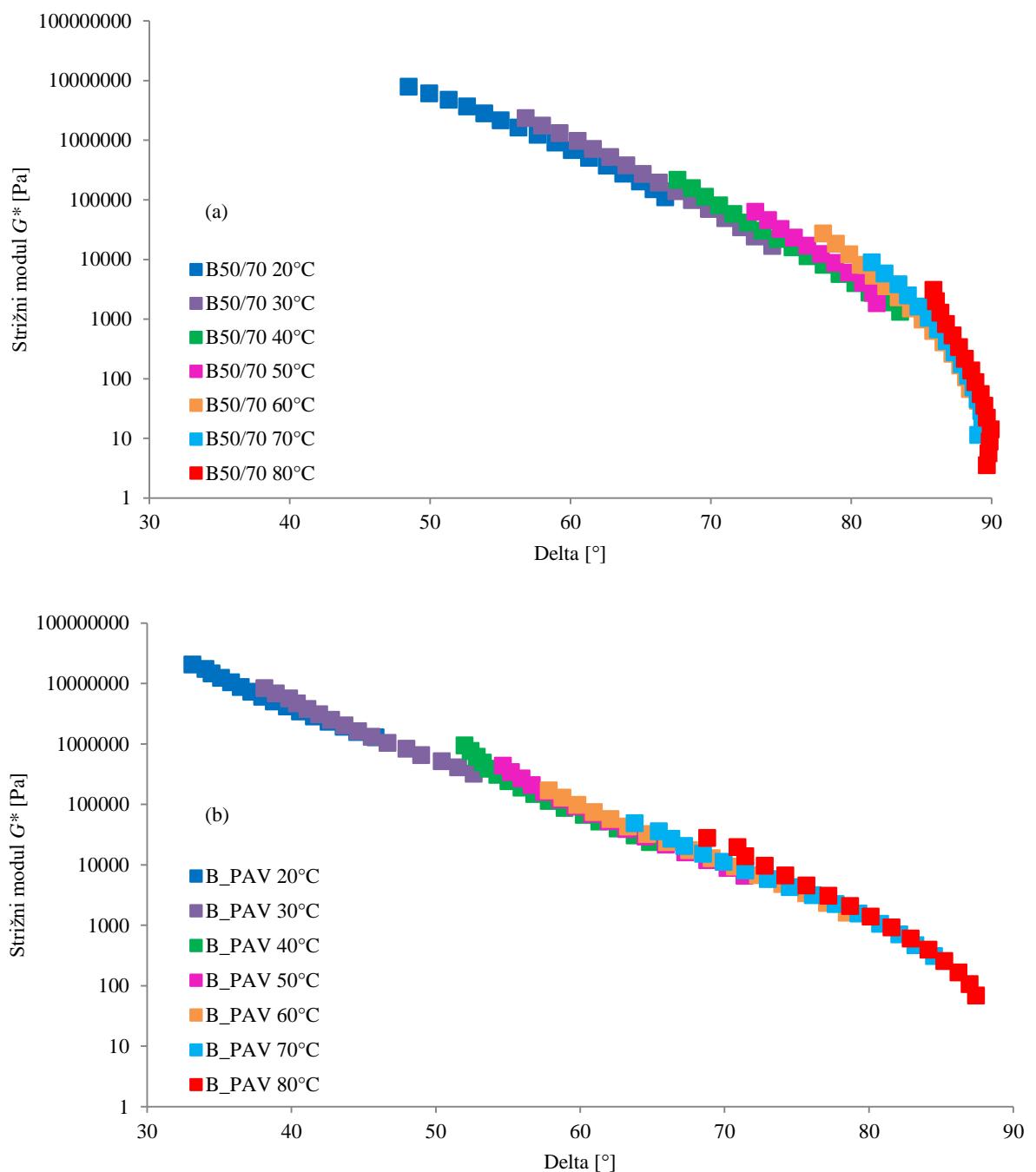
- zaradi relaksacije in oddajanja energije pri visokih frekvencah G'' narašča hitreje kot G' , kar vodi do sekundarnega križanja krivulj,
- odziv je značilen za viskoelastične trde snovi.

5. Steklasto področje:

- prevladuje G'' .

4.3.3 Časovno – temperaturna superpozicija (TTSP)

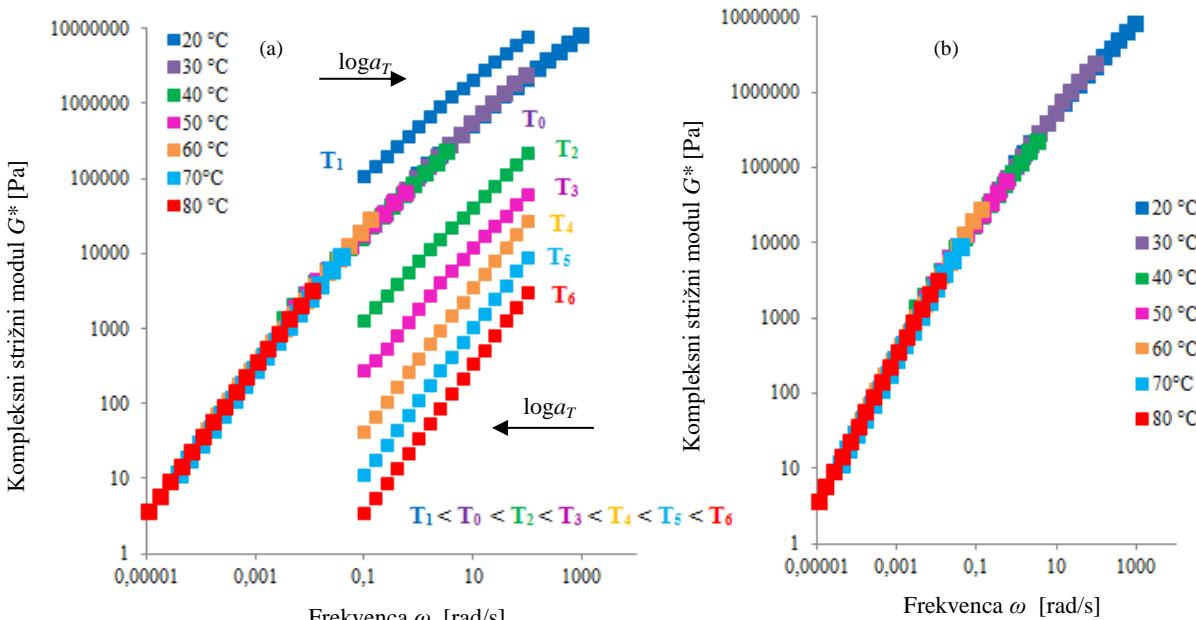
Zaradi viskoelastičnih lastnosti bitumna je pri njihovi obravnavi pomembna dolgoročna napoved obnašanja materiala. Vemo, da so reološki moduli pri konstantni temperaturi funkcije časa (frekvence), pri konstantnem času (frekvenci) pa so odvisni od temperature. Dolgoročno obnašanje bitumna lahko merimo na dva načina: (i) direktno merimo odziv pri konstantni temperaturi in zelo dolgem času. To hitro postane časovno in ekonomsko (stroški) potratno. Drugi (ii) način izkoristi načela časovno-temperaturne superpozicije (*angl. Time – Temperature Superposition, TTSP*). To pomeni, da so odzivi bitumna merjeni v kratkem časovnem območju pri določeni temperaturi. Meritve, v enakem časovnem okvirju nato ponovimo pri več različnih temperaturah in sestavimo odziv, ki je enakovreden odzivu, kot ga določimo po načinu (i) [108]. TTSP pomeni, da se viskoelastična snov pri nizkih temperaturah obnaša enako kot pri velikih frekvencah (kratki časi obremenjevanja), pri visokih temperaturah pa se snov obnaša kot bi se pri nizkih frekvencah (dolgi časi obremenjevanja). Sestavljeni odziv imenujemo mehanski spekter odziva. Primernost uporabe načela TTSP preverimo s t. i. "black diagramom" oz. Van Gurp-Palmenovim diagramom (slika 31). Blackov diagram prikazuje odvisnost kompleksnega strižnega modula G^* od faznega zamika δ , s čimer izločimo vpliv frekvence. Če je stopnja prekrivanja dobra in je krivulja gladka, je to dober znak za uporabo principa TTSP.



Slika 31: Black diagram za (a) nestaran (B50/70) in (b) staran bitumen (B_PAV)

Figure 31: Black diagram for (a) non-aged (B50/70) and (b) aged bitumen (B_PAV)

Rezultat TTSP je znatno povečanje frekvenčnega območja. Faktor zamika (*angl. shift factor*) a_T , predstavlja vrednost, za katero moramo izotermo (slika 32 (a)) merjene dinamične količine premakniti vzdolž osi x, da tvorimo gladko krivuljo mehanskega spektra (slika 32 (b)).



Slika 32: (a) Izoterme kompleksnega modula G^* , merjenega pri različnih temperaturah, in (b) sestavljen mehanski spekter

Figure 32: (a) Isotherms of complex modulus G^* measured at different temperatures and (b) master curve

Van Gurp-Palmen diagram je samo prva indikacija o primernosti uporabe TTSP. Za dejansko uporabo mora biti izpolnjenih več kriterijev. Eden izmed njih je dobro prekrivanje merjenih točk v nastalem mehanskem spektru. Drugi kriterij pravi, da morajo enaki faktorji zamikati veljati za vse reološke količine, za katere želimo narediti mehanske spektre, npr. $G^*, G', G'', \delta \dots$ poleg tega pa morajo faktorji zamika slediti uveljavljenim enačbam, ki opisujejo odvisnost faktorjev zamika od temperature. Najbolj uveljavljeni sta enačbi Williams-Landau-Ferry (WLF) in Arrheniusova enačba.

Prvo zapišemo kot:

$$\log a_T = \frac{-C_1(T-T_0)}{C_2+(T-T_0)}, \quad (29)$$

kjer je T_0 referenčna temperatura, T je temperatura, pri kateri so izmerjene reološke količine, C_1 in C_2 sta konstanti, odvisni od vrste preiskovane snovi in referenčne temperature. C_1 poda informacije o volumnu pri temperaturi faznega prehoda (T_g), medtem ko C_2 vsebuje informacije o koeficientu topotnega raztezka in T_g [109].

Arrheniusova enačba je podana kot:

$$\log a_T = \frac{E_a}{2,303 R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right), \quad (30)$$

kjer je E_a aktivacijska energija (kJ/mol), R pa je splošna plinska konstanta ($R = 8,3014 \text{ J/molK}$).

WLF enačbo lahko preuredimo tako, da dobimo linearno zvezo, ki opisuje odvisnost a_T od temperature:

$$(T - T_0)/\log a_T = -1/C_1(T - T_0) + (-C_2/C_1), \quad (31)$$

kar je linearna enačba oblike $y = kx + n$, konstanti C_1 in C_2 pa lahko nato enostavno določimo iz grafa.

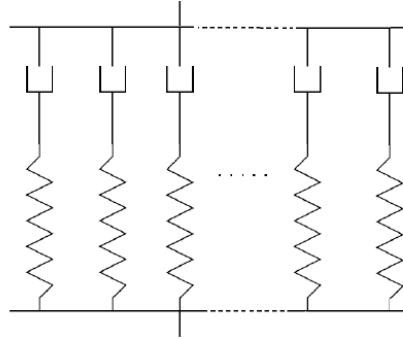
Enako lahko preoblikujemo tudi Arreniusovo enačbo in dobimo:

$$\log a_T = (E_a/2,303 R)(1/T) + (-E_a/2,303 R)(1/T_0). \quad (32)$$

Odstopanje faktorjev zamika od linearne povezave kaže na neprimernost uporabe TTPS. Faktorji zamika določajo novo, razširjeno območje frekvence. Nove frekvence izračunamo pri meritvah z DSR po enačbi: $\omega_{red} = \omega a_T$, kjer je ω_{red} nova frekvenca, ω pa dejanska frekvenca, pri kateri je bila izmerjena reološka količina. Pri BBR meritvah je koncept podoben, le da izračunane izoterme reoloških količin premikamo vzdolž časovne x osi. To pomeni, da je nov čas definiran kot $t_{red} = t/a_T$, t v enačbi je dejanski čas (glej poglavje 4.3.5).

4.3.4 Relaksacijski spektri in mehanski spektri viskoelastičnih snovi

Na podlagi teorije viskoelastičnosti je mogoče iz frekvenčne odvisnosti dinamičnih količin izračunati relaksacijske čase oz. spekter relaksacijskih časov. Realne viskoelastične snovi se namreč ne odzivajo s samo enim relaksacijskim časom, ampak s spektrom relaksacijskih časov. Za izračun spektra relaksacijskih časov uporabimo posplošen Maxwellov model (slika 33), ki vsebuje i zaporedno vezanih Maxwellovih elementov.



Slika 33: Posplošen Maxwellov model

Figure 33: Generalized Maxwell model

Časovno odvisnost strižne napetosti posplošenega Maxwellovega modela zapišemo kot:

$$\tau(t) = \left[\sum_i \frac{g_i \lambda_i^2 \omega^2}{1 + \lambda_i^2 \omega^2} \right] \sin(\omega t) + \left[\sum_i \frac{g_i \lambda_i \omega}{1 + \lambda_i^2 \omega^2} \right] \cos(\omega t), \quad (33)$$

pri čemer je g_i elastični modul i -tega Maxwellovega elementa, λ_i pa je relaksacijski čas i -tega Maxwellovega elementa, za katerega velja $\lambda_i = g_i/\eta$. Relaksacijski spekter snovi predstavlja funkcijsko odvisnost elastičnih modulov od relaksacijskih časov: $g_i(\lambda_i)$. Frekvenčno odvisnost dinamičnih modulov (G' in G'') imenujemo mehanski spekter:

$$G'(\omega) = \sum_i \frac{g_i \lambda_i^2 \omega^2}{1 + \lambda_i^2 \omega^2}, \quad (34)$$

$$G''(\omega) = \sum_i \frac{g_i \lambda_i \omega}{1 + \lambda_i^2 \omega^2}. \quad (35)$$

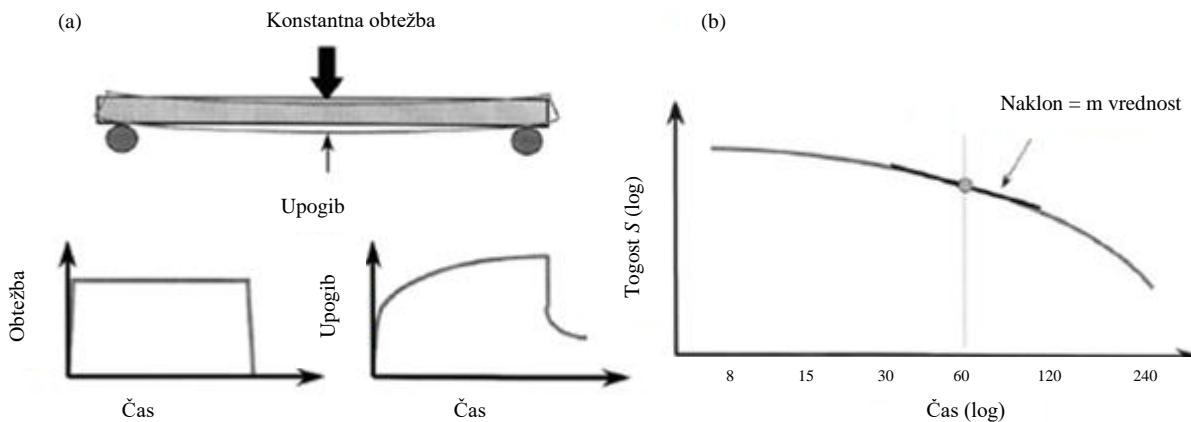
Mehanski spekter izračunamo na osnovi izmerjene frekvenčne odvisnosti dinamičnih modulov na podlagi časovno-temperaturne superpozicije.

4.3.5 Meritve na reometeru z nosilcem, obremenjenim na upogib (BBR)

Za izvedbo reoloških meritv v nizkotemperaturnem območju so v okviru SHRP-ja razvili novo napravo, reometer z nosilcem, obremenjenim na upogib (*angl. Bending Beam Rheometer, BBR*) [110]. BBR meri upogibno togost bitumna (slika 34 (a)). Upogibni testi so primerni za preizkušanje krhkih materialov, kadar meritve pri natezni obremenitvi ne zagotavljajo vpogleda v lastnosti materiala oz. niso izvedljive. Relaksacija napetosti v bitumnu je pri nizkih temperaturah bistveno počasnejša, kar lahko vodi v nastanek razpok v asfaltu in izgubo funkcionalnosti veziva [111]. Bitumenska prizma znanih dimenzijs (12,7 mm x 6,4 mm x 125 mm) je prostoležeče položena na nosilcu in na sredini razpona obremenjena s konstantno silo za določen čas obremenjevanja. Merjena deformacija je izražena kot funkcija časa. Metoda je postala tudi standardna evropska metoda in je opisana v standardu SIST EN 14771 [112]. Togost bitumenske prizme izračunamo po enačbi teorije upogiba:

$$S(t) = \frac{PL^3}{4bh^3\vartheta(t)}, \quad (36)$$

kjer je P konstantna sila (980 mN), L je razpon med nosilcema ($L = 101,6$ mm), b je širina bitumenske prizme, h je višina bitumenske prizme, $\vartheta(t)$ pa je merjen sredinski poves bitumenske prizme. Karakterizacijska parametra, določena po standardu, sta togost S_{60} in vrednost m_{60} , ki kaže na relaksacijsko sposobnost napetosti bitumna. S_{60} je togost, izmerjena pri času $t = 60$ s, m_{60} pa je naklon krivulje $S(t)$ pri enakem času (slika 34 (b)). Ustrezno kakovost bitumna pri nizkih temperaturah zagotavlja maksimalna vrednost $S_{60} = 300$ MPa in minimalna vrednost $m_{60} = 0,300$.



Slika 34: (a) Princip delovanja BBR in (b) določanje S_{60} in m_{60} vrednosti [113]

Figure 34: (a) Principles of BBR and (b) determination of S_{60} and m_{60} values [113]

V raziskavah smo podatke o togosti uporabili za sestavo mehanskega spektra, kar je opisano v poglavju 4.3.3.

4.3.6 Interkonverzija materialnih funkcij

Mehanske lastnosti viskoelastičnih snovi se spreminja s časom, poleg tega pa ima velik vpliv na njih tudi temperatura. Za razliko od linearnih zvez med napetostjo in deformacijo, ki jih uporabljam v klasični mehaniki, so napetostno-deformacijske zveze, ki opisujejo mehansko obnašanje viskoelastičnih snovi, podane v obliki konvolucijskih integralov [114]. Materialne module, ki so v

klasični mehaniki konstantni, nadomestijo materialne funkcije, ki so časovno oz. frekvenčno odvisne. Za opis viskoelastičnega obnašanja potrebujemo 21 materialnih funkcij (preglednica 4).

Preglednica 4: Materialne funkcije za opis viskoelastičnega obnašanja polimernih materialov

Table 4: Material functions for describing viscoelastic behavior

Način obremenjevanja		Materialna funkcija			
		Strižna	Gmotna	Enoosna napetost	Poissonovo razmerje
Statičen	Relaksacija Lezenje	$G(t)$ $J(t)$	$K(t)$ $B(t)$	$E(t)$ $D(t)$	$v(t)$
Dinamičen	Relaksacija Lezenje	V fazi Izven faze	$G'(\omega)$ $G''(\omega)$	$K'(\omega)$ $K''(\omega)$	$E'(\omega)$ $E''(\omega)$
		V fazi Izven faze	$J'(\omega)$ $J''(\omega)$	$B'(\omega)$ $B''(\omega)$	$D'(\omega)$ $D''(\omega)$

Med linearimi viskoelastičnimi materialnimi funkcijami obstajajo povezave. Če veljata teorija linearne viskoelastičnosti in materialna linearnost (majhne deformacije materiala), lahko katero koli funkcijo določimo iz ene znane funkcije znotraj funkcije istega obremenilnega načina. Do želene funkcije lahko pridemo le preko interkonverzije slabo pogojenih problemov. Tako lahko uporabimo statične meritve lezenja ali relaksacije ter iz dobljenih statičnih modulov preračunamo dinamične in obratno.

V našem delu smo z DSR meritvami določili dinamična strižna modula $G'(\omega)$, $G''(\omega)$, z BBR meritvami pa smo določili statično enoosno voljnost lezenja $D(t)$. Na podlagi prvih dveh smo s pomočjo interkonverzije določili statični strižni relaksacijski modul $G(t)$, na podlagi $D(t)$ pa smo določili statični enoosni relaksacijski modul $E(t)$. Za določanje interkonverzije materialnih funkcij je v literaturi na voljo več načinov [115], [116], [117].

Schwarzl je v svojih delih predlagal nekaj načinov določanja interkonverzije strižnih modulov [118], ki so jih Emri in ostali [119] ovrednotili glede na lastne eksperimentalne podatke. Na podlagi njihovih ugotovitev smo za preračun $G(t)$ iz $G'(\omega)$ in $G''(\omega)$ uporabili enačbo:

$$G(t) \cong G'(\omega) - 0.00807G''\left(\frac{\omega}{16}\right) - 0.00719G''\left(\frac{\omega}{8}\right) + 0.00616G''\left(\frac{\omega}{4}\right) - 0.467G''\left(\frac{\omega}{2}\right) + 0.0918G''(\omega) + 0.0534G''(2\omega) - 0.08(4\omega) + 0.0428G''(8\omega), \quad \omega = 1/t, \quad (37)$$

ki je primerna tudi za večje faktorje dušenja ($\tan\delta$).

Za izračun $E(t)$ na podlagi poznavanja $D(t)$ obstaja v literaturi več približnih metod [120]. Najenostavnejša med njimi naj bi bila domneva, ki temelji na kvazi elastični odvisnosti:

$$E(t)D(t) \approx 1, \quad (38)$$

vendar pa ta velja samo za šibke viskoelastične materiale [120]. Eden izmed enostavnnejših načinov interkonverzije je uporaba Hopkins–Hammingovega algoritma [121]. Algoritem je dobra numerična aproksimacija rešitve konvolucijskega integrala, ki je potreben za interkonverzijo. Konvolucijski integral zapišemo:

$$\int E(t_{red})D(t - t_{red})dt_{red} = \int D(t_{red})E(t - t_{red})dt_{red} = t. \quad (39)$$

Aproksimacija statičnega enosnega relaksacijskega modula je izračunana z rekurzivno formulo:

$$E(t_{n+1/2}) = \frac{t_{n+1} - \sum_{i=0}^{n-1} E(t_{n+1/2})[f(t_{n+1}-t_i) - f(t_{n+1}-t_{i+1})]}{f(t_{n+1}-t_n)}. \quad (40)$$

Prva vrednost rekurzivne formule je podana kot:

$$E(t_{1/2}) = \frac{t_1}{f(t_1)}. \quad (41)$$

Funkcija $f(t)$ v enačbi 40 predstavlja integral voljnosti $D(t)$, kar zapišemo kot: $f(t) = \int D(t_{red})dt_{red}$, in smo ga numerično izračunali.

Izračunana relaksacijska spektra $G(t)$ in $E(t)$ sta služila za nadaljnjo analizo časovne stabilnosti [122]. Analiza primerja čase, pri katerih snov doseže določeno vrednost relaksacije. Faktorji časovne stabilnosti TS_G in TS_E so določeni kot:

$$TS_{G/E} = t_m/t_b, \quad (42)$$

kjer je t_b oz. t_m čas, ki je potreben, da osnovni oz. modificirani bitumen doseže poljubno predhodno določeno vrednost relaksacijskega modula.

4.3.7 Testi lezenja in obnove

Teste lezenje in obnove lahko uporabimo kot nedestruktivno metodo določanja viskoelastičnih lastnosti snovi. Poleg tega pa lahko s testi lezenja in obnove določimo tudi viskoznost v prvem newtonskem območju (η_0) oziroma prvo območje konstantne viskoznosti.

Za izvedbo testa lezenja (*angl. creep*) vzorec obremenimo s konstantno strižno napetostjo in merimo nastalo strižno deformacijo (slika 35). Deformacija je odvisna od časa delovanja strižne napetosti. Faza obnove (*angl. recovery*) nastopi, ko strižno napetost odvzamemo. Odvisnost deformacije od časa lahko opišemo z različnimi mehanskimi modeli in določimo viskozno in elastično komponento snovi. Popolnoma elastična vzmet (slika 35 (b)) se v trenutku nastopa strižne napetosti deformira do končne deformacije in se nato, ko napetost odvzamemo, tudi v trenutku povrne v prvotno lego. Matematično opišemo odziv kot [89]:

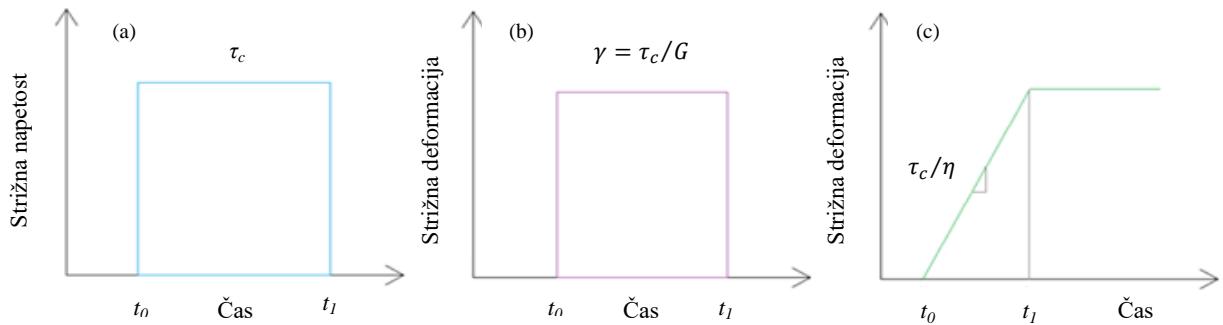
$$t_0 < t < t_1 \quad \gamma = \tau_c/G, \quad (43)$$

$$t > t_1 \quad \gamma = 0. \quad (44)$$

Strižna deformacija idealno viskozne snovi (slika 35 (c)) v času delovanja strižne deformacije linearno narašča. Naklon krivulje (strižne deformacije v odvisnosti od časa) je enak strižni hitrosti ($\dot{\gamma}$). Po prenehanju delovanja napetosti se dušilka ne vrne v prvotno lego; deformacija ostane enaka končni doseženi vrednosti [89]:

$$t_0 < t < t_1 \quad \gamma(t) = \tau_c(t - t_0)/\eta, \quad (45)$$

$$t > t_1 \quad \gamma(t) = \tau_c(t_1 - t_0)/\eta. \quad (46)$$



Slika 35: (a) Obremenitev s konstantno strižno napetostjo in odziv (b) idealne elastične oz. (c) idealne viskozne snovi

Figure 35: (a) Constant shear stress and response of (b) ideal elastic or (c) ideal viscous material

Najosnovnejša mehanska modela, ki ju uporabimo za opis dogajanja, sta ponovno Maxwellov model in Kelvin-Voightov model.

Strižna sila je v fazi lezenja konstantna, $\tau = \tau_c$, $t_0 < t < t_1$. Odziv idealne viskoelastične tekočine (Maxwellov model) opiše enačba 10, katere rešitev je [89]:

$$\gamma(t) = \frac{\tau_c}{G} + \frac{\tau_c t}{\eta}. \quad (47)$$

Elastičen doprinos je trenuten ($\gamma = \tau_c/G$), viskozni doprinos pa linearno narašča (τ_c/η). V fazi obnove se elastični doprinos v trenutku povrne (shranjena energija). Ker sta vzmet in dušilka vezani zaporedno, je strižna napetost po celotnem sistemu enaka. Elastični doprinos se v fazi obnove ($t > t_1$) sprosti, viskozni doprinos pa ostane [89]:

$$\gamma(t) = \frac{\tau_c t_1}{\eta}. \quad (48)$$

Na sliki 36 (a) je prikazan časovni potek strižne deformacije pri testu lezenja in obnove za Maxwellov model.

Kelvin-Voightov model na sliki 36 (b) opisuje odziv idealne viskoelastične trdne snovi pri testu lezenja in obnove. Odziv na konstantno strižno napetost v fazi lezenja ($t_0 < t < t_1$) opiše enačba 13, katere rešitev je [89]:

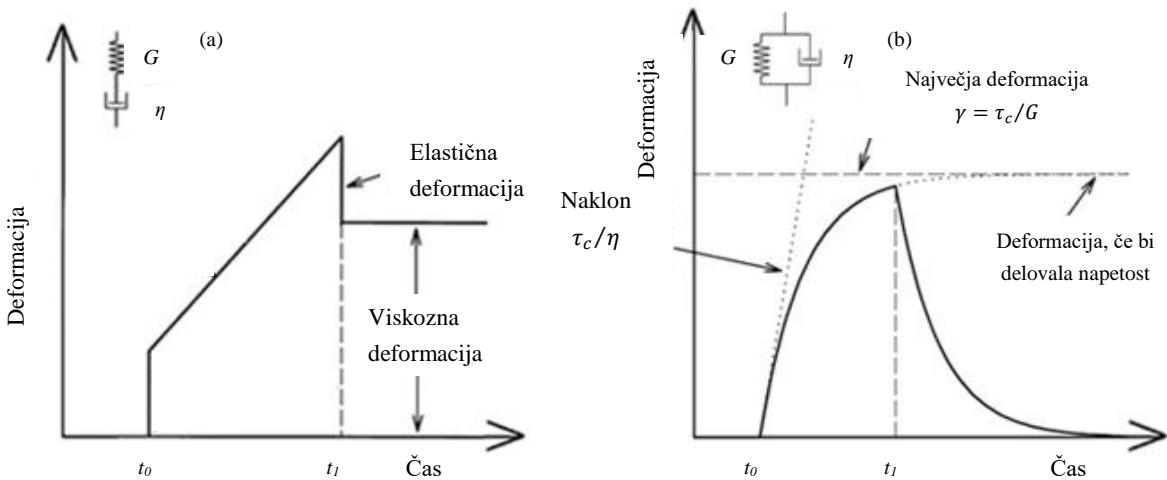
$$\gamma(t) = \frac{\tau_c}{G} [1 - e^{(-t/\lambda_{ret})}], \quad (49)$$

pri tem je λ_{ret} retardacijski čas, $\lambda_{ret} = \eta/G$.

V fazi obnove ($t > t_1$) se strižna deformacija z zakasnitvijo vrne v prvotno stanje [89]:

$$\gamma(t) = \gamma_c e^{(-(t-t_1)/\lambda_{rel})}, \quad (50)$$

kjer je λ_{rel} relaksacijski čas, $\lambda_{rel} = \eta/G$. V LVO je relaksacijski čas λ_{rel} v fazi obnove enak retardacijskemu času λ_{ret} v fazi lezenja. Potek procesa obnove je možen le tedaj, ko je čas eksperimenta lezenja dovolj dolg, da se vzpostavi ravnotežno stanje v viskoelastični trdni snovi oziroma je veliko daljši od retardacijskega časa $t \gg \lambda_{ret}$.



Slika 36: Odziv (a) Maxwellovega modela in (b) Kelvin-Voightovega modela na konstantno strižno napetost v fazi lezenja ($t_0 < t < t_1$) in v fazi obnove ($t > t_1$)

Figure 36: (a) Maxwell model's response and (b) Kelvin-Voight model's response to constant shear stress in creep phase ($t_0 < t < t_1$) and in recovery phase ($t > t_1$)

Realne viskoelastične snovi se v splošnem obnašajo bolj kompleksno kot viskoelastične tekočine oz. viskoelastične trdne snovi. Za njihov odziv obstaja mnogo mehanskih modelov. Med osnovnejše štejemo Burgersov mehanski model (slika 37 (a)), kjer sta zaporedno vezana Kelvin-Voightov model (doprinos označen z indeksom 1) in Maxwellov model (doprinos označen z indeksom 0). Strižna napetost vsake komponente je enaka celotni napetosti, celotna deformacija pa je enaka vsoti deformacij posameznih komponent [89]:

$$\tau_c = \tau_0 = \tau_1, \quad (51)$$

$$\gamma = \gamma_0 + \gamma_1, \quad (52)$$

$$\frac{d\gamma}{dt} = \frac{\gamma_0}{dt} + \frac{\gamma_1}{dt}. \quad (53)$$

Enačba stanja, ki opisuje odziv strižne deformacije pri testu lezenja in obnove, je bolj kompleksna kot v prejšnjih primerih in jo zapišemo kot [89]:

$$(\lambda_1/G_0) \frac{d^2\tau}{dt^2} + \{(1/G_0) + (1/G_1) + \lambda_1/\eta_0\} \frac{d\tau}{dt} + \tau/\eta_0 = \lambda_1 \frac{d^2\gamma}{dt^2} + \frac{d\gamma}{dt}, \quad (54)$$

pri čemer predstavlja λ_1 zakasnitev Kelvin-Voightovega modela, $\lambda_1 = \eta_1/G_1$.

V fazi lezenja je pri upoštevanju $\tau = \tau_c$, $t_0 < t < t_1$ strižna deformacija:

$$\gamma(t) = \frac{\tau_c \cdot t}{\eta_0} + \frac{\tau_c}{G_0} + \frac{\tau_c}{G_1} [1 - e^{(-t/\lambda_1)}]. \quad (55)$$

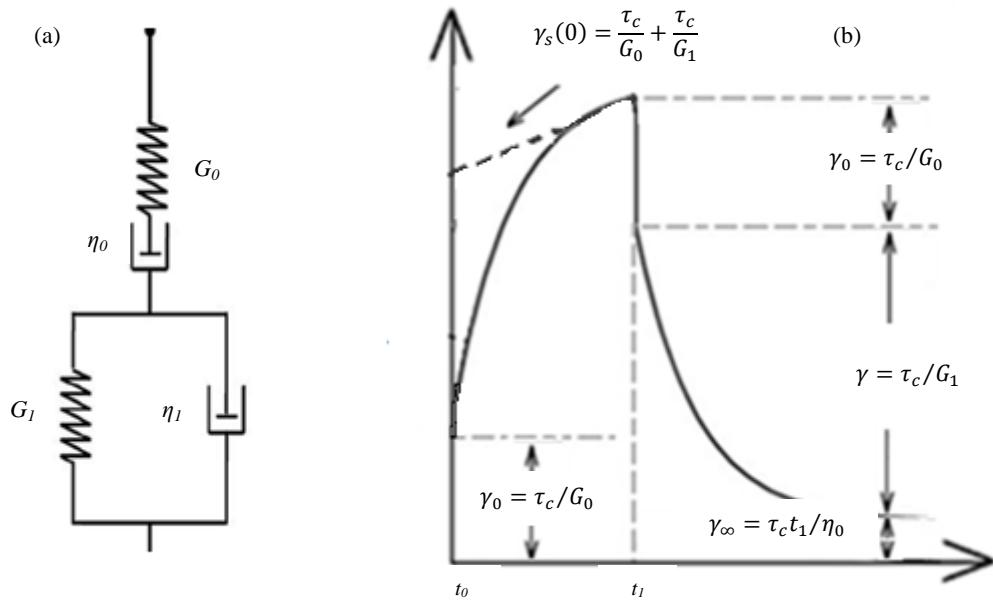
V fazi obnove strižna deformacija pojema in je (ob upoštevanju $\tau = 0$, $t > t_1$):

$$\gamma(t) = \frac{\tau_c \cdot t_1}{\eta_0} + \frac{\tau_c}{G_1} e^{(-(t-t_1)/\lambda_1)}. \quad (56)$$

Zgornja enačba (56) pokaže, da lahko viskozno komponento viskoelastičnega odziva, ki je posledica trajne deformacije snovi, določimo neposredno iz testa obnove:

$$t \gg t_1 \rightarrow \gamma = \gamma_\infty = \tau_c t_1 / \eta_0. \quad (57)$$

Na sliki 37 (b) je prikazan odziv Burgersovega modela pri testu lezenja in obnove. Deformacija γ_s je stacionarna deformacija, ki se v fazi obnove povrne (deformacija, ki jo pripisemo elastičnim komponentam).



Slika 37: (a) Burgersov mehanski model ter (b) njegov odziv na konstantno strižno napetost v fazi lezenja ($t_0 < t < t_I$) in v fazi obnove ($t > t_I$)

Figure 37: (a) Burger's model and (b) its response to constant shear stress in creep phase ($t_0 < t < t_I$) and in recovery phase ($t > t_I$)

Za preučevane bitumne Burgersov model ni dovolj dobro opisal odziva strižne deformacije, zato smo uporabili šestparametrski model iz literature [111], [123]. Pri tem modelu je Burgersovemu modelu dodatno zaporedno vezan Kelvin-Voightov model. V tem primeru enačbe deformacije v času lezenja zapišemo kot:

$$\gamma(t) = \frac{\tau_c \cdot t}{\eta_0} + \frac{\tau_c}{G_0} + \sum_{i=1}^2 \frac{\tau_c}{G_i} [1 - e^{(-t/\lambda_{ret,i})}]. \quad (58)$$

V fazi obnove pa:

$$\gamma(t) = \frac{\tau_c \cdot t_1}{\eta_0} + \sum_{i=1}^2 \frac{\tau_c}{G_i} e^{(-(t-t_1)/\lambda_{rel,i})}. \quad (59)$$

Doprinos Maxwellovega elementa označimo z indeksom 0, doprinos Kelvin-Voightovega elementa pa z indeksoma 1 in 2.

Reološke parametre modelov ($\eta_0, G_0, \eta_1, G_1, \eta_2, G_2$) določimo na podlagi izmerjene deformacije $\gamma(t)$, retardacijski časi faze lezenja ($\lambda_{ret,i} = \eta_i/G_i$) pa so v LVO enaki relaksacijskim časom faze obnove.

Proporcionalna količina med deformacijo in strižno napetostjo je strižni modul, ki je obratno sorazmeren strižni deformaciji. Razmerje med strižno deformacijo in napetostjo lahko izrazimo z voljnostjo ($J(t)=I/G(t)$), ki je pri konstantni strižni napetosti sorazmerna strižni deformaciji:

$$J(t) = \tau_c J(t). \quad (60)$$

V LVO je voljnost neodvisna od velikosti uporabljenе strižne napetosti. Voljnost šestparametrskega modela lahko z upoštevanjem enačb 58, 59 in 60 zapišemo v fazi lezenja:

$$J(t) = \frac{t}{\eta_0} + \frac{1}{G_0} + \sum_{i=1}^2 \frac{1}{G_i} [1 - e^{(-t/\lambda_{ret,i})}] = \frac{t}{\eta_0} + J_0 + \sum_{i=1}^2 J_i [1 - e^{(-t/\lambda_{ret,i})}] \quad (61)$$

in v fazi obnove:

$$J(t) = \frac{t_1}{\eta_0} + \sum_{i=1}^2 \frac{1}{G_i} e^{(-(t-t_1)/\lambda_{rel,i})} = \frac{t_1}{\eta_0} + \sum_{i=1}^2 J_i e^{(-(t-t_1)/\lambda_{rel,i})}. \quad (62)$$

Teste lezenja in obnove smo izvajali znotraj LVO, ki smo ga določili na podlagi dejstva o neodvisnosti voljnosti od strižne napetosti znotraj LVO. V našem delu smo teste izvajali pri različnih napetostih in preverili, ali se njihov odziv prekriva. Teste lezenja in obnove smo izvajali pri temperaturi 40 °C.

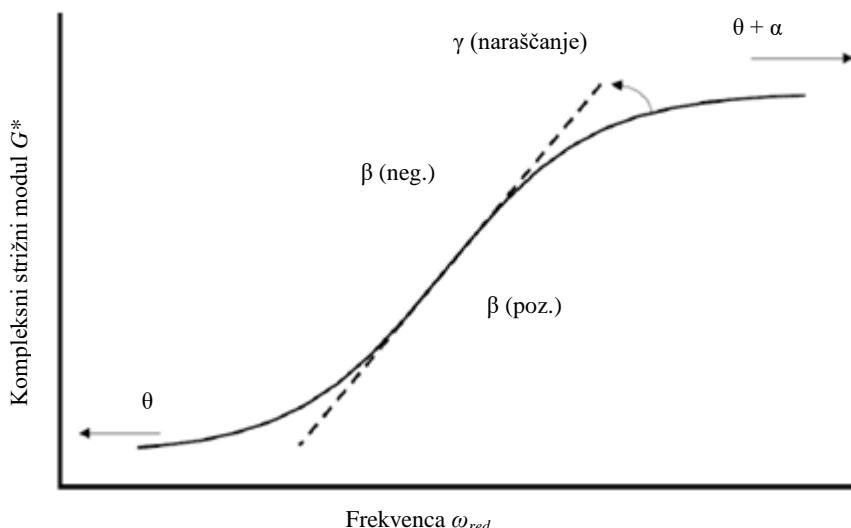
4.3.8 Modeli za napoved viskoelastičnega obnašanja snovi

Koloidna struktura bitumna narekuje njegovo reološko obnašanje. Obnašanje bitumna določimo z dinamičnimi in statičnimi testi (4.3.2.1, 4.3.2.2, 4.3.7). Ker je reološko testiranje dolgotrajno in povezano z visokimi stroški, v ospredje pridejo napovedni modeli ali enačbe za vrednotenje linearne elastičnega odziva. Že v petdesetih in šestdesetih letih prejšnjega stoletja so bile v uporabi nelinearne večvariantne metode (t. i. nomografi) za predstavitev reoloških lastnosti bitumna. Sčasoma so nomografi zastarali, še posebej zaradi napredne računalniške tehnologije. Nadomestile so jih empirične algebrajske enačbe in mehanski modeli. Pristop z uporabo algebrajskih enačb (znan tudi kot matematični ali fenomenološki pristop) uporabi primerno matematično enačbo za opis eksperimentalnih podatkov (aproksimacija mehanskega spektra), pri čemer je natančnost ujemanja izračunanih in eksperimentalnih podatkov edini kriterij izbire enačbe. Mehanski modeli (t. i. analogni modeli) predstavijo viskoelastične lastnosti z uporabo različnih kombinacij vzmeti in dušilke [31], [97], [124].

V našem delu smo za opis in napoved viskoelastičnega obnašanja bitumna z dodatki uporabili algebrajske enačbe. Mehanske spektre, določene z DSR meritvami, smo aproksimirali z Sigmoidalnim modelom (navadnim in posplošenim) in Al-Qadi modelom [31], [125], [126], [127], [128], [129]. Sigmoidalni model je bil razvit v sklopu programa NCHRP. Eناčba štiparametrskoga Sigmoidalnega modela za kompleksni strižni modul se glasi:

$$\log|G^*| = \theta + \frac{\alpha}{1+e^{\beta+\gamma(\log\omega_{red})}}, \quad (63)$$

kjer je ω_{red} nova frekvence (določena v mehanskem spektru), θ je spodnja asymptota, α je razlika med zgornjo in spodnjo asymptoto, β in γ pa določata obliko krivulje in točko prevoja (določena pri frekvenci $\omega = 10^{(-\beta/\gamma)}$). Opisani parametri so prikazani na sliki 38:



Slika 38: Definicija Sigmoidalnega modela [97]

Figure 38: Definition of the Sigmoidal model [97]

Enačba posplošenega (petparametrskega) Sigmoidalnega modela za kompleksni modul se glasi:

$$\log|G^*| = \theta + \frac{\alpha}{[1+\chi e^{\beta+\gamma(\log\omega_{red})}]^{1/\chi}}, \quad (64)$$

kjer novi parameter χ določa nesimetrično obliko mehanskega spektra, ostali parametri pa so enaki kot pri enačbi 63. V primeru $\chi = 1$ se posplošen model vrne v prvotno obliko Sigmoidalnega modela (enačba 63).

Uporaba Sigmoidalnega modela je zelo razširjena, vendar pa opisuje samo obnašanje kompleksnega modula. Model, ki so ga razvili Al-Qadi in sodelavci [97], napoveduje tudi mehanski spekter faznega zamika. Enačba za napoved spektra kompleksnega modula je:

$$|G^*| = G_g \left[1 - \frac{1}{\left[1 + \left(\frac{\omega_{red}}{\omega_0} \right)^v \right]^w} \right], \quad (65)$$

kjer ω_0 določa mesto prehoda na osi x, v in w pa sta brezdimenzijska parametra modela.

Enačba za napoved spektra faznega zamika je:

$$\delta = \frac{90}{\left[1 + \left(\frac{\omega_{red}}{\omega_0} \right)^v \right]^w}. \quad (66)$$

Uporabljeni simboli imajo enak pomen kot v enačbi 65.

Poleg kompleksnega strižnega modula smo s petimi različnimi modeli opisali tudi viskoznost preiskovanih vzorcev [93]. Na podlagi že znanih mehanskih spektrov kompleksnega strižnega modula, smo izračunali mehanske spektre viskoznosti:

$$\eta^* = G^*/\omega_{red}. \quad (67)$$

Cross-ov model zapišemo:

$$\frac{\eta^* - \eta_\infty}{\eta_0 - \eta_\infty} = \frac{1}{1 + (c \cdot \omega_{red})^p}. \quad (68)$$

Carreau-jev model je podoben Crossoverju modelu:

$$\frac{\eta^* - \eta_\infty}{\eta_0 - \eta_\infty} = \frac{1}{(1 + (c_1 \cdot \omega_{red})^2)^p}. \quad (69)$$

Izbrali smo dve modifikaciji modela Carreau, prva je model Carreau/Gahleitner:

$$\frac{\eta^* - \eta_\infty}{\eta_0 - \eta_\infty} = \frac{1}{(1 + (c_1 \cdot \omega_{red})^{p_1})^p}. \quad (70)$$

Druga modifikacija je model Carreau/Yasuda:

$$\frac{\eta^* - \eta_\infty}{\eta_0 - \eta_\infty} = \frac{1}{(1 + (\lambda \cdot \omega_{red})^{p_1})^{\frac{1-p}{p_1}}}. \quad (71)$$

Zadnji obravnavani model viskoznosti je model Vinogradov/Malkin:

$$\frac{\eta^* - \eta_\infty}{\eta_0 - \eta_\infty} = \frac{1}{1 + c_1 \cdot \omega_{red}^p + c_2 \cdot \omega_{red}^{2p}}. \quad (72)$$

V enačbah nastopa več neznank: nična strižna viskoznost (*angl. zero shear viscosity*, ZSV) η_0 , in neskončna strižna viskoznost η_∞ , parametra c and c_1 , ki sta časovni konstanti, povezani z relaksacijskim časom, in ostali parametri, ki so brezdimenzijski eksponenti. Ker je η_∞ zelo majhna v primerjavi z η_0 , smo uvedli poenostavitev in η_∞ zanemarili v vseh modelih, razen v zadnjem, Vinogradov/Malkinovem modelu.

ZSV, η_0 , je pomemben indikator obnašanja bitumna in je materialna konstanta snovi pri določeni temperaturi [93], [130]. Za viskoelastične tekočine pogosto velja t. i. Cox-Merzovo pravilo, ki pravi,

da lahko iz meritev pri oscilatornih strižnih pogojih določimo strižno viskoznost pri destruktivnih (rotacijskih) strižnih pogojih in obratno [89], [131]. V limiti, ko gre frekvenca oscilacije proti nič, so vrednosti kompleksne viskoznosti η^* enake vrednostim strižne viskoznosti pri destruktivnih pogojih η_0 :

$$\lim_{\dot{\gamma} \rightarrow 0} \eta(\dot{\gamma}) = \lim_{\omega \rightarrow 0} \eta^*(\omega). \quad (73)$$

Dejansko je ZSV samo teoretični koncept, ne moremo pa izmeriti njene absolutne vrednosti, saj je pri določanju ZSV vključenih preveč predpostavk in približkov [132]. Tako lahko ZSV služi kot kazalec sprememb, ki nastanejo zaradi modifikacije bitumna. ZSV lahko določimo z različnimi reološkimi testi: z rotacijskimi testi (tokovne krivulje), z oscilatornimi testi (testi spremenljive frekvence) ali testi lezenja [93]. Pri rotacijskih testih je ZSV določena kot strižna viskoznost $\eta(\dot{\gamma})$, ko strižna hitrost limitira proti nič ($\dot{\gamma} \rightarrow 0$). Pri oscilatornih testih je podobno, saj je ZSV določena kot kompleksna viskoznost $\eta^*(\omega)$, ko frekvenca limitira proti nič ($\omega \rightarrow 0$). ZSV je pri testu lezenja določena na koncu prve faze, ko je snov obremenjena z napetostjo in je doseženo ravnovesno stanje. Najprej izračunamo spremembo deformacije v času $\Delta\gamma/\Delta t$, to je kar strižna hitrost $\dot{\gamma}_0$. V drugem koraku izračunamo ZSV:

$$\eta_0 = \tau_c / \dot{\gamma}_0. \quad (74)$$

Čas testa lezenja preračunamo v frekvenčno skalo:

$$\omega = 1/t_{lezenje}. \quad (75)$$

Rotacijske in oscilatorne teste za določanje ZSV smo izvedli pri petih temperaturah (40 °C–80 °C), testi lezenja pa so bili izvedeni samo pri temperaturi 40 °C.

Na podlagi nizko temperturnih BBR meritev smo sestavili spektre togosti ($S(t)$). Aproksimirali smo jih z različnimi modeli [31], [113], ki so bili primerni za napovedovanje reoloških lastnosti v nizkotemperturnem območju, saj je pri visokih temperaturah naklon krivulje (tugost/čas) zelo majhen. Pri nizkih frekvencah namreč velja $S(t_{red}) \approx S_{glassy}(t_{red}/\lambda)^{-1}$, medtem ko je pri visokih frekvencah $S(t_{red}) \approx S_{glassy}$. Najbolj enostaven je Christensen-Anderson (CA) model, ki je bil razvit v sklopu programa SHRP. Najbolj splošen je Christensen-Anderson-Sharrock-Bouldin (CASB) model. CASB model definira tugost snovi kot:

$$S(t_{red}) = S_{glassy} [1 + (t_{red}/\lambda)^\beta]^{-\kappa/\beta}, \quad (76)$$

kjer je t čas, t_{red} novi čas mehanskega spektra, S_{glassy} je tugost bitumna v steklastem področju, λ , β , κ pa so parametri modela.

Če predpostavimo $S_{glassy} = 3$ GPa, potem dobimo triparametrski Christensen-Anderson-Marastenau (CAM) model:

$$S(t_{red}) = 3 \text{GPa} [1 + (t_{red}/\lambda)^\beta]^{-\kappa/\beta}. \quad (77)$$

Če v CASB modelu privzamemo $\kappa = 1$, dobimo drugi tri-parametrski model, imenovan Christensen-Anderson-Sharrock (CAS) model:

$$S(t_{red}) = S_{glassy} [1 + (t_{red}/\lambda)^\beta]^{-1/\beta}. \quad (78)$$

Že prej omenjeni dvoparametrski CA model zapišemo kot:

$$S(t_{red}) = 3 \text{GPa} [1 + (t_{red}/\lambda)^\beta]^{-1/\beta}. \quad (79)$$

Sposobnost modelov napovedovanja rezultatov smo ovrednotili s tremi različnimi statističnimi parametri [133]. Prvi je vsota kvadratov razlike (angl. *the sum of squared residuals*, SSR) med napovedanimi in izračunanimi vrednostmi:

$$\text{SSR} = \sum_{i=1}^N (y_i - f(x_i))^2. \quad (80)$$

Drugi parameter je normalizirana srednja vsota kvadratov razlike (*angl. the normalized mean square error, NMSE*):

$$\text{NMSE} = \frac{1}{N} \sum_i \frac{(f(x_i) - y_i)^2}{f(x_i)y_i}, \quad (81)$$

$$\overline{f(x_i)} = \frac{1}{N} \sum_i f(x_i), \quad (82)$$

$$\overline{y_i} = \frac{1}{N} \sum_i y_i. \quad (83)$$

Tretji parameter je razmerje med napovedano in izmerjeno vrednostjo (*angl. the discrepancy ratio, R_i*):

$$R_i = \frac{f(x_i)}{y_i}. \quad (84)$$

i je število meritvev, y_i je posamezna meritev, $f(x_i)$ pa je napoved posamezne meritve.

Približevanje vrednosti parametrov SSR in NMSE proti nič in vrednosti parametra R_i proti ena nakazuje na dobro ujemanje med izmerjenimi in napovedanimi vrednostmi.

5 ASFALTNE MEŠANICE Z RECIKLIRANIM ASFALTEM

Na podlagi rezultatov izvedenih mehanskih in reoloških testov na nestaranemu in staranemu bitumnu z različnimi koncentracijami pomlajevalca smo določili potrebnii delež pomlajevalca, ki vrne lastnosti staranega bitumna proti lastnostim nestaranega bitumna. Ta delež pomlajevalca smo uporabili pri načrtovanju asfaltnih mešanic z dodanim recikliranim asfaltom. V raziskavah smo delež RA postopno povečevali (od 20 % do 60 %). Pri vsakem deležu dodanega RA smo izdelali asfaltno mešanico brez pomlajevalca in z njim. Tako smo preverjali tudi vpliva pomlajevalca na asfaltno mešanico z dodanim RA. Vse lastnosti asfaltov smo primerjali z lastnostmi kontrolne mešanice iz svežih materialov.

Pripravili smo asfaltno mešanico tipa AC8 surf B 50/70 A4, kar pomeni bitumenski beton, namenjen za obrabne plasti (surf), za lahko ali srednjo obremenitev (A4), z nazivnim zrnom 8 mm. Vse mešanice so bile pripravljene v laboratoriju z mešalcem za laboratorijsko pripravo asfaltnih mešanic (slika 39).



Slika 39: Mešalec za laboratorijsko pripravo asfaltnih mešanic

Figure 39: Mixer for laboratory preparation of asphalt

Kamniti agregat smo pred uporabo sušili vsaj 4 h na $T = 100\text{ }^{\circ}\text{C}$, nato pa še nekaj dni pri sobni temperaturi. Pred samim mešanjem smo agregat segreli na $T = 170\text{ }^{\circ}\text{C}$ (vsaj 2 uri), bitumen pa na $T = 153\text{ }^{\circ}\text{C}$ (2 uri). Dodani RA smo segrevali manj časa, da ne bi že postaran bitumen dodatno oksidirali in postarali. Na podlagi smernice NCHRP [134], odvisno od dodane količine, smo ga segrevali med 10 in 20 min na $T = 170\text{ }^{\circ}\text{C}$. Pomlajevalec smo vmešali v svež bitumen. V že segret bitumen smo dodali ustrezno količino pomlajevalca, nato pa mešali, da smo dobili homogeno zmes. Delež pomlajevalca je bil odvisen od deleža postaranega bitumna, torej od deleža RA v asfaltni zmesi.

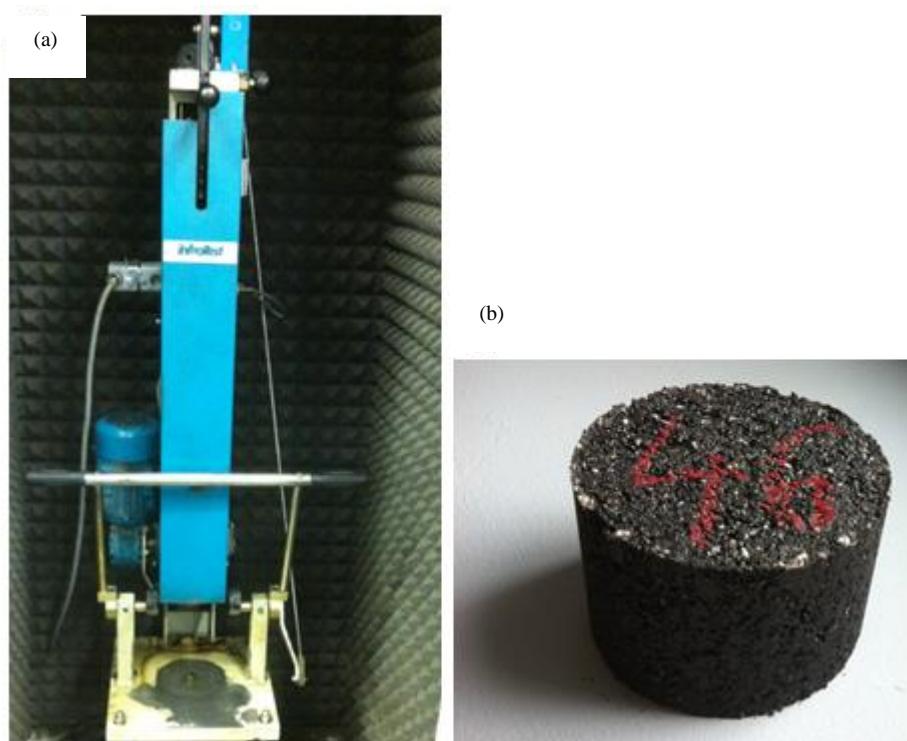
Projektiranje sestave asfaltne mešanice pomeni izbiro materialov in njihovega razmerja v sestavi, ki je primerna za optimalno zagotovitev zahtevanih lastnosti glede na vrsto asfaltne mešanice. Najbolj razširjen in tudi pri nas uveljavljen je postopek, ki temelji na teoriji votlin, t. i. postopek po Marshallu. S tem postopkom se ugotovi delež veziva pri želeni gostoti, ki zagotavlja minimalno stabilnost [1]. Pri naših raziskavah smo uporabili recepturo, ki ima vsebnost bitumna določeno na 5 % deleža mase

celotne asfaltne mešanice. Sestavo kamnitega agregata, t. i. sejalno krivuljo, smo določili tako, da je ustrezala zahtevam tehničnih specifikacij za ceste [1].

Recikliran asfalt smo pred uporabo raziskali tako, da smo določili vsebnost bitumna, nato pa smo ga presejali na posamezne podfrakcije (0/2 mm, 2/4 mm, 4/8 mm). Raziskali smo tudi ekstrahiran bitumen iz RA.

5.1 Raziskave asfalta

Iz narejene asfaltne mešanice smo pripravili valjaste Marshallove preizkušance (premer $101,6 \pm 0,1$ mm, višina $63,5 \pm 2,5$ mm, glej sliko 40) po standardu SIST EN 12697-30 [135]. Asfalt se pred vgrajevanjem segreje na temperaturo $T = 150$ °C, določeno v SIST EN 12697-35 [136]. Kalupe z asfaltno mešanico kompaktiramo s primernim številom udarcev (običajno 50, lahko pa je med 35 in 75) na vsaki strani.



Slika 40: (a) Zgoščevalnik za pripravo (b) valjastih Marshall preizkušancev

Figure 40: (a) Compactor for the preparation of (b) Marshall samples

Na pripravljenih asfaltnih mešanicah smo opravili več raziskav, opisanih v nadaljevanju.

5.1.1 Določanje prostorninske mase

Prostorninska masa ali gostota (SIST EN 12697-6, [137]) je masa na enoto prostornine z upoštevanjem zračnih votlin, pri znani temperaturi. Gostota se izračuna iz mase vzorca in njegove prostornine. Določijo se dimenzijs vzorca, nato pa še masa suhega vzorca m_1 . Gostota se izračuna po spodnji enačbi:

$$\rho_{b,dim} = \frac{4m_1}{\pi h d^2}, \quad (85)$$

kjer so $\rho_{b,dim}$ – prostorninska masa vzorca, izračunana iz znanih dimenzijs, m_1 – masa suhega vzorca v gramih, h – višina vzorca v milimetrih, d – premer vzorca v milimetrih.

Navidezna prostorninska masa ali največja gostota (SIST EN 12697-5, [138]) je masa na enoto prostornine brez upoštevanja zračnih votlin, pri znani temperaturi. Na podlagi gostote in največje gostote določamo vsebnost zračnih por. Metoda A v standardu je prostorninska metoda, pri kateri največjo gostoto določimo s prostornino vzorca, pri kateri ne upoštevamo odprtin, in z maso suhega vzorca.

Postopamo tako, da najprej določimo maso praznega piknometra m_1 , katerega prostornino poznamo V_p . V piknometer damo vzorec, ju ponovno stehtamo in dobimo m_2 . V piknometer nato določimo destilirano vodo. Z uporabo podtlaka (4 kPa) odstranimo še ves preostali zrak, ki je bil ujet v vzorcu. Po odstranitvi ujetega zraka dolijemo destilirano vodo do oznake, nato pa piknometer postavimo v vodno kopel. Po eni uri piknometer z vzorcem ponovno stehtamo (m_3). Navidezno prostorninsko maso izračunamo z uporabo spodnje enačbe:

$$\rho_{mv} = \frac{(m_2 - m_1)}{V_p - (m_3 - m_1)/\rho_w}, \quad (86)$$

kjer so ρ_{mv} – največja gostota vzorca, izračunana s prostorninsko metodo, m_1 – masa piknometra v gramih, m_2 – masa piknometra in vzorca v gramih, m_3 – masa piknometra, vzorca in destilirane vode v gramih, V_p – volumen piknometra v kubičnih metrih, ρ_w – gostota vode pri znani temperaturi v megagramih na kubični meter.

5.1.2 Občutljivost asfaltnih preizkušancev na vodo

Občutljivost na vodo (SIST EN 12697-12, [139]) se izrazi s količnikom ITSR, ki predstavlja razmerje posredne natezne trdnosti mokrih preizkušancev in suhih preizkušancev, izraženo v odstotkih. Posredna natezna trdnost se določi v skladu s SIST EN 12697-23 [140]. Za določanje občutljivosti na vodo se uporabi preizkušance Marshall, kompaktirane s 35 udarci na vsaki strani.

Občutljivost na vodo določimo na preizkušancih, ki jih razdelimo v dve skupini. Ena skupina preizkušancev ostane suha in jo hranimo na sobni temperaturi, preizkušance druge skupine pa, nasičene z vodo po postopku vakumiranja, postavimo v vodo s temperaturo 40 °C, kjer jih pustimo 3 dni. Potem na preizkušancih določimo posredno natezno trdnost in izračunamo ITRS s pomočjo enačbe:

$$ITSR = \frac{ITS_w}{ITS_d} \times 100\%, \quad (87)$$

kjer so ITSR – količnik posredne natezne trdnosti izražen v procentih, ITS_w – povprečna vrednost posredne natezne trdnosti preizkušancev mokre skupine in ITS_d – povprečna vrednost posredne natezne trdnosti preizkušancev suhe skupine.

5.1.3 Določanje posredne natezne trdnosti

Posredna natezna trdnost (*angl. indirect tensile strength, ITS*) je največja natezna napetost, ki jo diametalno obremenjen valjasti preizkušanec prenese, preden se poruši. Izmerjena je pri določeni temperaturi in hitrosti nanašanja obremenitve po standardu SIST EN 12697-23 [140]. Za določanje ITS se uporabi preizkušance Marshall, kompaktirane s 50 udarci na vsaki strani.

Valjasti preizkušanec je pri znani temperaturi nameščen v napravo med ploščici, preko katerih se prenaša obtežba. Vzorec je obtežen diametalno v smeri vzdolžne osi. Hitrost nanašanja sile je konstantna, dokler se vzorec ne poruši (slika 41). Posredna natezna trdnost se izračuna iz največje obtežbe in dimenziij preizkušanca:

$$\text{ITS} = \frac{2P}{\pi DH}, \quad (88)$$

kjer so ITS posredna natezna trdnost, P največja obtežba, D premer preizkušanca in H višina preizkušanca.



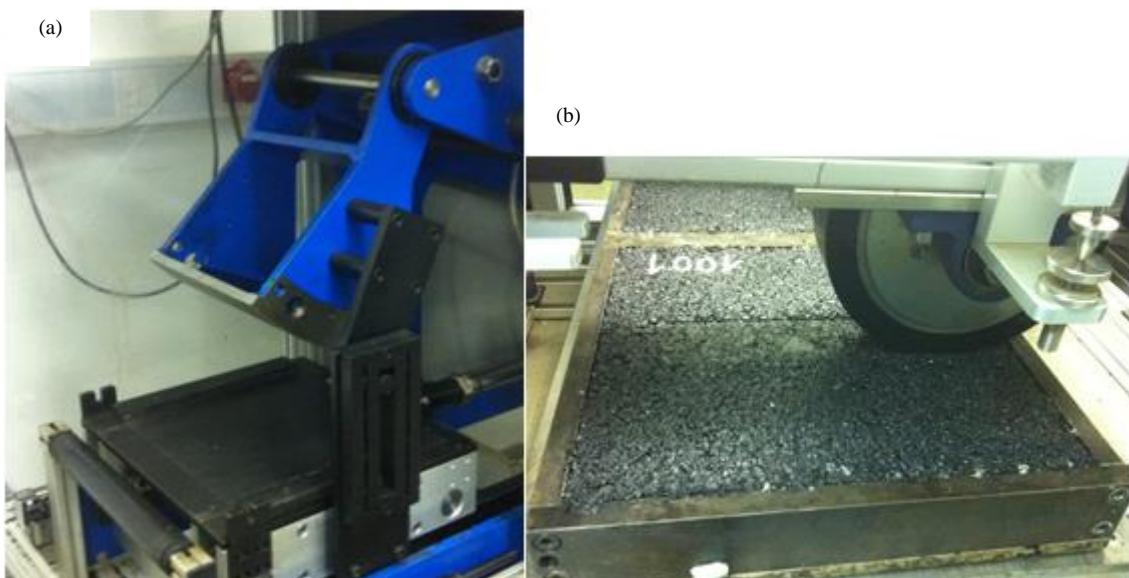
Slika 41: Naprava za določanje neposredne natezne trdnosti

Figure 41: The device for determining the indirect tensile strength

5.1.4 Merjenje odpornosti proti preoblikovanju

S pomočjo te metode določamo odpornost asfalta na deformiranje pod obtežbo po standardu SIST EN 12697-22 [141]. Testirane asfaltne mešanice so vgrajene v kalup z valjastim zgoščevalcem (slika 42 (a)) tako, da je njihova površina poravnana z zgornjim robom kalupa. Odpornost merimo s kolesnico, ki nastane zaradi ponavljajočih prehodov obteženega kolesa pri konstantni temperaturi. Kalupi se med izvajanjem raziskave ne premikajo, čez njih pa se premika standardno kolo. Obtežba, ki jo kolo

prenaša na vzorce, znaša 700 N. Vzorci so kvadratne plošče dimenzijs 30 cm x 30 cm in debeline 5 cm (slika 42 (b)). Za raziskavo je potrebnih 10000 obtežnih ciklov, kar znaša 20000 prehodov.



Slika 42: (a) Valjasti zgoščevalnik za pripravo asfaltnih plošč in (b) asfaltna plošča med preizkusom odpornosti proti preoblikovanju

Figure 42: Compactor for the preparation of the asphalt slabs and (b) the asphalt slab during the test of rutting resistance

Rezultate raziskave podamo kot izračun naraščanja globine kolesnice vsakih 1000 ciklov v drugi polovici raziskave:

$$WTS = \frac{(d_{10000} - d_{5000})}{5}, \quad (89)$$

kjer je WTS stopnja naraščanja kolesnic na 1000 ciklov v mm, d_{5000} , d_{10000} pa sta globini kolesnice po 5000 oz. 10000 ciklih v mm.

WTS na grafu, ki ga dobimo kot rezultat raziskave, vidimo kot naklon naraščanja globine kolesnice v zadnjem delu testa. Drugi rezultat je proporcionalna globina kolesnice (*angl. proportional rut depth, PRD*), ki jo izračunamo glede na prvotno višino vzorca, rezultat pa podamo z natančnostjo 0,1 %:

$$PRD = \frac{r}{h} \times 100\% \quad (90)$$

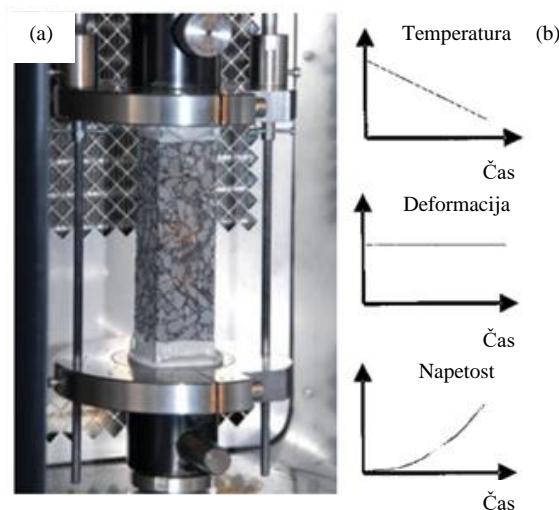
kjer je r globina kolesnice, h pa začetna višina vzorca.

Tretji rezultat je globina kolesnice, ki nastane med raziskavo, in je podan z natančnostjo 0,1 mm.

5.1.5 Ohlajevalni preizkus

Z ohlajevalnim preizkusom (*angl. Thermal Stress Restrained Specimen test, TSRST*) preverjamo odpornost asfalta proti razpokam pri nizkih temperaturah (SIST EN 12697-46, [142]). Preizkušanci so togo vpeti in skrčki so preprečeni. Preizkušanci so prizmatičnih oblik dimenzij 40 mm x 40 mm x 160 mm. Preizkušance ohlajamo s padcem temperature s hitrostjo 10 °C/h. Ker so skrčki preprečeni, nastanejo v preizkušancu kriogene (posledica ohlajanja) natezne napetosti. Ko kriogene napetosti

dosežejo natezno trdnost, nastane razpoka. Razliko med natezno trdnostjo in kriogeno napetostjo imenujemo rezerva natezne napetosti. Rezerva natezne napetosti omogoča, da asfaltna mešanica poleg natezne napetosti zaradi ohlajanja prenaša tudi natezno napetost zaradi prometne obtežbe. Sposobnost prenašanja kriogenih napetosti in napetosti zaradi mehanske obtežbe se najbolj izraža na mestu natezne trdnosti. Rezultati raziskave so potek kriogenih napetosti v odvisnosti od temperature, porušna temperatura (temperatura, pri kateri nastane razpoka), porušna napetost (kriogena napetost, ki pripada porušni temperaturi) in rezerva natezne trdnosti. Preizkušanci med testom in princip ohlajevalnega preizkusa so prikazani na sliki 43.



Slika 43: (a) Togo vpeti preizkušanci in (b) princip ohlajevalnega preizkusa [142]

Figure 43: (a) Specimens with prohibited thermal shrinkage and (b) test principle of TSRST [142]

6 REZULTATI RAZISKAV BITUMNA

6.1 Izbera primernega pomlajevalca

Za potrebe našega dela smo morali najprej pripraviti ustrezni pomlajevalec. Prvotna testiranja različnih pirolitskih produktov so obsegala določitev zmehčišča, pretrgališča po Frassu, meritve duktilnosti in določitev temperature mešanja in vgrajevanja. Vse teste smo izvedli na čistih pirolitskih produktih in na njihovih mešanicah z referenčnim bitumnom, v razmerju 1:1. Za referenčni oz. kontrolni bitumen smo uporabili bitumen B50/70 madžarskega proizvajalca MOL. Enak bitumen se je uporabil za vse teste in kasneje tudi za pripravo asfaltnih mešanic. V preglednici 5 so prikazani rezultati vseh štirinajstih preizkušenih pirolitskih produktov.

Pirolitski produkti 1, 6, 7, 9, 10, 12 in 14 so imeli višjo temperaturo zmehčišča kot osnovni bitumen, ostali pa nižjo. Pirolitski produkt 11 je bil pri sobni temperaturi v tekočem stanju in mu tako nismo mogli določiti temperature zmehčišča.

Temperatura pretrgališča pirolitskih produktov je bila nižja, kot jo ima osnovni bitumen, razen pri vzorcih 2, 5, 8 in 11. Pri vzorcih 2 in 8 je bila temperatura po Fraassu celo nad 0 °C.

Pirolitski produkti so imeli slabšo duktilnost kot osnovni bitumen, ki se je raztegnil do 1500 mm, ostali vzorci pa so se pretrgali pri krajših raztezkih.

Ekviviskozna točka pirolitskih produktov je bila višja kot pri osnovnem bitumnu, razen pri vzorcu 7, kar kaže na to, da imajo ti produkti višjo viskoznost kot osnovni bitumen.

Pirolitski produkt 2 je bil precej nehomogen in je vseboval tudi nekaj manjših trdnih koščkov. Tudi produkti 9, 10, 11, 12 in 13 so bili nehomogeni. To še posebej velja za pirolitska produkta 10 in 11. Pirolitski produkt 11 je bil pri sobni temperaturi v tekočem stanju, vendar je izkazoval zelo visoko ekviviskozno točko, verjetno zaradi delčkov, ki jih je vseboval in se niso raztopili. Večje elastičnosti pri pirolitskih produktih 9 in 10 ni bilo opaziti, pirolitski produkt 11 pa merjenje te količine ni omogočal.

Pirolitski produkt 8 je izkazoval krhko strukturo že pri sobni temperaturi, kar je potrjevala tudi visoka vrednost temperature, določene po Fraassu.

Na podlagi rezultatov, predvsem viskoznosti in temperatur mešanja in vgradnje, smo se odločili, da bomo kot "alternativni pomlajevalec" uporabili pirolitski produkt 14 (v nadaljevanju označimo s PP 14 ali samo PP).

Preglednica 5: Rezultati raziskav pirolitskih produktov

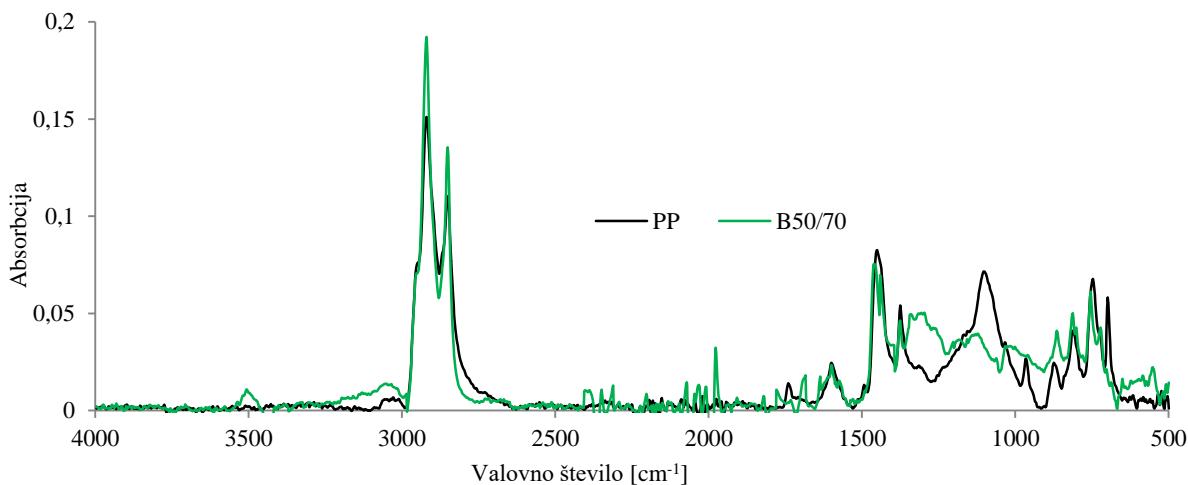
Table 5: Test results of the pyrolytic products

	PK	Fraass	Duktelnost			Viskoznost			$T_{\text{mešanja}}$ ($\eta=0,17$ Pa s)	T_{vgradnje} ($\eta=0,26$ Pa s)		
			Raztezek	Sila	Energija	$T = 60^{\circ}\text{C}$	$T = 100^{\circ}\text{C}$	$T = 150^{\circ}\text{C}$				
			[°C]	[°C]	[mm]	[N]	[J/cm ²]	[Pa s]	[Pa s]	[°C]		
Pirolitski produkti	B50/70	50,5	-10,8	1500,01	0,97	0,07	209,37	2,03	0,12	141,2	121,9	
	1	44,6	-13,5	235,50	0,1	0	-	-	-	153,6	127,1	
	2	59,1	2,4	186,92	1,01	0,06	-	-	-	192,9	159,9	
	3	54,6	-18,0	136,61	0,34	0,02	-	-	-	169,2	141,2	
	4	61,3	-11,5	256,72	1,41	0,1	-	-	-	185,6	156,8	
	5	60,6	-7,5	353,82	1,41	0,12	-	-	-	187,8	158,6	
	6	47,3	-20,3	231,93	0,27	0,02	-	-	-	169,3	138,8	
	7	45,9	-13,6	826,55	0,41	0,02	-	-	-	139,4	116,4	
	8	65,6	1,4	1308,85	12,59	0,91	-	-	-	177,6	153,1	
	9	42,0	-20,0	145,03	0,14	0,01	-	-	-	190,6	150,3	
	10	30,4	-22,9	202,12	0,04	0,00	-	-	-	155,7	121,5	
	11	-	-0,6	-	-	-	-	-	-	202,3	154,4	
	12	43,9	-21,4*	324,63	0,07	0,01	-	-	-	212,4	173,6	
	13	54,9	-21,4*	321,92	0,29	0,05	-	-	-	255,5	207,5	
	14	37,5	-21,7	230,1	0,0	0,0	-	-	-	150,3	122,4	
Mešanice (1:1)	B + 1	43,3	-12,8	902,44	0,31	0,02	71,50	1,56	0,23	152,1	125,8	
	B + 2	46,4	-8,4	534,14	0,52	0,03	104,19	1,67	0,17	146,0	123,3	
	B + 3	47,1	-18,3	334,53	0,58	0,04	110,84	1,67	0,15	143,6	121,9	
	B + 4	46,9	-11,4	1500,01	0,96	0,06	92,59	1,59	0,17	146,6	123,3	
	B + 5	46,6	-10,4	1492,35	0,82	0,05	99,02	3,36	0,18	152,1	128,0	
	B + 6	44,8	-18,3	759,86	0,43	0,03	61,04	1,31	0,14	142,2	119,2	
	B + 7	45,7	-14,1	1500,01	0,72	0,04	71,39	1,21	0,13	140,1	118,2	
	B + 8	52,3	-5,6	1500,01	3,15	0,22	234,85	2,60	0,21	150,7	129,1	
	B + 9	38,1	-23,6*	1500,00	0,67	0,10	56,31	1,74	0,29	158,6	129,3	
	B + 10	37,2	-21,9	1500,01	0,61	0,06	30,91	0,90	0,12	135,3	113,8	
	B + 11	-	-24,0*	-	-	-	6,93	0,43	0,15	140,3	105,2	
	11_5%	42,8	-16,7	1342,9	2,6	0,23	73,03	1,35	0,12	183,3	117,2	
	11_10%	36,6	-22,5*	746,04	0,45	0,03	31,14	0,90	0,09	134,8	111,8	
	11_20%	22,4	-23,2*	-	-	-	9,01	0,53	0,09	129,6	102,5	
	B+12	40,2	-21,3*	1325,67	0,10	0,01	94,83	2,78	0,58	176,8	143,5	
	B+13	45,4	-14,4	1500,01	0,28	0,03	144,06	3,33	0,45	169,9	140,8	
	B+14	42,6	-18,8	1122,3	0,20	0,0	59,34	1,25	0,12	139,6	117,2	

* Fraass ni počil, torej lahko rečemo, da je njegova vrednost vsaj tako kot je zapisana ali nižja (nižje naprava ne more ohladiti)

S pomočjo infrardeče spektrofotometrije s Fourierovo transformacijo (FTIR, angl. *Fourier Transform Infrared Spectroscopy*) smo primerjali kemijske lastnosti klasičnega bitumna B50/70 in pirolitskega produkta 14 (PP). Infrardeča spektrofotometrija je ena od najboljših metod za identifikacijo čistih organskih in anorganskih spojin. Infrardeča svetloba ima večjo valovno dolžino, λ , od ultravijolične in vidne, zato imajo njeni fotoni nižjo energijo. Ta zadošča za vzbujanje nihanj atomov v molekulah in

vrtenja (rotacije) molekul. Vsaka molekulska vrsta ima edinstven infrardeči absorpcijski spekter. Zaradi te posebnosti se lahko skoraj vsak vzorec identificira na podlagi primerjanja spektra spojine pozname strukture. Število možnih nihanj atomskih skupin je že v srednje veliki molekuli ogromno, zaradi česar so infrardeči spektri zelo kompleksni [143]. Na sliki 44 je primerjava IR spektrov pomlajevalca in bitumna. V infrardeči spektroskopiji se za izražanje frekvence nihanj oziroma valovne dolžine svetlobe uporablja valovno število ν . To je recipročna vrednost valovne dolžine λ in izraža število valovnih dolžin na dolžinsko enoto (cm). Vidimo, da se spektra dobro prekrivata, kar pomeni, da sta si snovi med seboj podobni. Najvišja vrhova (pri $\nu = 2920 \text{ cm}^{-1}$ in $\nu = 2853 \text{ cm}^{-1}$) kažeta na vzdolžna nihanja skupin C–H. Vrh ni samo en, saj imajo metilna, metilenska in metinska skupina vsaka svoje vrhove, in to ne samo po enega. Prisotnost aromatskega obroča v spojini izdaja več značilnosti v spektru. Vzdolžna nihanja skupin C–H opazimo, podobno kot pri alkenih, med 3000 in 3100 cm^{-1} . Druga značilnost je skupina vrhov v območju $1400\text{--}1600 \text{ cm}^{-1}$, ki so posledica vzdolžnih nihanj obročnih skupin C–C. Običajno se pojavijo širje vrhovi, v našem spektru pa lahko opazimo samo dva, in sicer pri 1450 in 1600 cm^{-1} . V spektru aromatske spojine so opazni razmeroma šibki vrhovi med 1650 in 2000 cm^{-1} , nearomatske spojine pa imajo ta del spektra običajno prazen. Vrhova PP pri 1010 in 1108 cm^{-1} kažeta na prisotnost žvepljovih atomov [24], [143].



Slika 44: IR spekter pomlajevalca in bitumna

Figure 44: IR spectra of rejuvenator and bitumen

6.2 Priprava vzorcev bitumna

Pomlajevalec dodamo v asfaltne mešanice, v katere vgradimo RA. Pri tem dodamo tudi svež bitumen, saj je samega bitumna v RA premalo, da bi zadostoval za pripravo nove asfaltne mešanice. Po izbiri pirolitskega produkta, primernega za vlogo pomlajevalca, smo v našem delu najprej preverili vpliv pomlajevalca na nestaranem bitumnu, nato pa smo meritve ponovili še pri laboratorijsko staranem bitumnu. V laboratoriju smo pripravili mešanice bitumna in pomlajevalca v različnih koncentracijah: 3 %, 5 %, 10 % in 20 % pomlajevalca glede na referenčni bitumen. Vzorci in njihovo poimenovanje so zapisani v preglednici 6. Priprava vzorca se je začela s procesom mešanja. Najprej smo obe komponenti segreli na 130°C za 60 minut, čemur je sledilo vlivanje zahtevanih količin referenčnega bitumna in pomlajevalca v manjšo posodo. Dobljeno zmes smo ročno mešali pet minut, da smo dobili enakomerno porazdeljeno in homogenizirano mešanico. Pripravljene mešanice smo nato hranili pri -18°C do njihove uporabe.

Preglednica 6: Poimenovanje vzorcev bitumna, uporabljenih pri delu

Table 6: Samples of bitumen used in the study

	Oznaka	Delež referenčnega bitumna [%]	Delež pomlajevalca [%]
Nestaran bitumen	B50/70	100	0
	B50/70_3%	97	3
	B50/70_5%	95	5
	B50/70_10%	90	10
	B50/70_20%	80	20
	B50/70_50%	50	50
Starani bitumen	B_PAV	100	0
	B_PAV_3%	97	3
	B_PAV_5%	95	5
	B_PAV_10%	90	10
	B_PAV_20%	80	20
	Pomlajevalec	PP	0
			100

6.3 Rezultati standardnih mehanskih raziskav

6.3.1 Zmehčišče, pretrgališče po Fraassu in penetracija

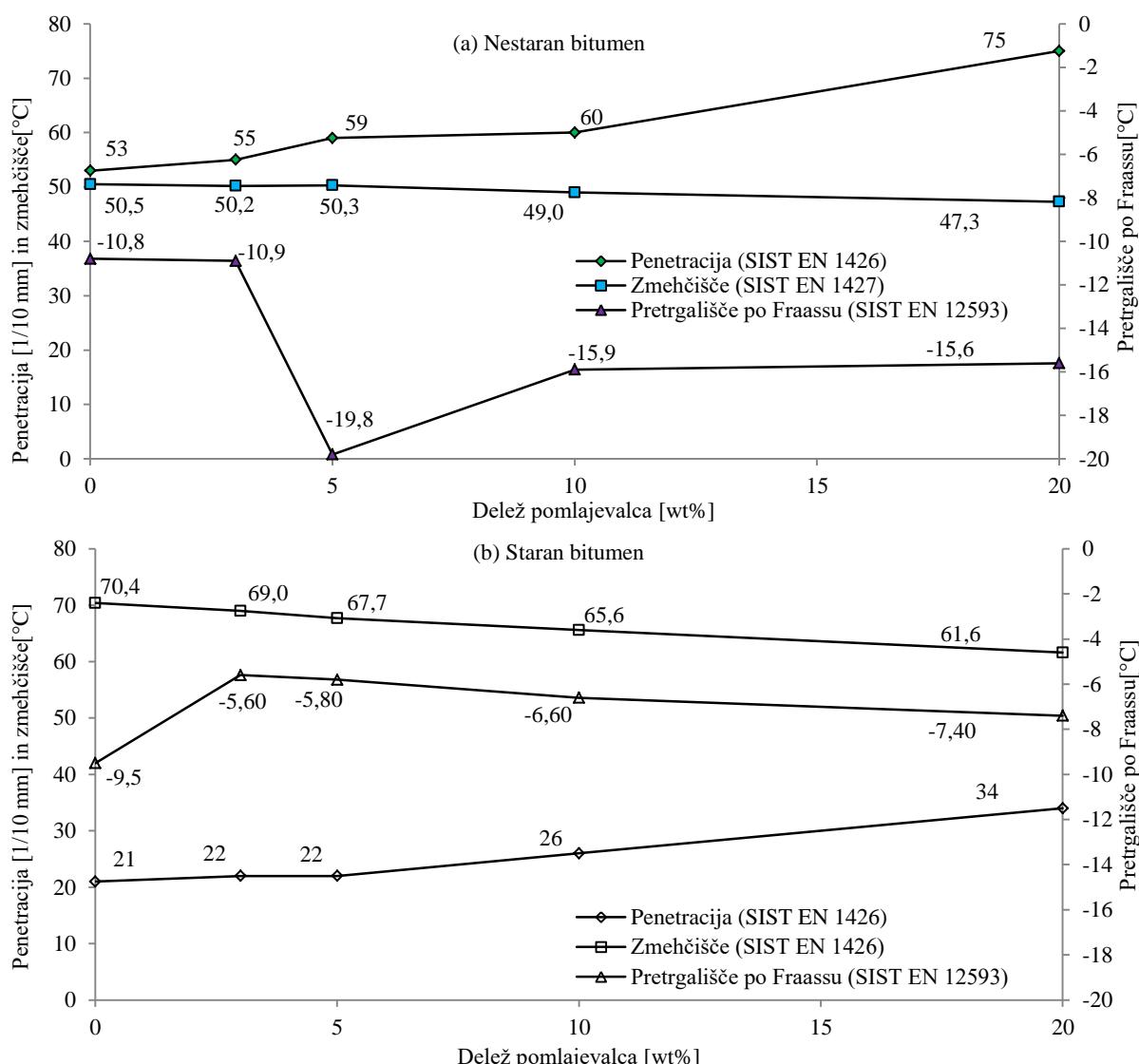
Rezultati zmehčišča, pretrgališča po Fraassu in penetracije referenčnega bitumna (nestaranega, B50/70, in staranega, B_PAV) ter pomlajevalca (PP) so prikazani v preglednici 7. Primerjava penetracije in pretrgališča med B50/70 in PP kaže na njuno različno kemijsko sestavo. PP izkazuje občutno nižjo vrednost zmehčišča in pretrgališča, hkrati pa precej višjo vrednost penetracije. Primerjava nestaranega in staranega bitumna pokaže vpliv staranja, saj se je pri staranem bitumnu penetracija zmanjšala, zmehčišče pa povišalo. Presenetljivo se je pretrgališče staranega bitumna v primerjavi z nestaranim povišalo samo za 1,3 °C.

Preglednica 7: Rezultati standardnih mehanskih testov referenčnega bitumna (nestaranega in staranega) in pomlajevalca

Table 7: Standard mechanical properties of reference bitumen (non-aged and aged) and pyrolytic product

	Zmehčišče (SIST EN 1427) [°C]	Pretrgališče po Fraassu (SIST EN 12593) [°C]	Penetracija (SIST EN1426) [1/10 mm]
B50/70	50,5	-10,8	53
B_PAV	70,4	-9,5	21
PP	37,5	-21,7	233

Na sliki 45 je prikazan vpliv pomlajevalca na standardne mehanske lastnosti (penetracija, zmehčišče, pretrgališče po Fraassu) svežega in staranega bitumna. Vse dodane količine pomlajevalca so znižale vrednosti pretrgališča svežega bitumna, medtem ko se je pri staranem bitumnu pretrgališče po dodatku pomlajevalca glede na referenčni bitumen zvišalo.



Slika 45: Vpliv pomlajevalca na penetracijo, zmehčišče in pretrgališče po Fraassu (a) svežega in (b) staranega bitumna

Figure 45: The influence of PP concentration on penetration, softening point and Fraass breaking point for the (a) non-aged and (b) aged bitumen

V skladu z zakonom mešanja (*angl. mixing law*), ki je zapisan v standardu SIST EN 13108-1 [144], morajo biti izmerjene in izračunane vrednosti primerljive. Zakon mešanja za dvokomponentne mešanice z uporabo enačb je:

$$\log(pen_m) = \frac{B_0}{100} \log(pen_0) + \frac{B_{PP}}{100} \log(pen_{PP}), \quad (91)$$

$$T_{PK,m} = \frac{B_0}{100} T_{PK,0} + \frac{B_{PP}}{100} T_{PK,PP}, \quad (92)$$

kjer pomeni $pen_{m/B/PP}$ vrednost penetracije mešanice/bitumna/pomlajevalca, $T_{PK,m/B/PP}$ vrednosti zmehčišča mešanice/bitumna/pomlajevalca, $B_{0/PP}$ pa je delež bitumna/pomlajevalca v mešanici.

V splošnem odstopanja med izmerjenimi in izračunanimi vrednostmi (glej preglednico 8) služijo kot indikator nelinearnega oz. kompleksnega delovanja pomlajevalca.

Preglednica 8: Rezultati izmerjenih in izračunanih vrednosti zmehčišča in penetracije posameznega vzorca

Table 8: The results of measured and calculated values of the softening points and the penetrations of the samples

	Zmehčišče		Penetracija			
	Izmerjena vrednost [°C]	Izračunana vrednost – zakon mešanja [°C]	Izmerjena vrednost [1/10 mm]	Log (izmerjena vrednost) [1/10 mm]	Izračunana vrednost – zakon mešanja [1/10 mm]	Log (izračunana vrednost) [1/10 mm]
B50/70_3%	50,2	50,1	55	1,7	55	1,7
B50/70_5%	50,3	49,9	59	1,8	57	1,8
B50/70_10%	49	49,2	60	1,8	61	1,8
B50/70_20%	47,3	47,9	75	1,9	71	1,9
% največje spremembe	6%	4%		7%		6%
B_PAV_3%	69	69,4	22	1,3	23	1,4
B_PAV_5%	67,7	68,8	22	1,3	24	1,4
B_PAV_10%	65,6	67,1	26	1,4	27	1,4
B_PAV_20%	61,6	63,8	34	1,5	34	1,5
% največje spremembe	11%	8%		7%		6%

Rezultati kažejo, da je odstotek največje spremembe izračunanih vrednosti manjši kot pri izmerjenih vrednostih tako pri svežem kot tudi pri staranem bitumnu. Razlike med izmerjenimi in izračunanimi vrednostmi penetracije so zanemarljivo majhne, vendar pa so te razlike pri vrednostih zmehčišča večje in nakazujejo na nelinearno obnašanje mešanic. Nelinearni vpliv lahko opazimo pri pretrgališču po Fraassu, pri svežem in staranem bitumnu, in je jasen znak kompleksnih interakcij bitumna s pomlajevalcem (absorpcijski ali strukturni učinek). Vpliv dodanega pomlajevalca se je glede na penetracijo, zmehčišče in nizkotemperaturno občutljivo pretrgališče po Fraassu razlikoval. Vrednosti penetracije so naraščale, istočasno so vrednosti zmehčišča padale z naraščanjem koncentracije pomlajevalca.

6.3.2 Duktilnost in elastična povratnost

Natezne lastnosti bitumna, pomlajevalca in njunih mešanic so ovrednotene s testom duktilnosti; rezultati so predstavljeni v preglednici 9 in na sliki 46. Nestaran bitumen in njegove mešanice s pomlajevalcem so dosegle največji možni raztezek, 1500 mm, medtem ko so se staran bitumen in njegove mešanice s pomlajevalcem raztegnile precej manj.

Preglednica 9: Rezultati testa duktilnosti in elastične povratnosti

Table 9: The results of ductility test and elastic recovery test

	Raztezek ε [mm]	Največja sila F_{max} [N]	Raztezek pri F_{max} R_f [mm]	Energija [J/cm ²]	Elastični povratek [%]
B 50/70	1500	0,97	17,18	0,07	-
B50/70_3%	1500	1,58	7,22	0,11	12,7
B50/70_5%	1500	1,27	7,21	0,1	12,5
B50/70_10%	1500	0,99	7,21	0,07	12,2
B50/70_20%	1500	0,71	7,11	0,05	12,0
PP	230,12	0,04	17,12	0	-38,2
B_PAV	184,42	21,66	12,01	1,34	30,4
B_PAV_3%	303,81	20,03	12,1	1,37	27,1
B_PAV_5%	469,43	17,08	12,4	1,28	21,1
B_PAV_10%	307,02	13,38	12,71	0,95	20,5
B_PAV_20%	370,82	8,27	12,89	0,62	22,2

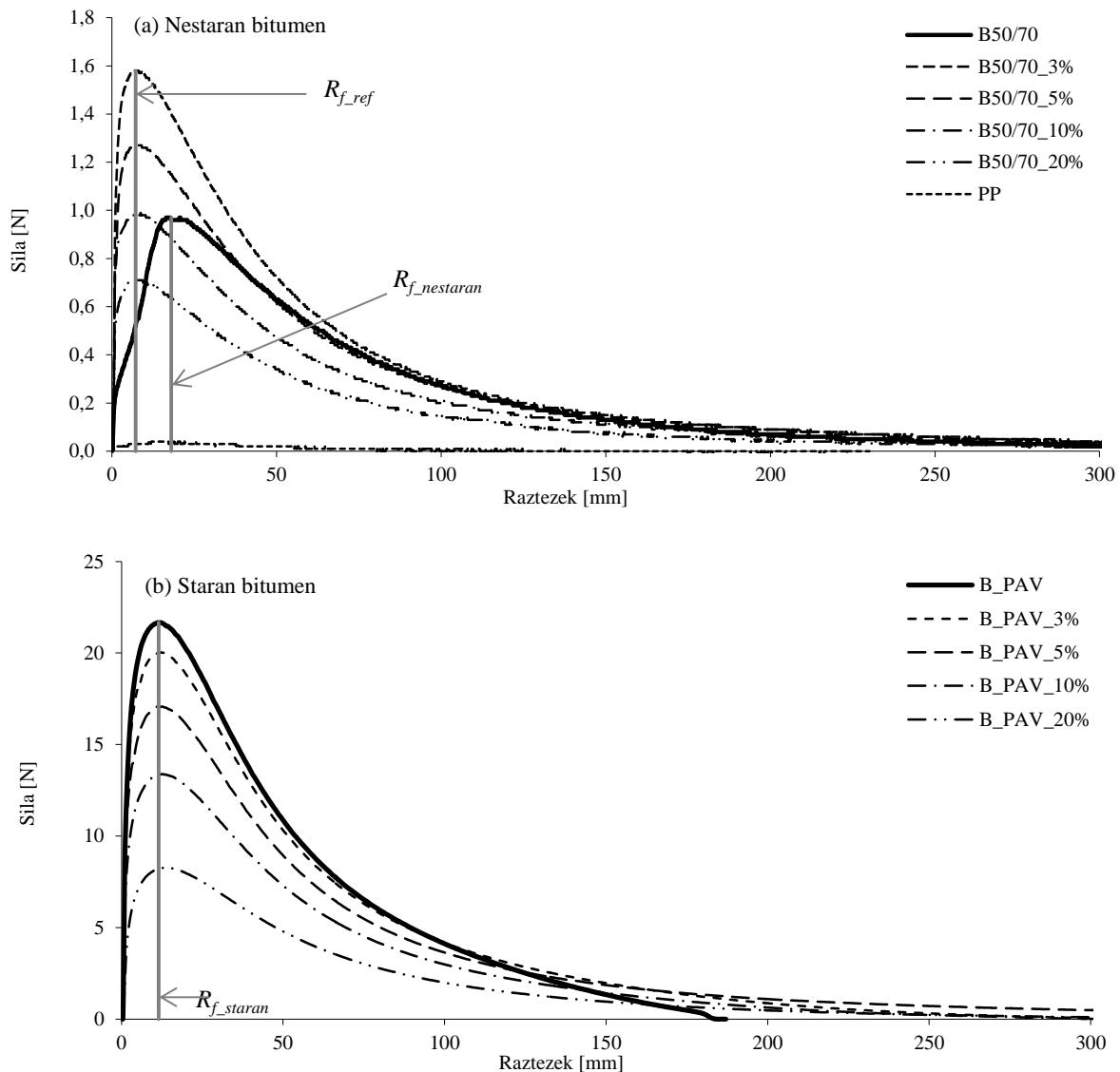
Pri mešanju materialov, kot je bitumen, lahko opazimo dve posledici: učinek mešanja (večinoma linearna sprememba) in strukturno-interakcijski učinek (večinoma nelinearna sprememba). Krivulje (slika 46), ki prikazujejo odvisnost sile od raztezka, kažejo, da je prišlo do linearne spremembe, saj se je vrh krivulje z dodanim pomlajevalcem proporcionalno znižal. Vpliva nelinearnosti ni opaziti, saj je raztezek pri največji sili, F_{max} , enak tako za vse vzorce s svežim bitumnom, $R_{f_nestaran}$, kot tudi za vse vzorce s staranim bitumnom, R_{f_staran} , ne glede na količino dodanega pomlajevalca. Raztezek referenčnega nestaranega bituma, R_{f_ref} , je bil približno 1,5-krat večji kot raztezek staranega bituma s pomlajevalcem, R_{f_staran} , kar nakazuje, da se ni zgodila celovita obnova staranega bituma.

F_{max} lahko zapišemo kot logaritemsko funkcijo z enačbo:

$$F_{max} = k \cdot \ln(C\%_{PP}) + a, \quad (93)$$

kjer je $C\%_{PP}$ delež pomlajevalca (v odstotkih).

Natančnost enačbe smo potrdili s pomočjo statistične razlike kvadratov R^2 , ki je znašala 0,991 za svež oz. 0,994 za staran bitumen. V primeru, ko se funkcija popolnoma prilega izmerjenim podatkom, je R^2 enak ena, če pa se približuje vrednosti nič, to kaže na neujemanje med funkcijo in izmerjenimi podatki. Veliko povečanje F_{max} pri najmanjši koncentraciji pomlajevalca (3 %) k svežemu bitumu se ujema z rezultati pretrgališča po Fraassu in podpira idejo o strukturno-interakcijskem učinku. Z nadaljnjjim višanjem koncentracije pomlajevalca se je F_{max} proporcionalno manjšala. Zelo podobno obnašanje smo opazili pri pretrgališču po Fraassu. Rezultati kažejo, da se zaradi dodanega pomlajevalca mehanske lastnosti staranega bituma približujejo vrednostim nestaranega bituma, vendar pa nismo dosegli celovite obnove.



Slika 46: Odvisnost sile od raztezka pri testu duktilnosti: (a) nestaran bitumen in (b) staran bitumen z dodanim pomlajevalcem

Figure 46: Dependency of the force on elongation, measured with ductility test: (a) non-aged bitumen and the blends with PP, (b) aged bitumen and the blends with PP

Elastični povratek se za nestaran bitumen ni bistveno spremenil ne glede na količino pomlajevalca. Pri staranem bitumnu vidimo, da se elastični povratek s količino pomlajevalca zmanjšuje in se tako približuje vrednosti referenčnega nestaranega bitumna. Elastična povratnost pomlajevalca ima negativno vrednost, torej se je vzorec po končanem testu še raztegnil, kar pomeni, da pomlajevalec nima elastične povratnosti in je vsa energija izgubljena.

6.3.3 Stabilnost proti razmešanju

Stabilnost proti razmešanju smo preverili na vzorcu nestaranega bitumna z dodanim pomlajevalcem v razmerju 1:1. Rezultati testa so pokazali, da je bitumen s pomlajevalcem ostal homogen in ni prišlo do razmešanja. To je razvidno iz zelo majhnih sprememb vrednosti penetracije in zmehčišča za vezivo v zgornjem in spodnjem delu tube (preglednica 10).

Preglednica 10: Rezultati stabilnosti proti razmešanju (SIST EN 13399)

Table 10: The results of the storage stability test according to standard SIST EN 13399

	Pogoji	Zmehčišče [°C]	Penetracija [1/10 mm]
B50/70_50%	Sobni pogoji	42,6	115
B50/70_50% zgornji del	72 h na 180 °C	43,1	118
B50/70_50% spodnji del	72 h na 180 °C	42,8	117

6.3.4 Sprijemljivost veziva s kamnitim agregatom

Preverjali smo obvitost agregata z referenčnim bitumnom, z mešanico bitumna in pomlajevalca v razmerju 1:1 in s čistim pomlajevalcem. Rezultati testa (preglednica 11) kažejo, da po prvih 6 urah ni bilo razlike med vzorci, opazili smo le, da se je pri vseh vezivo nekoliko odluščilo od agregata. Po enem dnevu izvajanja testa so se pojavile nekoliko večje razlike med vzorci. Najboljšo obvitost je imel pomlajevalec. Po dveh dnevih sta referenčni bitumen in pomlajevalec enako dobro obvijala agregat, po treh dneh pa je bil agregat najbolje obvit s pomlajevalcem, najslabše pa z mešanico referenčnega bitumna in pomlajevalca.

Preglednica 11: Sprijemljivosti kamnitega agregata z vezivom

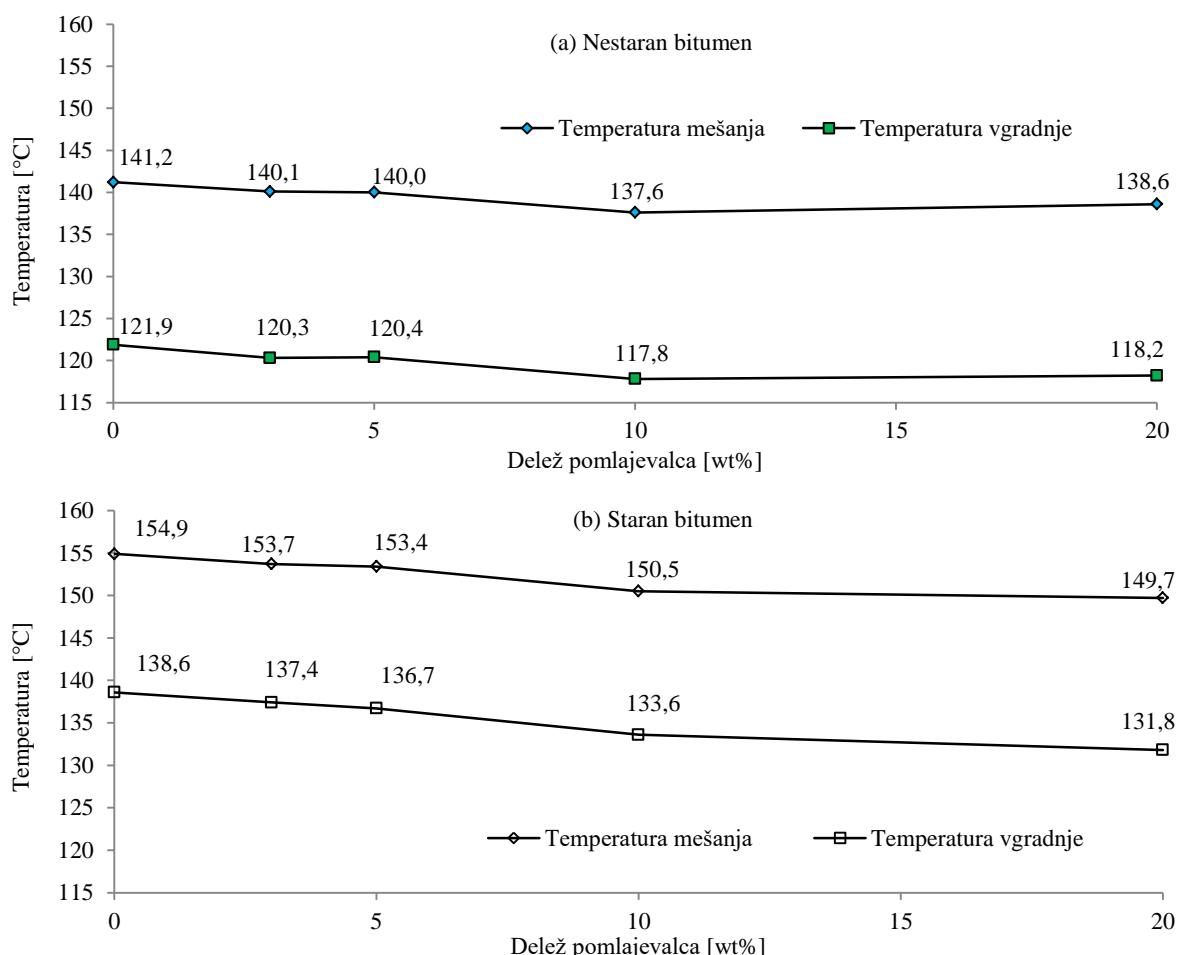
Table 11: The affinity between aggregate and bitumen

Vzorec	Čas [h]				
	0	6	24	48	72
B50/70	100	95	80	55	40
B50/70_50%	100	95	80	50	30
PP	100	95	90	55	45

6.4 Rezultati reoloških meritev

6.4.1 Temperatura mešanja in vgradnje

Na sliki 47 so prikazani rezultati vpliva pomlajevalca na temperaturi mešanja in vgradnje. Pri staranem bitumnu so bile temperature mešanja in vgradnje višje kot pri nestaranem bitumnu, v obeh primerih pa so se temperature zmanjševale z večanjem količine dodanega pomlajevalca. V splošnem nižje temperature mešanja in vgrajevanja pomembno prispevajo k nižji porabi energije za pripravo in uporabo asfaltnih mešanic.

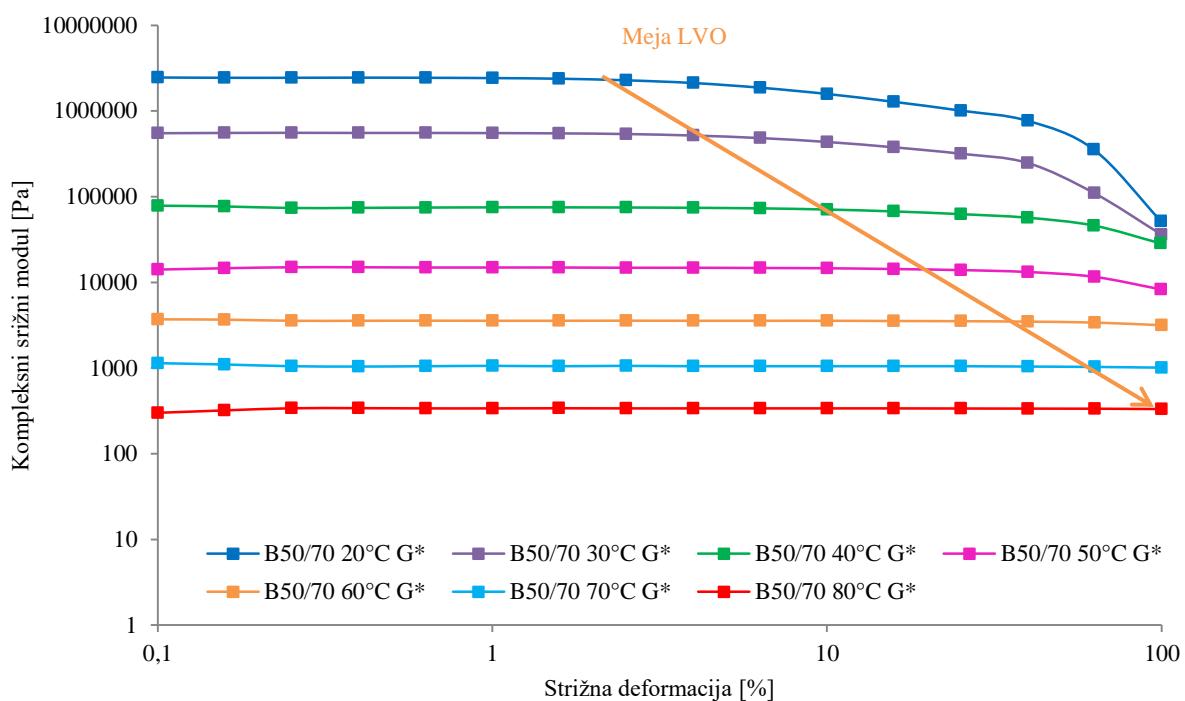


Slika 47: Vpliv koncentracije pomlajevalca na temperaturo mešanja in vgradnje pri (a) nestaranemu bitumnu in (b) staranem bitumnu

Figure 47: Influence of PP concentration on mixing and compaction temperature of (a) non-aged and (b) aged bitumen

6.4.2 Rezultati meritev v srednjem in visokem temperaturnem območju

Večina reoloških meritev je bila izvedena v linearinem viskoelastičnem območju – LVO, ki smo ga predhodno določili na podlagi testov pri konstantni frekvenci oscilacije ($\omega = 10 \text{ rad/s}$), kot je opisano v poglavju 4.3.2.1. Na sliki 48 je prikazan rezultat testa pri konstantni frekvenci oscilacije za osnovni bitumen B50/70.



Slika 48: Rezultati testa pri konstantni frekvenci oscilacije za osnovni bitumen B50/70

Figure 48: The results of amplitude sweep test for reference bitumen B50/70

Na podlagi rezultatov na sliki 48 smo pri vsaki temperaturi določili mejne vrednosti deformacije, ki določa LVO. Rezultati za referenčni bitumen B50/70 so zbrani v preglednici 12. Rezultati za ostale vzorce zaradi preglednosti niso prikazani. Za vse vzorce, merjene pri vseh temperaturah, velja, da je $\gamma_{lim} \geq 1\%$.

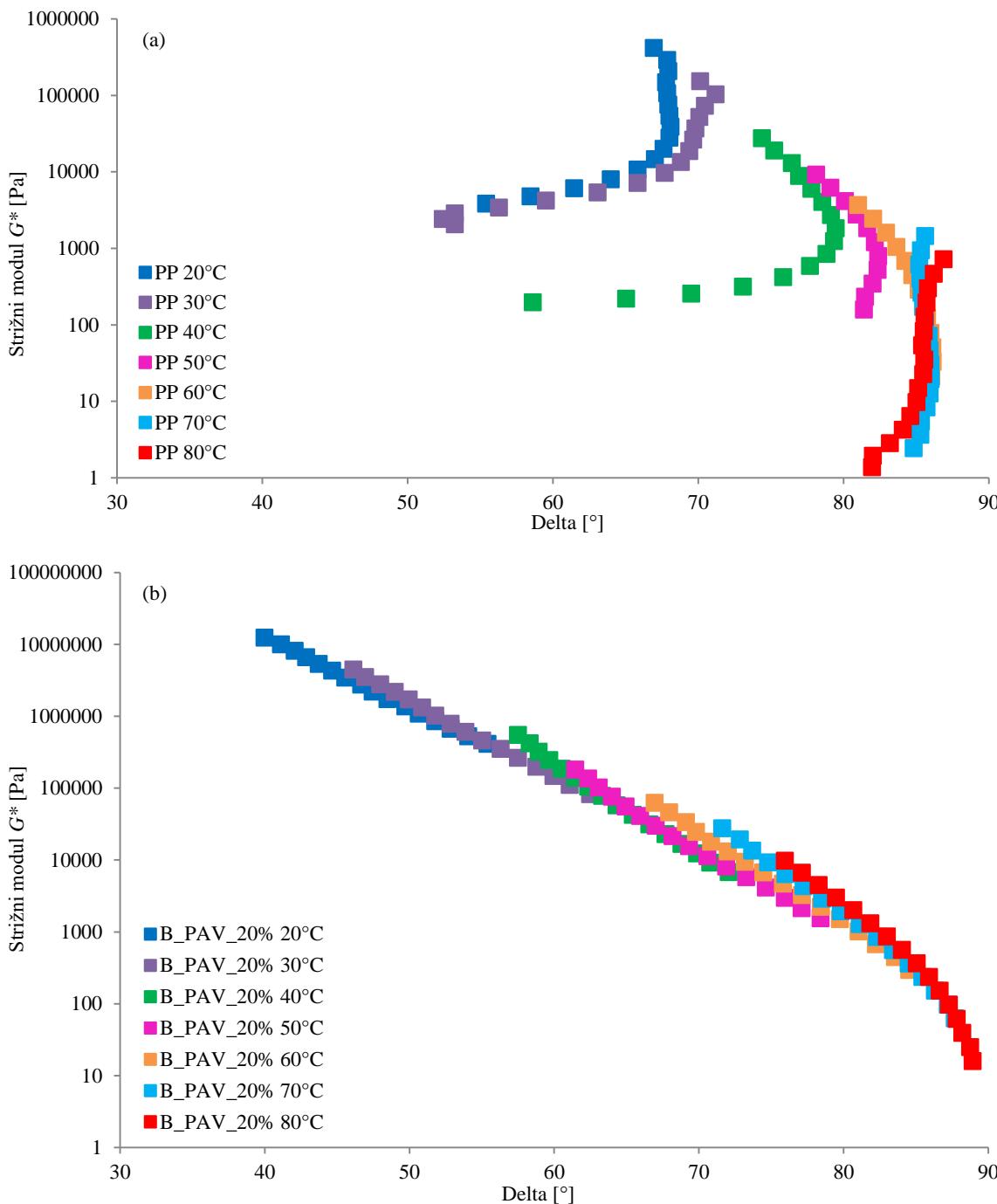
Preglednica 12: Določanje meje LVO pri posamezni temperaturi

Table 12: Determination of LV range limits at chosen test temperature

B50/70	G^*	$0,95 G^*$	γ_{lim}
T [°C]	[Pa]	[Pa]	[%]
20	2460000	2327500,00	2,07
30	550000	525350,00	3,40
40	78500	73815,00	4,58
50	14100	13632,50	30,72
60	3700	3500,75	32,17
70	1045	1045,00	32,45
80	300	294,50	100,00

Teste pri konstantni amplitudi oscilacije smo tako izvajali pri maksimalni strižni deformaciji, $\gamma_{max} = 1\%$. Frekvence oscilacije smo pri konstantni amplitudi oscilacije zvezno zmanjševali od 100 rad/s do 0,1 rad/s. Na podlagi rezultatov tako izvedenih testov smo z uporabo principa TTSP sestavili mehanske spektre odziva. Za referenčno temperaturo smo izbrali $T_0 = 30$ °C. Princip TTSP je za uporabo čistega kot tudi modificiranega bitumna potrdilo že več avtorjev, npr. [124], [145], [146],

[147], [148]. Primernost njegove rabe za naše materiale smo preverili z Black diagrammi (slika 31, slika 49).

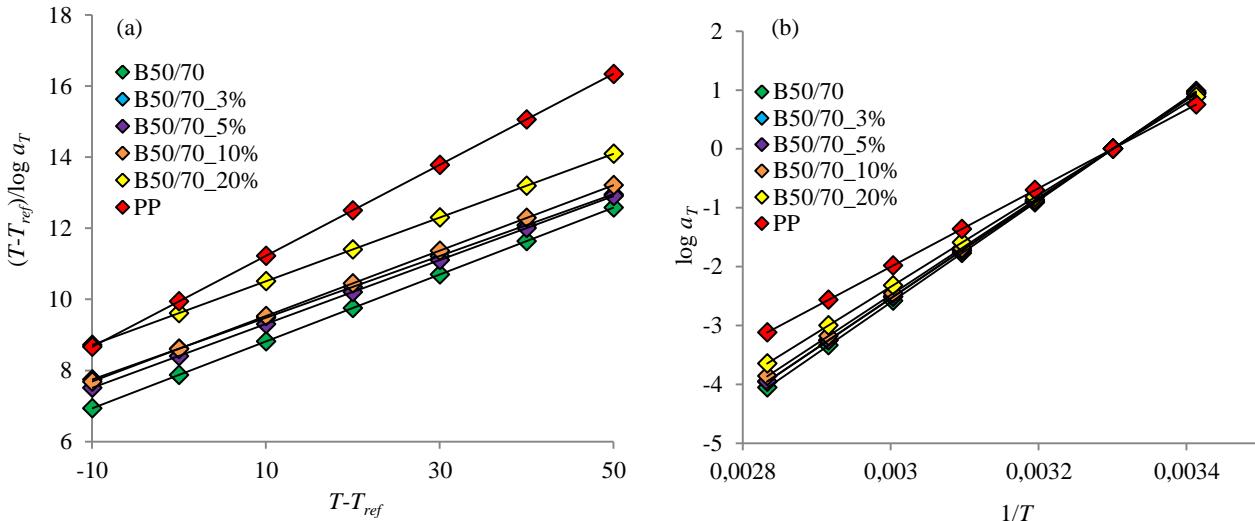


Slika 49: Black diagram za (a) pomlajevalec (PP) in (b) staran bitumen z dodatkom 20 % pomlajevalca (B_PAV_20%)

Figure 49: Black diagram for (a) rejuvenator (PP) and (b) aged bitumen with addition of 20 % of rejuvenator (B_PAV_20%)

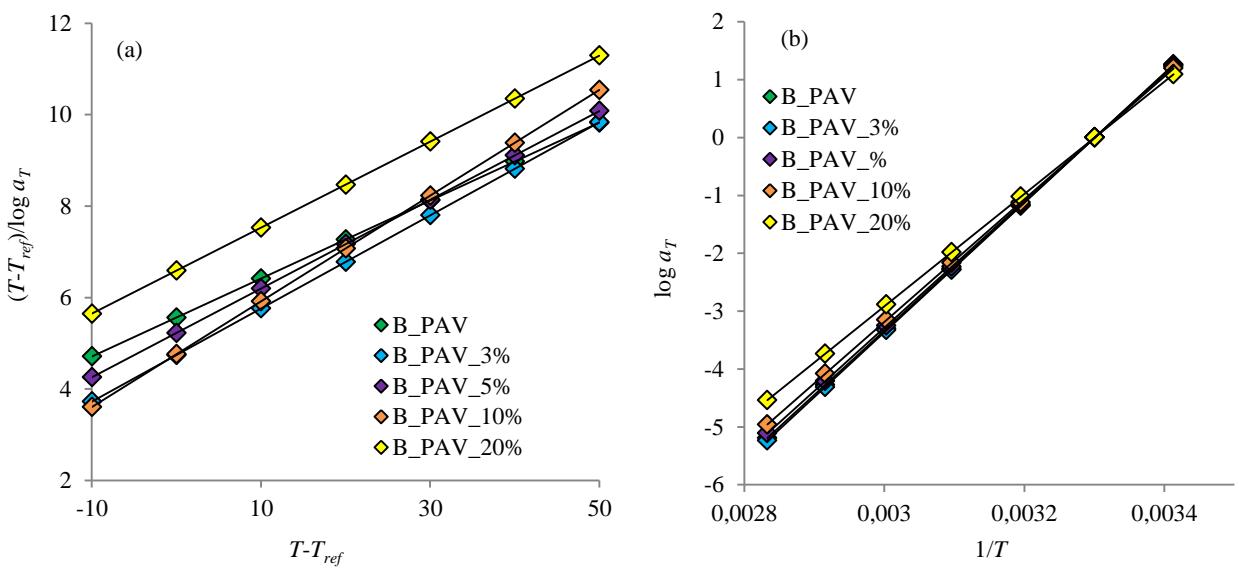
Vidimo, da je rezultat za čisti bitumen gladka krivulja z dobro stopnjo prekrivanja (slika 31 (a)). Tudi pri staranem bitumnu z največjo količino dodanega pomlajevalca je stopnja prekrivanja dovolj dobra, čeprav dobljena krivulja ni več čisto gladka (slika 49 (b)). Pri pomlajevalcu je prekrivanje slabo; predvsem je opazno odstopanje pri temperaturah 20 in 30 °C, pri katerih smo morali zaradi narave

vzorca uporabiti drug merilni sistem. Pri višjih temperaturah je prekrivanje boljše (slika 49 (a)). Uporabo TTSP smo upravičili z uporabo enačb 31 in 32. Faktorji zamika a_T so linearno odvisni od temperature, tako pri uporabi WLF enačbe (enačba 29) kot tudi Arrheniusove enačbe (enačba 30). Linearno odvisnost je potrdil visok statistični faktor $R^2 \approx 1$ za vse testirane vzorce (slike 50 in 51).



Slika 50: Temperaturna odvisnost faktorjev zamika za nestaran bitumen: (a) WLF enačba in (b) Arreniusova enačba

Figure 50: Temperature dependency of shift factors for non-aged bitumen: (a) WLF equation and (b) Arrenius equation



Slika 51: Temperaturna odvisnost faktorjev zamika za staran bitumen: (a) WLF enačba in (b) Arreniusova enačba

Figure 51: Temperature dependency of shift factors for aged bitumen: (a) WLF equation and (b) Arrenius equation

Za sestavo mehanskega spektra so zadostovali samo horizontalni premiki. V preglednici 13 so prikazani faktorji zamika za vse vzorce in vse temperature, ki smo jih določili glede na izbrano referenčno temperaturo, $T_0 = 30^\circ\text{C}$, da smo lahko tvorili mehanske spektre odziva.

Preglednica 13: Eksperimentalno določeni faktorji zamika za sestavo mehanskega spektra odziva

Table 13: Experimental shift factors to construct the master curves

PP koncentracija Temperatura meritev [°C]	PP				Nestaran bitumen				Staran bitumen			
	100	0	3	5	10	20	0	3	5	10	20	
20 °C	4,5	10,2	12	9	10	10,5	12	10	11	9	10	
30 °C	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
40 °C	0,08	0,035	0,05	0,045	0,05	0,08	0,0095	0,0065	0,01	0,008	0,025	
50 °C	0,02	0,006	0,0085	0,008	0,009	0,0145	0,0015	0,00115	0,0016	0,0014	0,0035	
60 °C	0,006	0,0014	0,002	0,00175	0,0021	0,0035	0,00024	0,00016	0,00022	0,000275	0,00065	
70 °C	0,0021	0,0004	0,0005	0,0005	0,00055	0,00095	0,000031	0,00003	0,000045	0,00006	0,00015	
80 °C	0,001	0,00012	0,00015	0,00015	0,000185	0,0003	0,000085	0,000075	0,00001	0,000014	0,0000375	

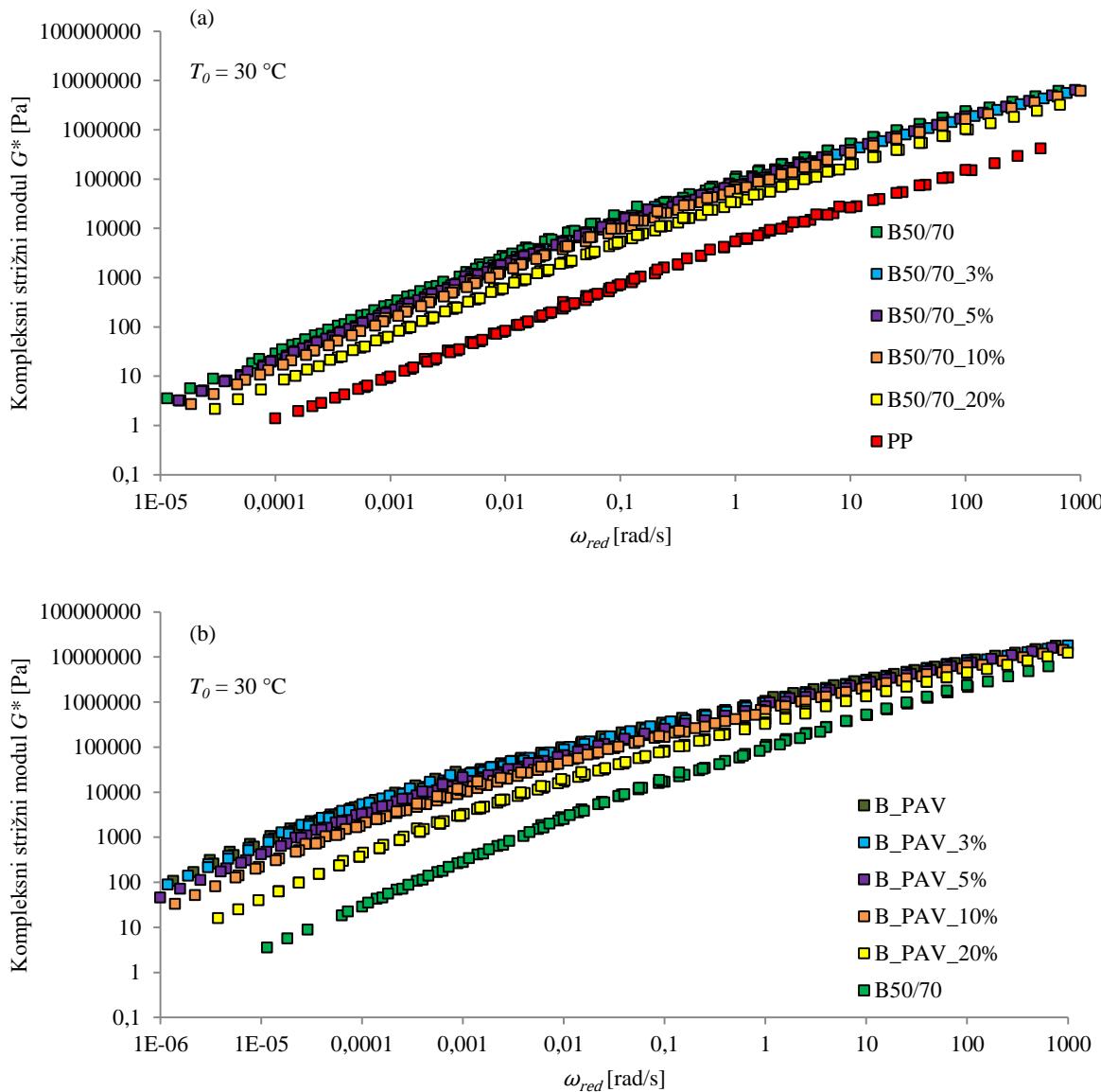
Z metodo najmanjših kvadratov smo določili konstante v WLF (enačba 29) in Arrheniusovi enačbi (enačba 30). Rezultati so zapisani v preglednici 14.

Preglednica 14: Izračunane vrednosti aktivacijske energije E_a , konstant C_1 in C_2 za preiskovane vzorceTable 14: The calculated values of activation energy E_a , constants C_1 and C_2 for the samples studied

PP koncentracija [%] / Konstante	PP				Nestaran bitumen				Staran bitumen			
	100	0	3	5	10	20	0	3	5	10	20	
E_a [kJ]	127,80	166,21	162,06	161,90	158,25	149,45	212,62	214,45	209,33	203,12	185,91	
C_1 [-]	7,82	10,63	11,53	11,12	10,86	11,17	11,73	9,82	10,30	8,65	10,63	
C_2 [°C]	77,76	83,74	99,33	93,52	93,48	107,39	65,27	46,56	53,84	41,18	70,03	

Pomlajevalec je med vsemi vzorci izkazoval najnižjo aktivacijsko energijo. Dodajanje pomlajevalca je zato znižalo tudi aktivacijsko energijo bitumna. Z naraščanjem količine pomlajevalca se je zniževala aktivacijska energija E_a . Po staranju je bitumen izkazoval precej višje vrednosti E_a , ki so se z dodajanjem pomlajevalca vračale proti vrednostim nestaranega bitumna. Učinek pomlajevalca je bil najizrazitejši pri količinah 10 % in 20 %. To je potrdilo naše prejšnje ugotovitve o strukturnih učinkih (nelinearni učinki) pri manjših koncentracijah dodanega pomlajevalca.

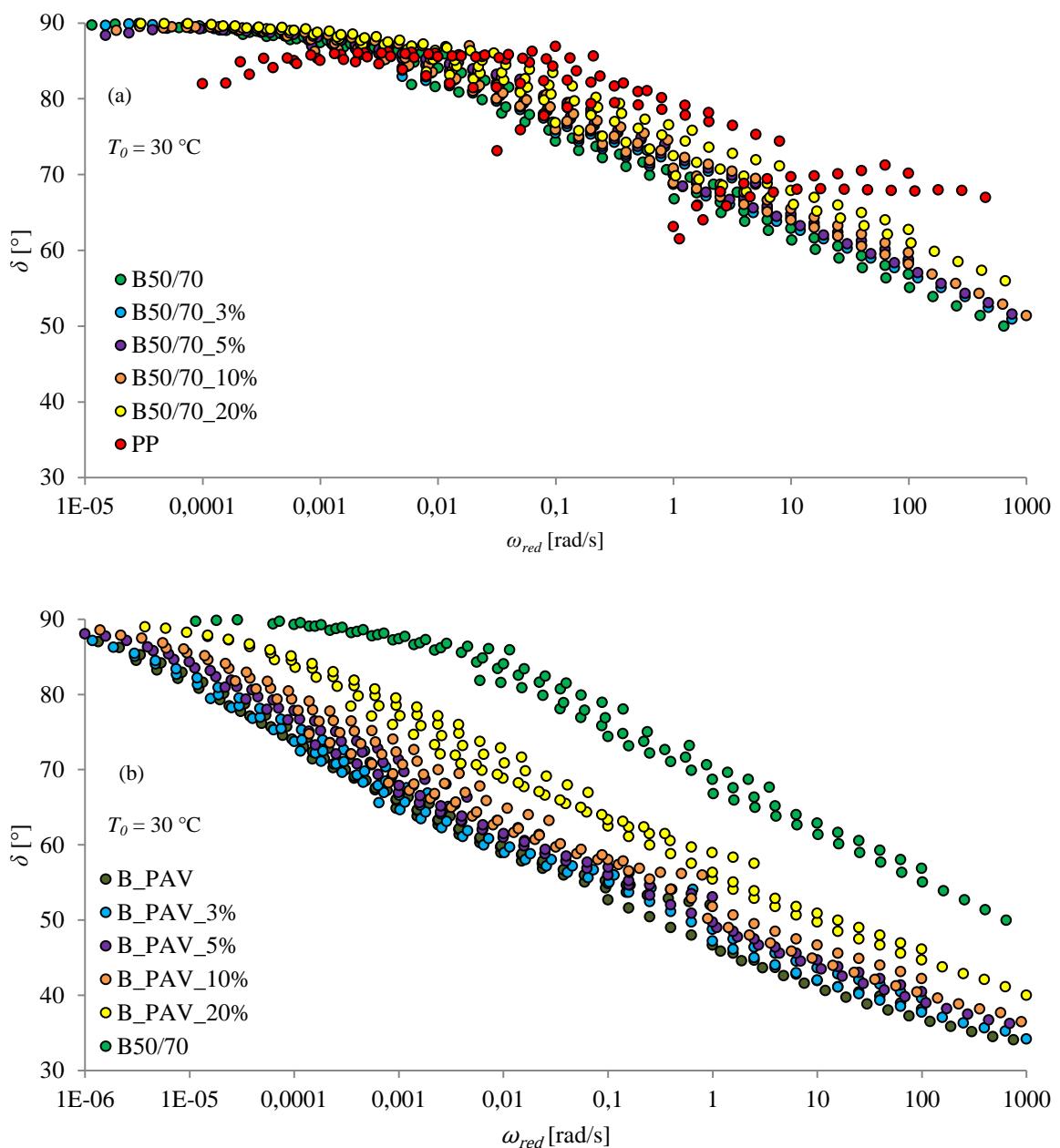
Na sliki 52 so prikazani rezultati sestavljenih krivulj kompleksnega strižnega modula. Slika 52 (a) prikazuje rezultate nestaranega bitumna in pomlajevalca. Čisti PP je imel pri vseh frekvencah nižje vrednosti G^* , kar nakazuje, na njegovo mehkejšo strukturo. Splošne oblike krivulj so bile med seboj primerljive. Z višanjem koncentracije PP v bitumnu se je le-ta mehčal, kar vidimo kot zmanjševanje G^* -ja in njegovo bližanje proti vrednostim kompleksnega modula PP-ja. Na sliki 52 (b) so prikazani rezultati staranega bitumna. Vrednosti kompleksnega modula so bile precej višje kot pri nestaranem bitumnu, kar kaže na otrdelost staranega bitumna. Dodali smo tudi rezultat nestaranega bitumna, da lahko vidimo, za koliko so se lastnosti staranega bitumna z različnimi dodatki PP-ja približale lastnostim nestaranega bitumna. Vidimo, da je trend mehčanja bitumna z dodatkom PP ugoden, vendar niti staran bitumen z 20 % PP ne doseže vrednosti G^* nestaranega bitumna. Sestavljene krivulje staranega bitumna so skoraj eno dekado daljše kot pri nestaranem bitumnu, najkrajša pa je krivulja pomlajevalca. Torej velja, da lahko krivuljo tršega bitumna sestavimo v večjem frekvenčnem razponu.



Slika 52: Sestavljeni spekter kompleksnega modula G^* za: (a) nestarane bitumne in (b) starane bitumne

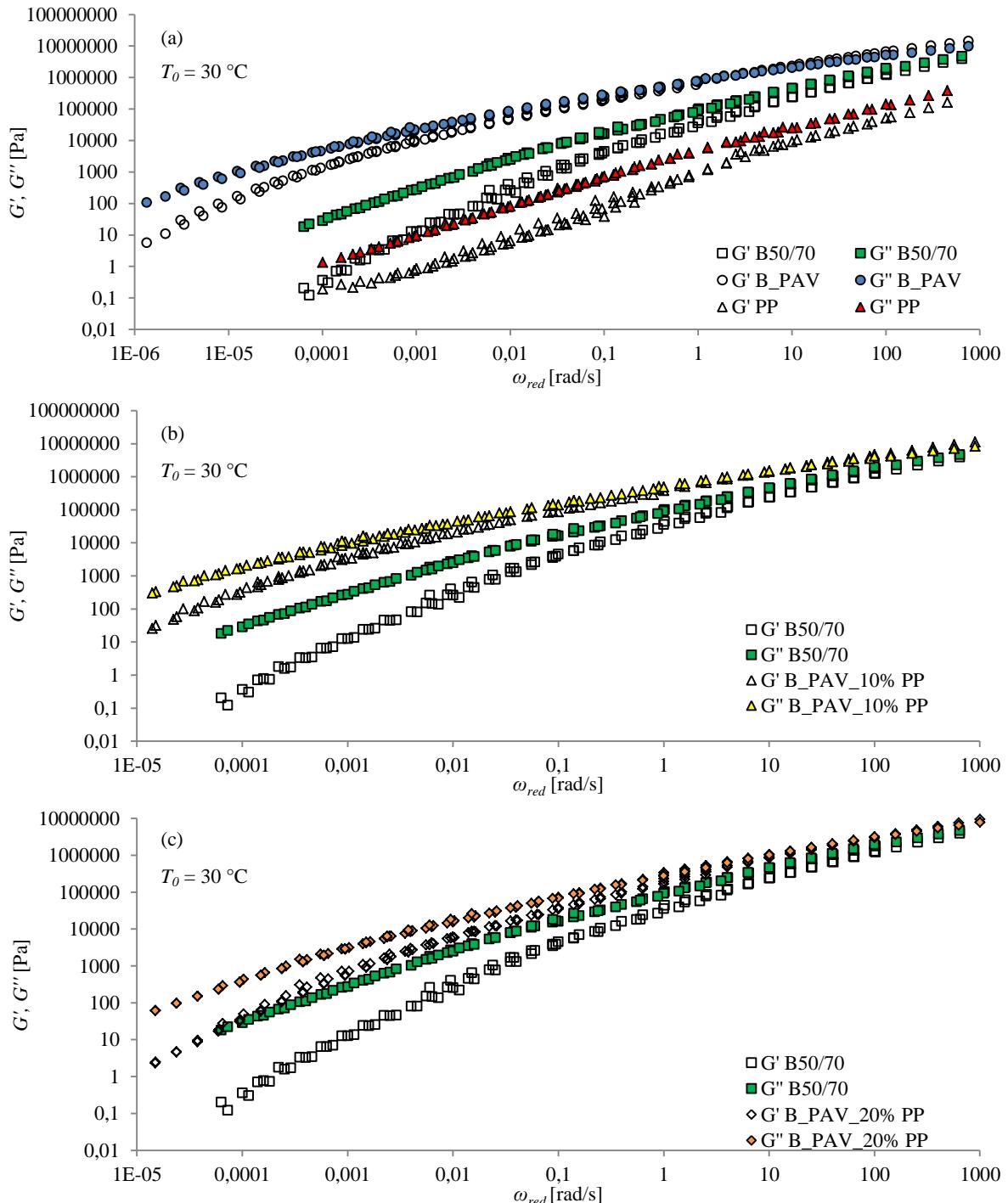
Figure 52: Complex modulus G^* master curve for: (a) non-aged bitumen and (b) aged bitumen

Viskoelastično obnašanje preiskovanih vzorcev je prikazano na sliki 53. Na sliki 53 (a) so rezultati za nestarane bitumne in pomlajevalec. Sestavljeni spekter faznega zamika pomlajevalca je opazno odstopal od sestavljenih spektrov ostalih vzorcev, saj so bile vrednosti precej višje, rezultati pri posameznih temperaturah pa precej nepovezani in niso tvorili enotne krivulje. Pri nižjih frekvencah ni opazne razlike med bitumni z različnimi količinami pomlajevalca, pri višjih frekvencah pa se krivulja nestaranega bitumna po dodatku pomlajevalca premika proti višjim vrednostim faznega zamika, kar pomeni, da se veča delež viskoznega doprinosha. Razlike po dodatku pomlajevalca so bile pri staranem bitumnu večje kot pri nestaranem bitumnu (slika 53 (b)). Staran bitumen brez dodatkov je izkazoval najnižjo krivuljo faznega zamika, kar pomeni, da je bilo njegovo obnašanje izmed vseh najbolj elastično. Staran bitumen tako izkazuje trdno strukturo z visoko togostjo. Po dodatku pomlajevalca so se sestavljene krivulje faznega zamika premikale proti nestaranemu bitumnu; njihove vrednosti so se višale, kar pomeni, da se je večal viskozni in manjšal elastični doprinos.

Slika 53: Sestavljeni spekter faznega zamika δ za: (a) nestarane bitumne in (b) starane bitumneFigure 53: Phase angle δ master curve for: (a) non-aged bitumen and (b) aged bitumen

Na sliki 54 so prikazane sestavljene krivulje za modul akumulacije energije (G') in modul energetskih izgub (G''). Zaradi preglednosti smo prikazali samo izbrane vzorce. Na sliki 54 (a) je razlika med nestaranim bitumnom, staranim bitumnom in pomlajevalcem, na sliki 54 (b) in (c) pa vidimo, kako so se reološke lastnosti staranega bitumna z dodanim pomlajevalcem (10 % in 20 %) približevale vrednostim nestaranega bitumna. Dinamična modula G' in G'' sta pri vseh proučevanih vzorcih naraščala z višanjem frekvence. Pri nestaranem bitumnu in pomlajevalcu je bil modul energetskih izgub v celotnem frekvenčnem področju večji od modula akumulacije energije. To kaže na strukturo viskoelastične tekočine. Akumulacijski modul staranega bitumna, brez dodanega pomlajevalca, je nekoliko prevladoval nad modulom energijskih izgub v področju visokih frekvenc, pri nižjih

frekvencah pa lahko opazimo očitno prevladovanje G'' nad G' . V tem primeru je bila točka sečišča, ko je $G'' = G'$, pri $\omega_{red} = 1,6$ rad/s. Pomlajevalec je znižal vrednosti G' in G'' , prav tako se je točka sečišča premaknila proti višjim frekvencam; $\omega_{red} = 24,2$ rad/s za B_PAV_10 % in $\omega_{red} = 219,5$ rad/s za B_PAV_20 %. Pomikanje točke sečišča proti nižjim frekvencam pri dani temperaturi nakazuje na otrjevanje strukture bitumna [51].

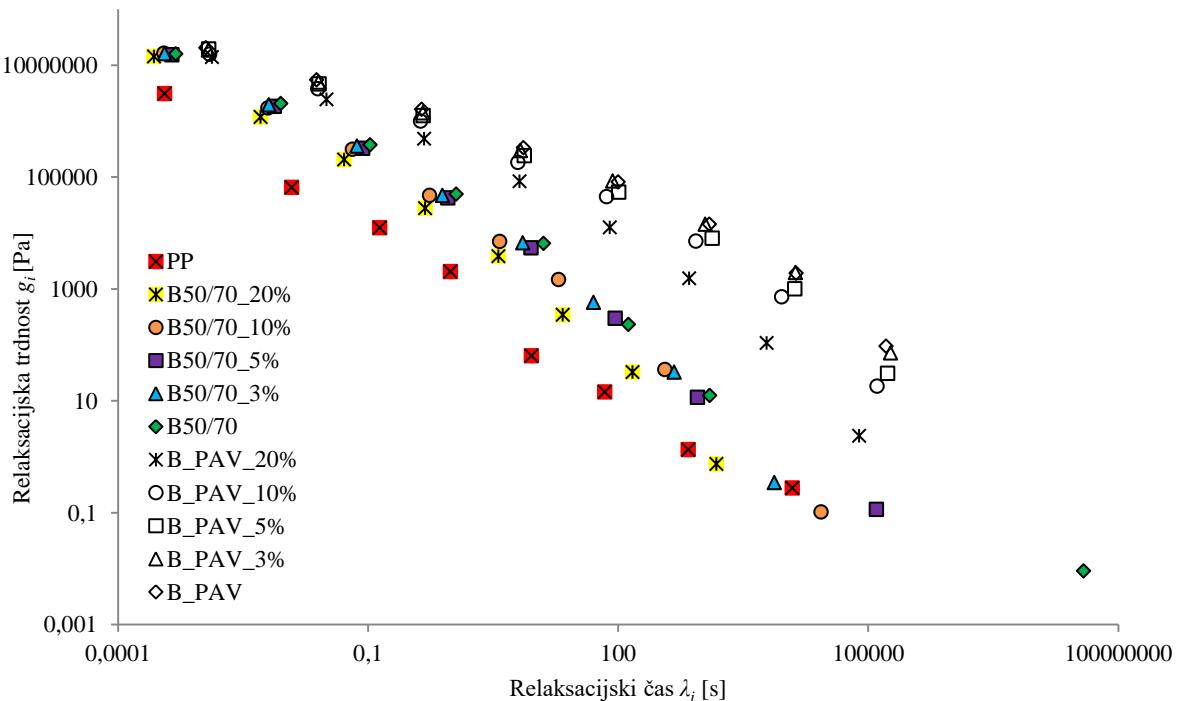


Slika 54: Sestavljeni krivulji modula akumulacije energije, G' , modula energetskih izgub, G'' za: (a) nestaran in staran bitumen, (b) staran bitumen z 10 % pomlajevalca in (c) staran bitumen z 20 % pomlajevalca

Figure 54: Storage (G') and loss (G'') modulus of (a) non-aged and aged bitumen, (b) aged bitumen with 10 % PP and (c) aged bitumen with 20 % PP

6.4.3 Diskretni relaksacijski spekter

Kot že omenjeno v prejšnjih poglavjih, lahko viskoelastično obnašanje snovi prikažemo z ustreznou kombinacijo vzmeti in dušilk. Na podlagi frekvenčno odvisnih modulov G' in G'' , ki smo jih določili s pomočjo principa TTSP, in posloženega Maxwellovega modela, smo izračunali relaksacijske čase s pomočjo enačb 34 in 35. Izračunani relaksacijski časi sestavljajo diskretni relaksacijski spekter snovi, ki predstavlja funkcionalno odvisnost elastičnih modulov od relaksacijskih časov: $g_i(\lambda_i)$. V naši študiji smo z metodo najmanjših kvadratov dobili optimalne rezultate, ko smo zaporedno vezali osem ($N = 8$) Maxwellovih elementov. Na sliki 55 so prikazani izračunani diskretni relaksacijski spektri za vse proučevane vzorce. Elastični modul i-tega Maxwellovega elementa ali relaksacijska trdnost g_i se je zniževala z višanjem relaksacijskega časa λ_i , kar nakazuje na prehod iz steklastega območja pri visokih frekvencah k viskozemu območju pri nizkih frekvencah. Vpliv staranja bitumna se kaže v spremembah naklona, $g_i(\lambda_i)$. Manjši naklon pomeni, da je vezivo bolj strukturirano in doprinos elastične komponente večji v celotnem področju λ [111]. Vzorci staranega bitumna so izkazovali višje elastične module, z dodajanjem pomlajevalca pa so se vrednosti zniževale. Dodatek pomlajevalca ni vplival na relaksacijski čas vzorcev. Čisti pomlajevalec je izkazoval najnižje elastične module.



Slika 55: Diskretni relaksacijski spekter za bitumen, pomlajevalec in njune mešanice

Figure 55: Discrete relaxation spectra for the bitumen, PP and the blends

6.4.4 Odpornost bitumna na nastanek deformacij

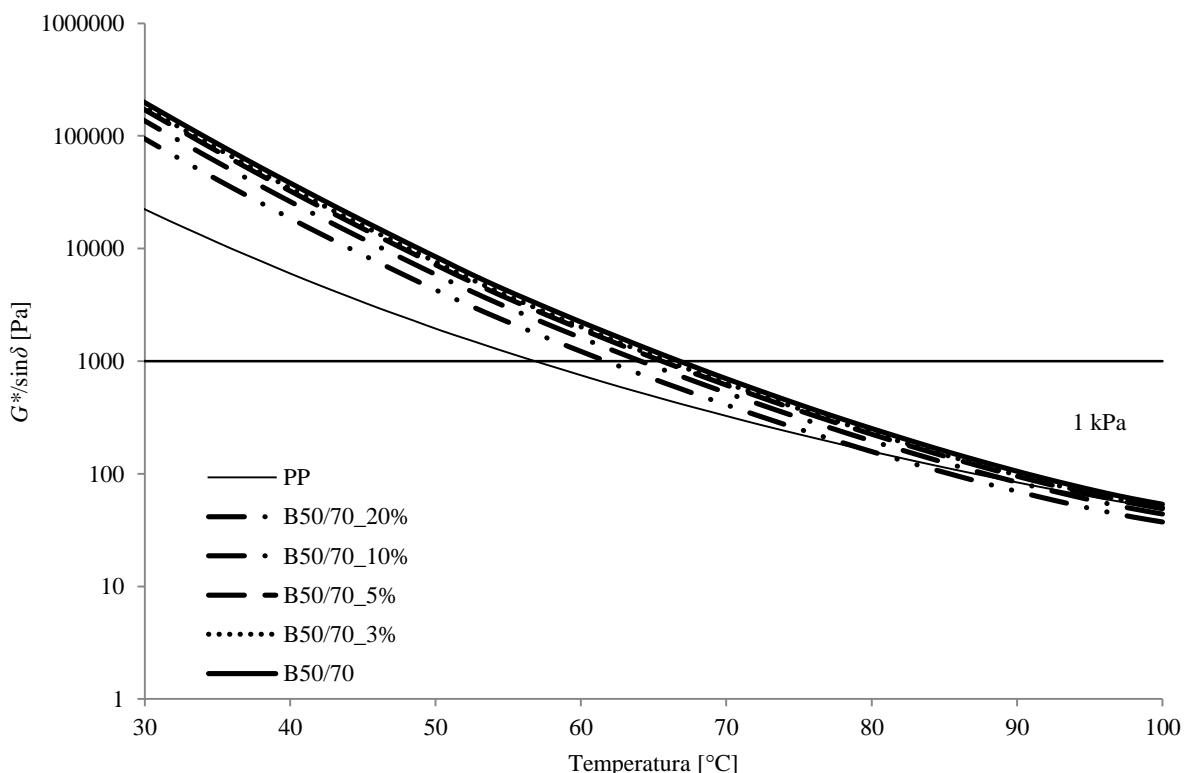
Na podlagi rezultatov reoloških meritev lahko ovrednotimo odpornost bitumna na trajne deformacije. Bitumen je pri visokih temperaturah izpostavljen plastičnim deformacijam, ki vodijo v tvorbo kolesnic. Pri nižjih temperaturah se zaradi ponavljajoče se prometne obtežbe poveča možnost nastanka razpok zaradi utrujanja.

Kolesnice v zgornjem delu asfalta nastanejo kot posledica akumulacije plastičnih deformacij asfaltne mešanice zaradi ponavljajoče se prometne obtežbe. Tvorba kolesnic je prvotno odvisna od lastnosti asfaltne mešanice in agregata, vendar pa igra pomembno vlogo tudi bitumen. Nastanek kolesnic je prevladujoča poškodba pri visokih temperaturah, zato odpornost na nastanek kolesnic merimo pri višjih temperaturah. Največja nevarnost nastanka kolesnic je na začetku njegove uporabe, takoj po tem, ko je asfalt vgrajen. Kasneje bitumen zaradi staranja otrdi in možnost nastanka kolesnic se zmanjša. Testi določanja odpornosti na nastanek kolesnic se običajno izvedejo na RTFOT staranemu vzorcu. V našem delu smo jih preverjali na vzorcih svežega bitumna. Zanima nas, koliko se zmanjša odpornost proti kolesnicam, saj se bitumen zaradi dodanega pomlajevalca zmehča. Odpornost bitumna na nastanek kolesnic opredeli viskozna komponenta voljnosti bitumna (J''), izračunana pri času obremenitve 0,1 s. Čas obremenitve 0,1 s je določen kot čas, potreben za prehod tovornjaka na cestišču, ki potuje s hitrostjo 80 km/h. Pri sinusuidni obtežbi predstavlja čas obremenjevanja 0,1 s frekvenco 10 rad/s [110]. Viskozno komponento voljnosti bitumna izračunamo po enačbi:

$$J'' = G^*/\sin\delta. \quad (94)$$

Po smernicah SHRP je zahteva, da mora biti za nestarane vzorce $J'' \geq 1$ kPa, kar zagotovi ustreznou odpornost proti nastanku kolesnic za sveže asfaltne mešanice. Preverjali smo, pri kateri temperaturi zadostimo temu kriteriju, zato smo izvedli meritve pri konstantni frekvenci oscilacije ($\omega = 10$ rad/s) in spremjanju temperature od 100 °C do 30 °C.

Temperatura, pri kateri velja $G^*/\sin\delta \geq 1$ kPa, je najvišja načrtovana temperatura. Nad to temperaturo se pojavijo nepovratne plastične deformacije [56]. Iz slike 56 in preglednice 15 vidimo, da se temperatura, pri kateri je izpolnjen pogoj nastanka kolesnic, z višanjem deleža pomlajevalca znižuje, kar je neugoden vpliv.



Slika 56: Temperaturna odvisnost parametra tvorbe kolesnic

Figure 56: Temperature dependency of rutting parameter

Preglednica 15: Temperatura, pri kateri je izpolnjen kriterij tvorbe kolesnic

Table 15: Temperature at which the rutting parameter fulfilled the criterion

$G^*/\sin\delta = 1 \text{ kPa}$	$T [^\circ\text{C}]$
B50/70	66,8
B50/70_3%	66,0
B50/70_5%	65,6
B50/70_10%	64,2
B50/70_20%	61,8
PP	56,9

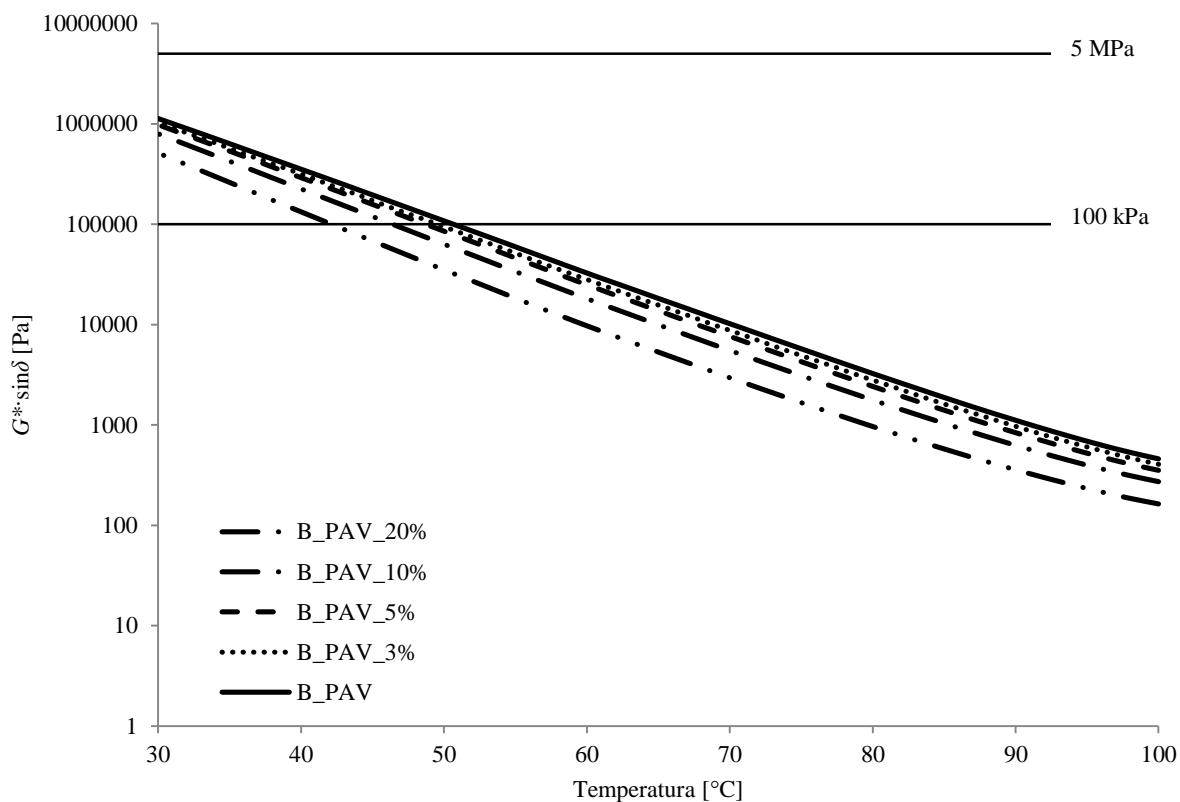
Na drugi strani pa mora biti bitumen odporen na deformacije, ki se zgodijo pri nizkih temperaturah in pri ponavljanju obtežbi. Ker je bitumen tem deformacijam bolj podvržen na koncu življenjske dobe asfaltne mešanice, ko je bitumen že postaran, smo njegovo odpornost preverjali pri staranih vzorcih bitumna [110]. Kriterij za odpornost bitumna proti utrujanju je določen na podlagi disipirane energije v enem obtežnem ciklu. Pri sinusnih obremenitvah je energija dela [149] ponazorjena s sledečo enačbo:

$$W = \Delta E = \int \sigma d\gamma = \int \sigma \dot{\gamma} dt. \quad (95)$$

Dokazano je, da je razpršena energija na enoto volumna enaka [131], [150]:

$$\overline{E_{disipirana}}(\omega) = \pi \gamma_0^2 G''(\omega). \quad (96)$$

Ta razpršena energija je uporabljena za kriterij odpornosti proti utrujanju. Po smernicah SHRP mora biti viskozna komponenta kompleksnega modula G'' (glej enačbo 24) manjša od 5 MPa, $G^* \cdot \sin\delta \leq 5 \text{ MPa}$ [106]. Pri utrujanju je temperatura, ki jo določimo po zgornjem kriteriju, najmanjša načrtovana temperatura; pri nižjih temperaturah se namreč pojavi razpoke zaradi utrujanja. Na sliki 57 vidimo, da noben vzorec ne preseže meje 5 MPa. Za primerjavo vpliva, ki ga ima pomlajevalec na staran bitumen, smo določili novo mejo, pri kateri smo odčitali temperaturo. Novo mejo smo postavili pri 100 kPa, torej je bil kriterij $G^* \cdot \sin\delta \leq 100 \text{ kPa}$. Temperature, pri kateri je bil dosežen ta kriterij, so zapisane v preglednici 16. Vidimo, da se temperatura z dodajanjem pomlajevalca niža, kar je ugodno.



Slika 57: Temperaturna odvisnost parametra utrujanja

Figure 57: Temperature dependency of fatigue cracking parameter

Preglednica 16: Temperatura, pri kateri je izpolnjen kriterij utrujanja ($G^* \cdot \sin\delta = 100 \text{ kPa}$)

Table 16: Temperature at which the fatigue cracking parameter met the criterion ($G^* \cdot \sin\delta = 100 \text{ kPa}$)

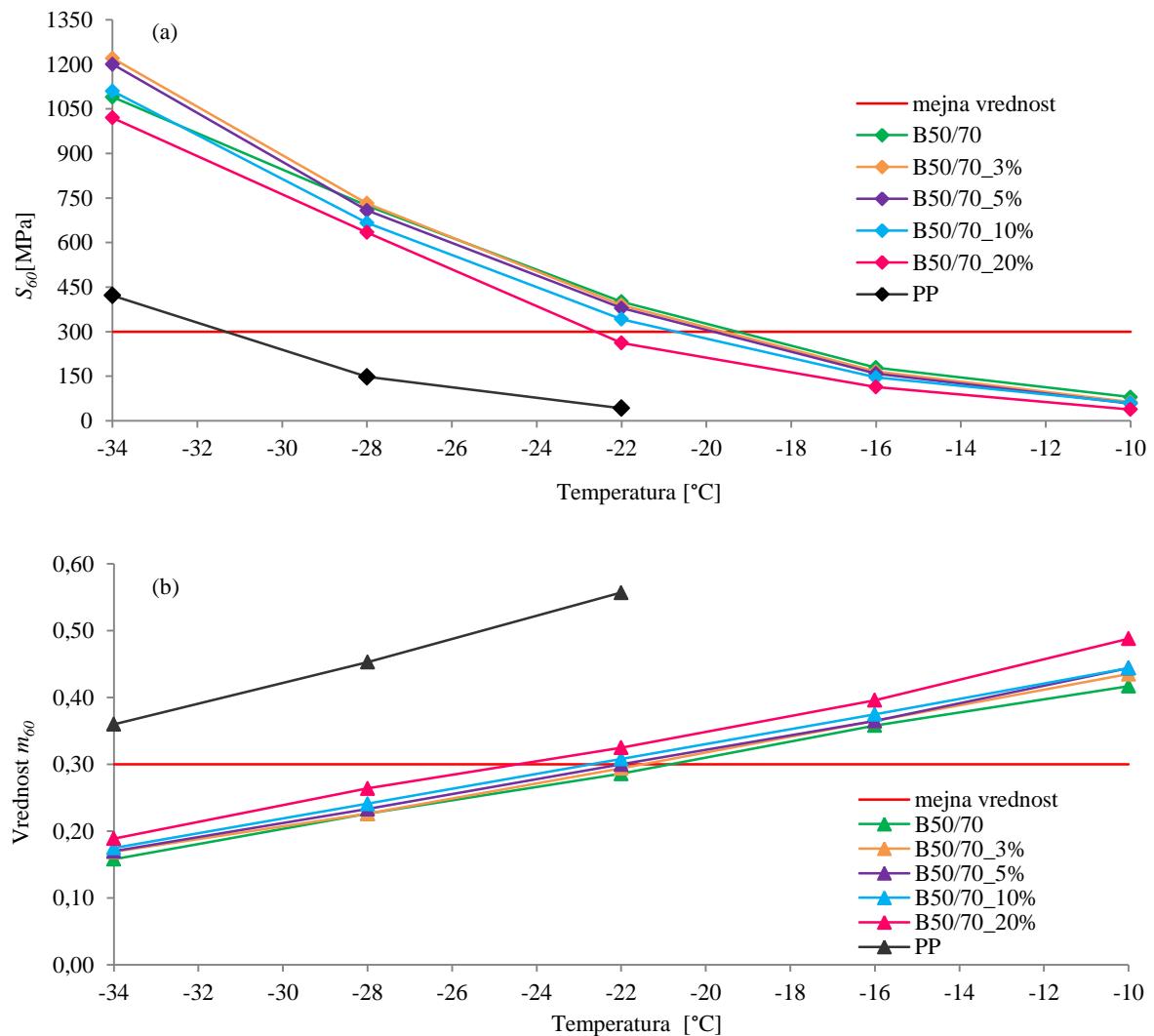
$G^* \cdot \sin\delta = 100 \text{ kPa}$	$T [{}^\circ\text{C}]$
B_PAV	50,7
B_PAV_3%	49,6
B_PAV_5%	48,7
B_PAV_10%	46,4
B_PAV_20%	42,1

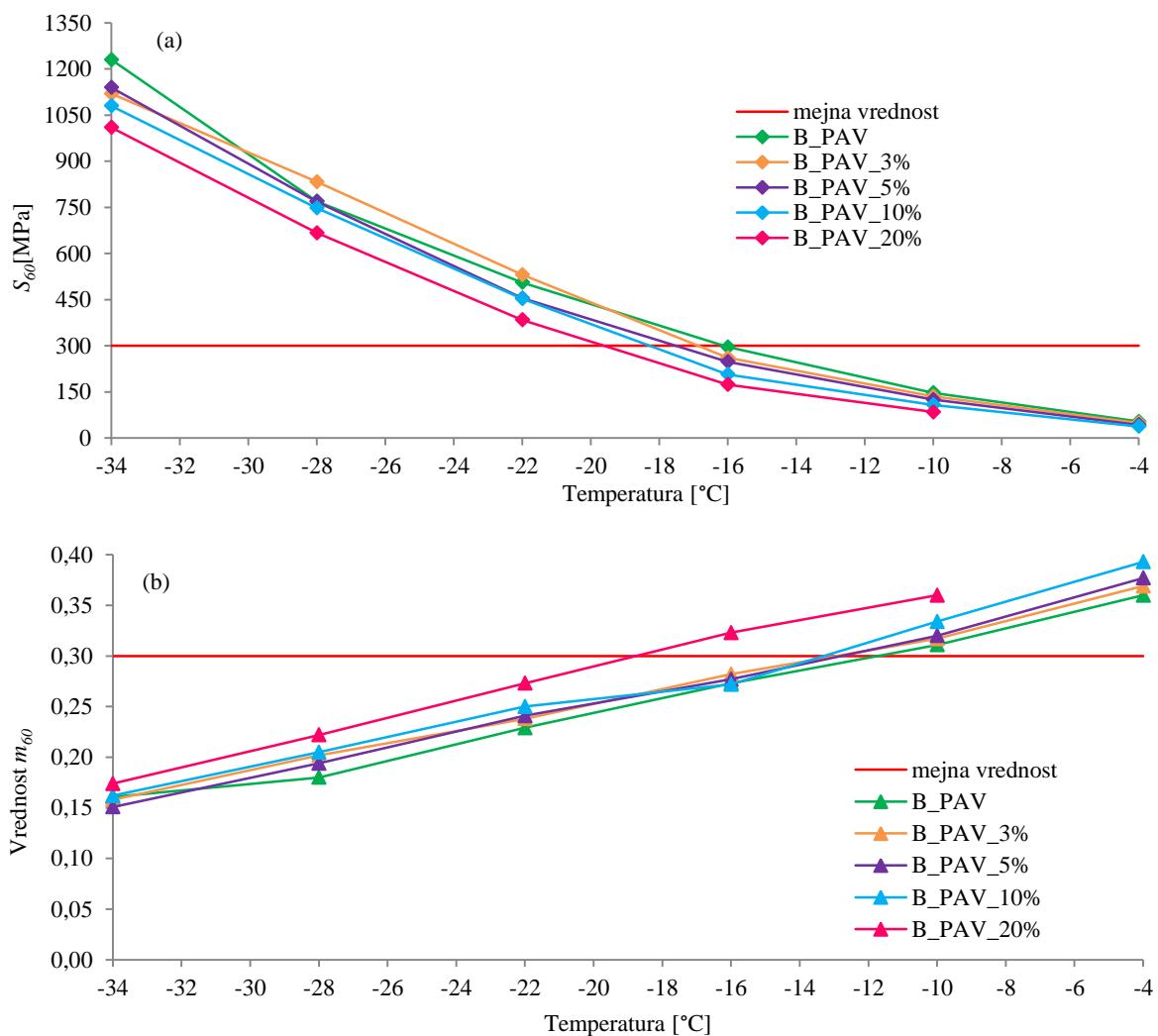
Na podlagi rezultatov vidimo, da je pomlajevec spremenil strukturo nestaranega bitumna, ki je postal bolj dovzeten za deformacije. Namen pomlajevalca je zmehčati postaran bitumen, ki je otrdel, kar opazimo pri postaranih vzorcih bitumna. Glede na kriterij tvorjenja kolesnic je vpliv pomlajevalca neugoden, medtem ko pozitivno vpliva na vzorce glede na kriterij utrujanja.

6.4.5 Rezultati meritev v nizkem temperaturnem območju

V nizkem temperaturnem območju smo izvedli BBR meritve. Rezultati meritev kažejo odpornost bitumna proti nastanku razpok pri nizkih temperaturah. Meritve smo izvedli pri šestih temperaturah: -34 °C, -28 °C, -22 °C, -16 °C, -10 °C in -4 °C. Nekateri vzorci so bili pri višjih temperaturah premehki, da bi bilo na njih možno opraviti meritve. BBR meritve se načeloma izvajajo samo na staranih vzorcih, saj je takrat večja nevarnost nastanka nizkotemperturnih razpok. Kljub temu smo v

našem delu izvedli meritve na vseh vzorcih, tudi nestaranih. Šestdeset sekund po začetku izvajanja testa (ki traja 240 s) sta bila po enačbi 36 izračunana togost S_{60} in naklon krivulje $S(t)$, m_{60} . Na slikah 58 in 59 so prikazani izračuni parametrov za vse vzorce. Oba parametra sta po standardu SIST EN 14771 [112] kriterija, ki določata spodnjo mejo temperature uporabe bitumna. Ko sta hkrati izpolnjena pogoja: $S_{60} \leq 300$ MPa in $m_{60} \geq 0,300$, bitumen izkazuje zadostno nizkotemperaturno odpornost. V preglednici 17 so podani rezultati, torej minimalne temperature za vse vzorce. Pri nestaranih bitumnih je kritično temperaturo določila togost bitumna, medtem ko je bila pri staranih bitumnih odločilna temperatura m vrednosti. Z dodajanjem pomlajevalca se je kritična temperatura nižala. Staran bitumen z najvišjim dodatkom pomlajevalca je dosegel podobno nizke temperature kot referenčni nestaran bitumen.

Slika 58: Temperaturna odvisnost parametrov (a) S_{60} in (b) m_{60} za nestarane bitumneFigure 58: Temperature dependency of parameter (a) S_{60} and (b) m_{60} for non-aged bitumen

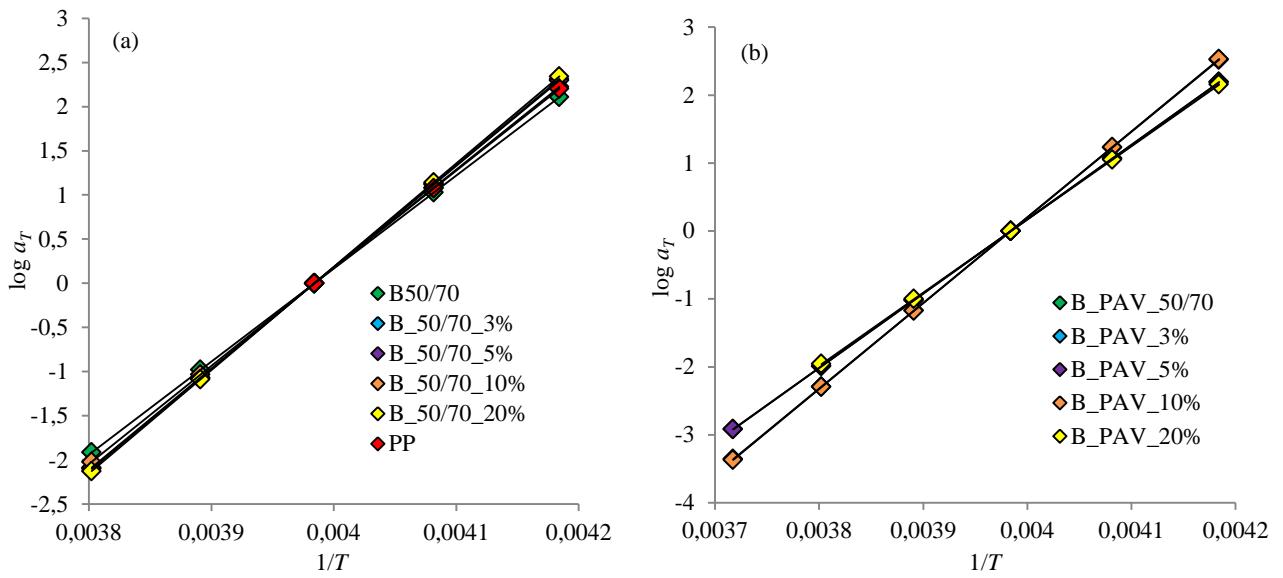
Slika 59: Temperaturna odvisnost parametra(a) S_{60} in (b) m_{60} za starane bitumneFigure 59: Temperature dependency of parameter (a) S_{60} and (b) m_{60} for aged bitumen

Preglednica 17: Temperatura, pri kateri sta izpolnjena kriterija nizkotemperaturne odpornosti ($S_{60} \leq 300$ MPa in $m_{60} \geq 0,300$)

Table 17: Temperatures at which the maximum S_{60} (300 MPa) or minimal m_{60} (0,300) values were obtained

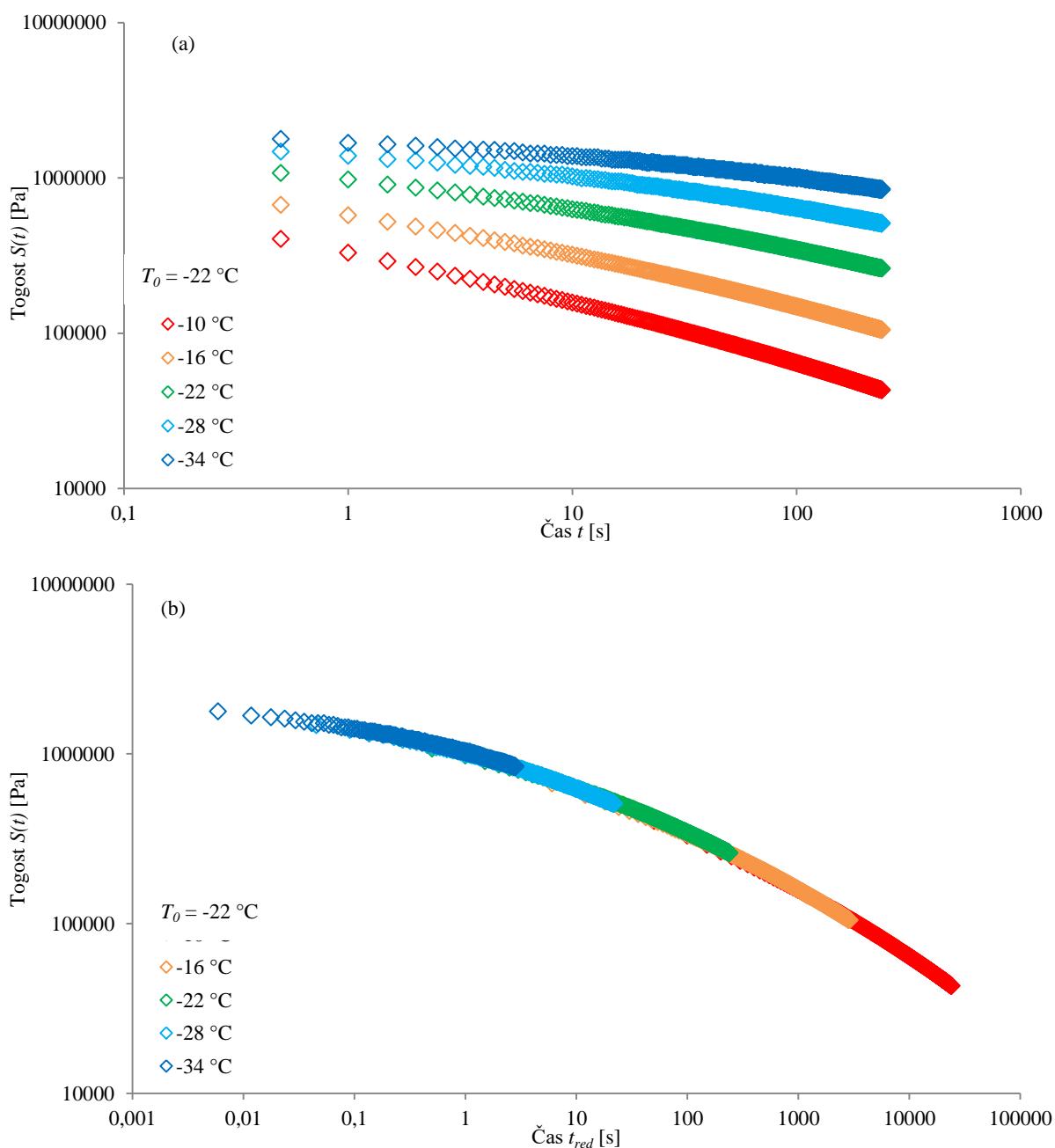
Temperatura [°C]	$S_{60} = 300$ MPa	$m_{60} = 0,300$
B 50/70	-19,3	-20,8
B50/70_3%	-19,6	-21,5
B50/70_5%	-19,8	-22,0
B50/70_10%	-20,7	-22,7
B50/70_20%	-22,6	-24,5
PP	-31,3	
B_PAV	-16,1	-11,7
B_PAV_3%	-16,9	-12,9
B_PAV_5%	-17,5	-12,8
B_PAV_10%	-18,3	-13,3
B_PAV_20%	-19,6	-18,8

Na podlagi rezultatov BBR meritev smo z uporabo principa TTSP sestavili mehanske spektre odziva togosti (slika 61 in slika 62). V tem primeru smo eksperimentalno določene izoterme togosti horizontalno premikali vzdolž časovne osi. Za referenčno temperaturo smo izbrali $T_0 = -22^\circ\text{C}$. V preglednici 18 so podani eksperimentalno določeni faktorji zamika. Temperaturno odvisnost faktorjev zamika smo potrdili samo z uporabo Arreniusove enačbe (enačba 30), saj so bile meritve izvedene v območju temperature prehoda T_g , kjer enačba WLF (enačba 29) ne velja. Faktorji zamika a_T so linearno odvisni od temperature (slika 60), kar je za vse vzorce potrdil statistični faktor, $R^2 \approx 1$.



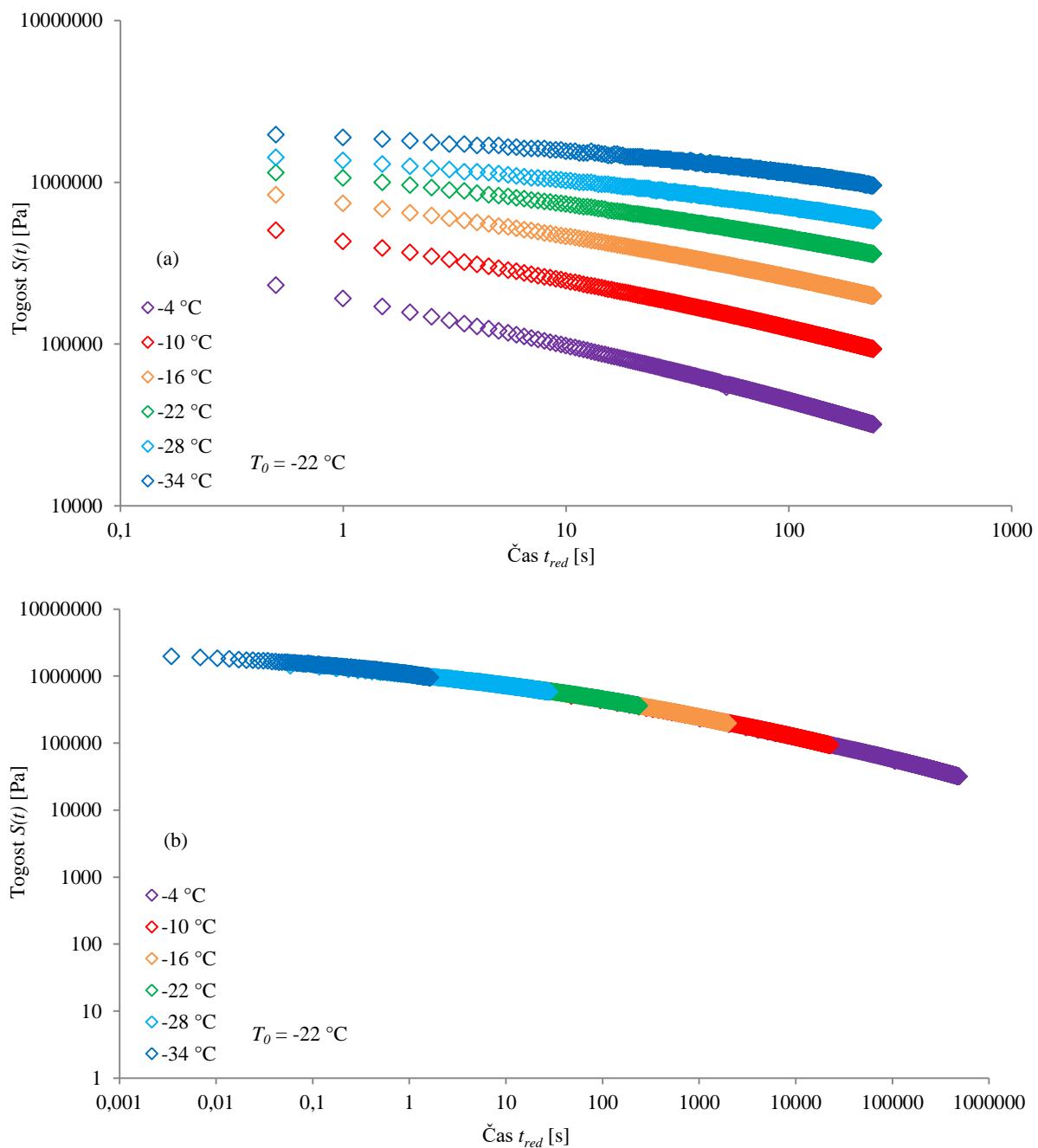
Slika 60: Temperaturna odvisnost faktorjev zamika po Arreniusovi enačbi za: (a) nestaran bitumen in (b) staran bitumen

Figure 60: Temperature dependency of shift factors according to Arrenius equation for: (a) non-aged bitumen and (b) aged bitumen



Slika 61: (a) Izoterme časovne odvisnosti togosti $S(t)$ merjene pri različnih temperaturah, in (b) sestavljen mehanski spekter odziva togosti nestaranega bitumna B50/70

Figure 61: (a) Time dependent stiffness $S(t)$ isotherms measured at different temperatures and (b) stiffness mastercurve of non-aged bitumen B50/70



Slika 62: (a) Izoterme časovne odvisnosti togosti $S(t)$ merjene pri različnih temperaturah, in (b) sestavljen mehanski spekter odziva togosti staranega bitumna B_PAV

Figure 62: (a) Time dependent stiffness $S(t)$ isotherms measured at different temperatures and (b) stiffness mastercurve of aged bitumen B_PAV

Preglednica 18: Faktorji zamika, potrebnii za sestavo mehanskega spektra odziva togosti

Table 18: Shift factors for stiffness master curves from the BBR measurements

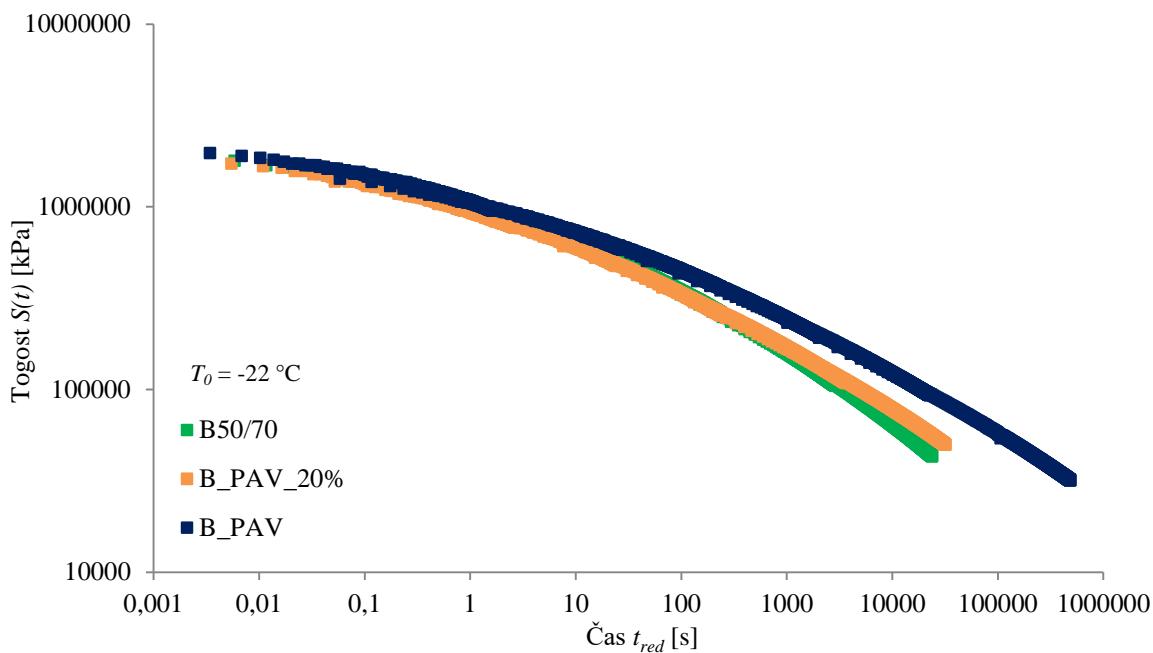
Temperatura meritev [°C]	PP			Nestaran bitumen				Starani bitumen				
	PP koncentracija [%]	100	0	3	5	10	20	0	3	5	10	20
-4 °C	-	-	-	-	-	-	-	0,0005	0,0003	0,0005	0,0003	-
-10 °C	-	0,01	0,0065	0,006	0,0075	0,008	0,0105	0,0058	0,01	0,0055	0,0075	
-16 °C	-	0,083	0,075	0,08	0,07	0,1	0,12	0,055	0,1	0,049	0,065	
-22 °C	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	
-28 °C	12	11	12	11,5	10	21	8,5	8	10	10,5	9,5	
-34 °C	159	85	170	162	130	170	145	45	88	82	91	

Z metodo najmanjših kvadratov smo določili aktivacijsko energijo iz Arreniusove enačbe (preglednica 19). Vrednosti aktivacijske energije so bile med seboj presenetljivo podobne, tako med nestaranimi kot tudi med staranimi bitumni. Poleg tega pri dodatku pomlajevalca ni bilo opaznega znižanja aktivacijske energije, kar smo opazili pri meritvah pri višjih temperaturah (glej preglednico 14). So pa vrednosti aktivacijske energije za nestarane bitumne v nizkotemperaturnem območju višje kot pri višjih temperaturah. Za lažjo primerjavo so rezultati meritv, opravljenih pri višjih temperaturah, podani v preglednici 19. Pri staranem bitumnu je razvidno, da imata vzorca s 3 % in 5 % pomlajevalca podobne aktivacijske energije v obeh temperaturnih področjih, vzorca z 10 % in 20 % pomlajevalca pa imata višje vrednosti aktivacijske energije v nizkotemperaturnem območju.

Preglednica 19: Aktivacijska energija E_a preiskovanih vzorcev, določena na podlagi BBR meritv

Table 19: Activation energy E_a for researched samples from BBR measurements

PP koncentracija [%]	PP			Nestaran bitumen				Starani bitumen			
	100	0	3	5	10	20	0	3	5	10	20
E_a [kJ] – BBR	210,88	198,71	221,18	221,05	212,93	217,94	222,28	216,22	218,03	226,95	206,24
E_a [kJ] – DSR (preglednica 14)	127,80	166,21	162,06	161,90	158,25	149,45	212,62	214,45	209,33	203,12	185,91



Slika 63: Primerjava spektrov togosti za nestaran in staran bitumen in staran bitumen z 20 % pomlajevalca

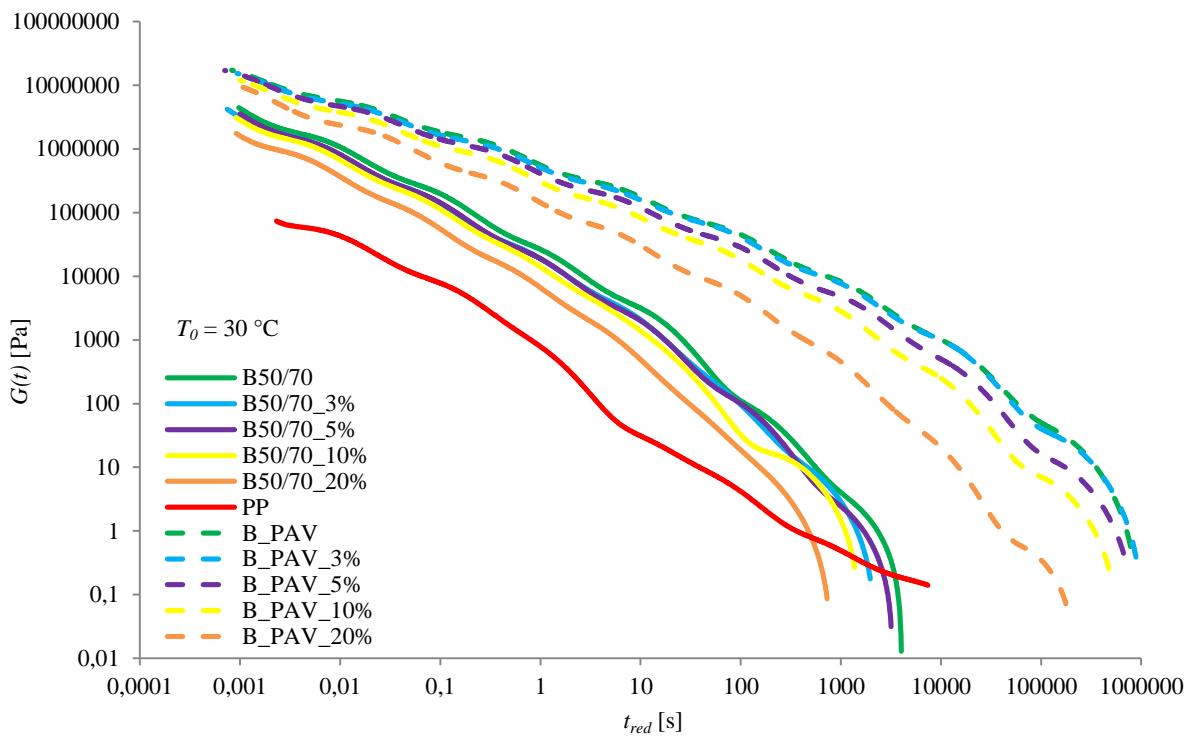
Figure 63: Stiffness master curve for non-aged and aged bitumen and aged bitumen with 20% of rejuvenator

Na sliki 63 so prikazane sestavljeni krivulje togosti nestaranega in staranega bitumna z največjo količino pomlajevalca (B_PAV_20 %). Zaradi staranja je bitumen otrdel, saj ima večjo togost, predvsem pri daljših časih. Krivulja staranega bitumna je za eno dekado daljša, saj smo meritve opravili tudi pri temperaturi -4°C , kar pri ostalih dveh vzorcih ni bilo možno. Vidimo, da se je krivulja B_PAV_20 % zelo približala krivulji nestaranega bitumna.

6.5 Rezultati interkonverzije

V prejšnjih poglavjih smo prikazali rezultate DSR in BBR meritev. Določili smo frekvenčno odvisna strižna modula $G'(\omega)$ in $G''(\omega)$ in časovno odvisno togost $S(t)$.

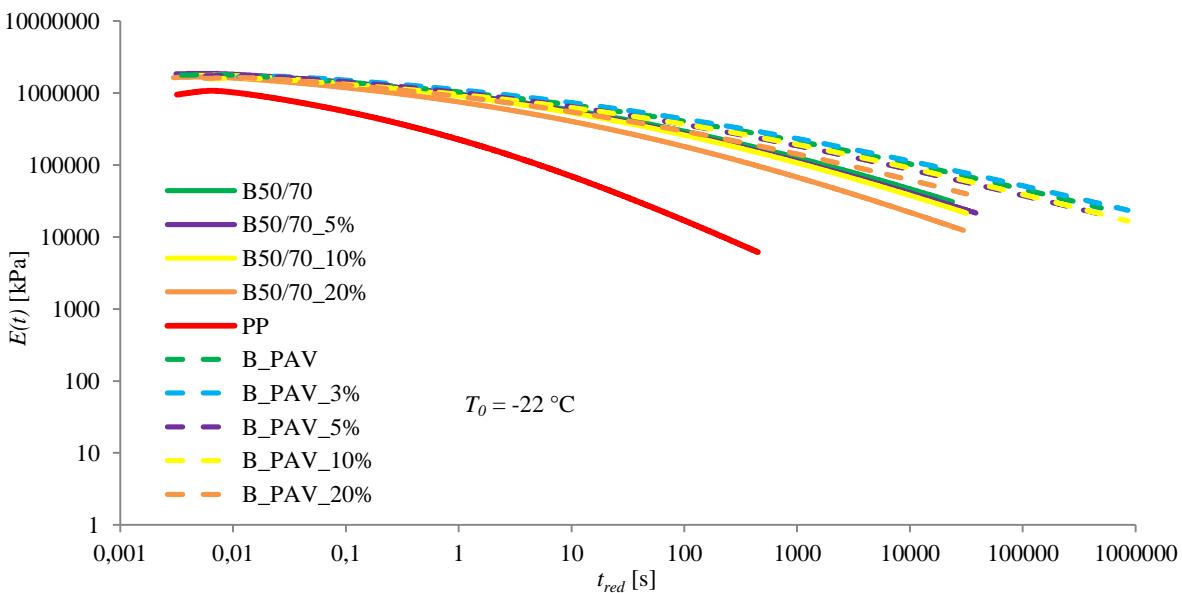
S pomočjo Schwarzlove enačbe (enačba 37) smo dinamična modula $G'(\omega)$ in $G''(\omega)$ interkonvertirali v statični strižni relaksacijski modul $G(t)$. Tako smo pridobili podatke o novi materialni funkciji brez dodatnih meritev. Na sliki 64 so prikazani moduli $G(t)$. Vidimo, da so se moduli zaradi staranja povišali. Vpliv pomlajevalca je opazen tako pri nestaranih kot tudi pri staranih bitumnih, saj se je z naraščanjem količine pomlajevalca $G(t)$ zniževal.



Slika 64: Statični strižni relaksacijski modul $G(t)$

Figure 64: The relaxation modulus $G(t)$

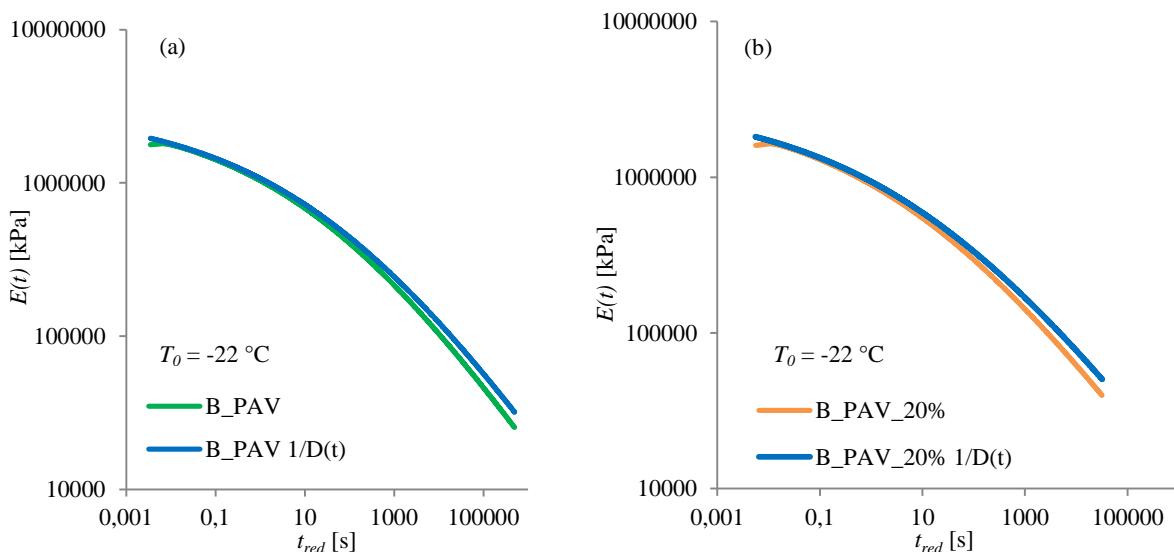
Na podlagi izračunane statične enoosne volnosti lezenja $D(t)$ (enačba 97) smo določili statični enoosni relaksacijski modul $E(t)$ (slika 65). Interkonverzijo $D(t)$ v $E(t)$ smo izvedli z enačbami 39–41. Enako kot prej vidimo, da so se moduli $E(t)$ zaradi staranja zvišali, vendar pa je razlika med nestaranimi in staranimi vzorci majhna. Pomlajevalec zniža vrednosti modula in vzorec B_PAV_20% skoraj doseže prvotne vrednosti modula nestaranega bitumna.



Slika 65: Statični enoosni relaksacijski modul $E(t)$

Figure 65: The relaxation modulus $E(t)$

Preverili smo tudi rezultate, ki bi jih dobili z njenostavnejšo interkonverzijo, ki temelji na kvazi elastični odvisnosti: $E(t)D(t) \approx 1$ (enačba 38). Z uporabo te enačbe in enačbe 97 je rezultat $E(t)$ kar togost $S(t_{red})$. Vidimo (slika 66), da kot rezultat kvazi elastične metode dobimo višje vrednosti modulov. Razlike med moduli se večajo z daljšanjem časa, hkrati pa so nekoliko manjše pri mehkejših vzorcih, to so nestarani vzorci in vzorci s pomlajevalcem. Rowe je v svojem delu opozoril na napake, ki nastanejo pri taki interkonverziji [113]. Vendar lahko rečemo, da so rezultati primerni za hitro oceno, saj je njihov izračun neprimerno lažji kot interkonverzija z uporabo Hopkins–Hammingovega algoritma.



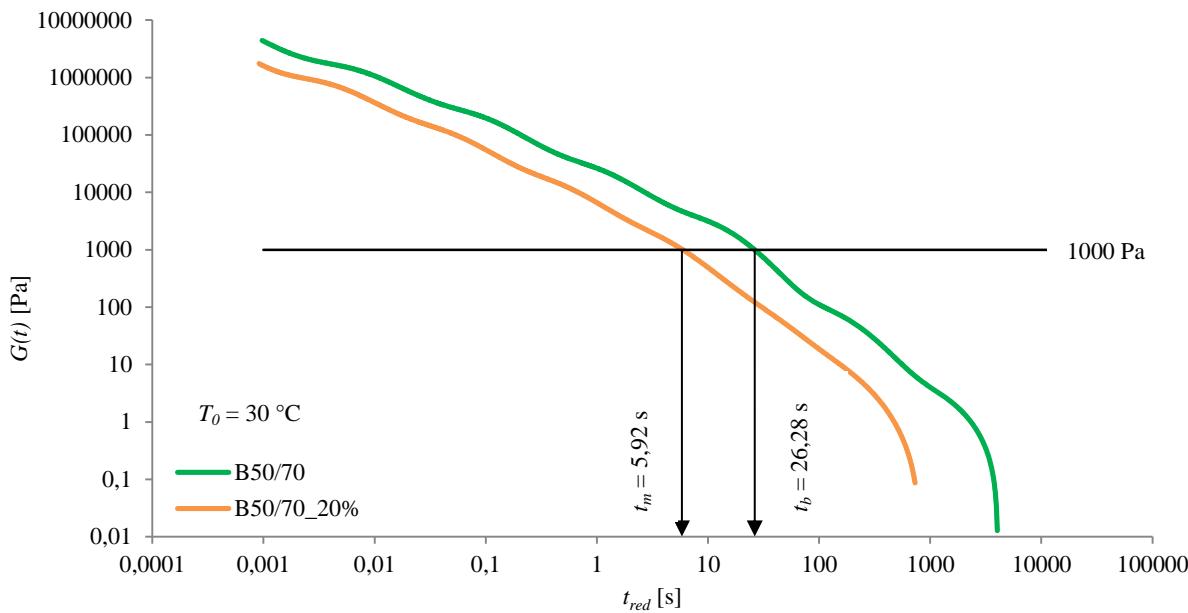
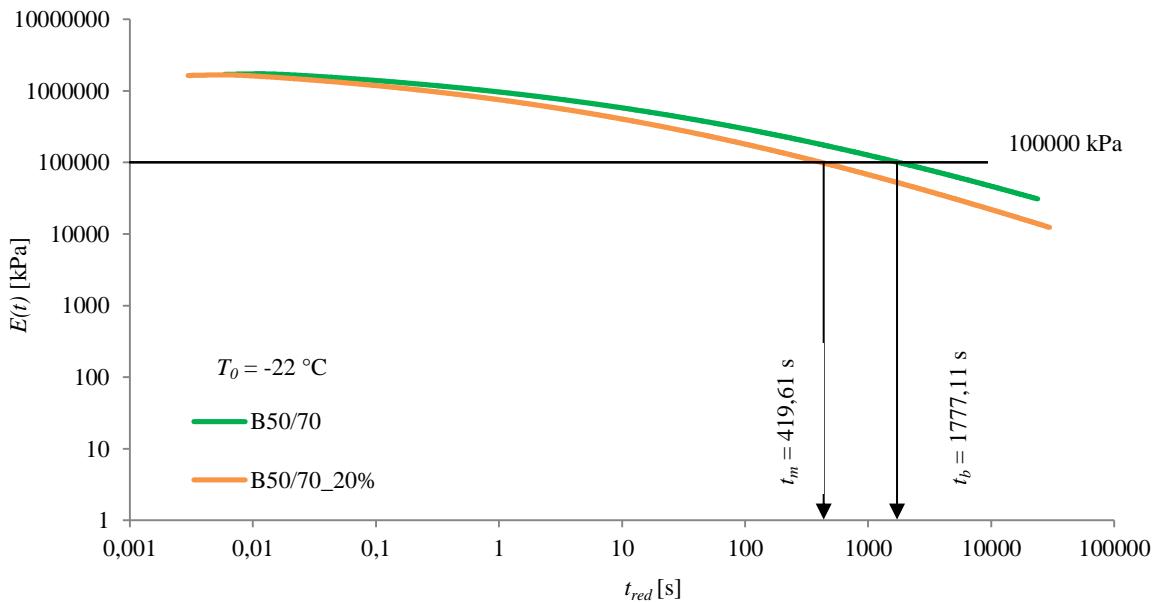
Slika 66: Statični enosni relaksacijski modul $E(t)$ izračunan na podlagi kvazi elastični odvisnosti za vzorca (a) B_PAV in (b) B_PAV_20%

Figure 66 The relaxation modulus $E(t)$ calculated on basis of quasi-elastic interrelationship for samples (a) B_PAV and (b) B_PAV_20%

Po izračunu relaksacijskih spektrov $G(t)$ in $E(t)$ smo rezultate uporabili za analizo časovne stabilnosti. V analizi smo primerjali čase, v katerih je vzorec dosegel določeno vrednost relaksacije. Faktorji časovne stabilnosti, TS_G in TS_E , so določeni z uporabo enačbe 42:

$$TS_{G/E} = t_m/t_b, \quad (42)$$

kjer je t_b oz. t_m čas, potreben, da osnovni oz. modificirani bitumen doseže poljubno predhodno določeno vrednost relaksacijskega modula. Poljubno izbrana modula sta bila v našem delu izbrana na sredini podatkovnega razpona pri $G(t)=1$ kPa in $E(t)=100000$ kPa. S faktorjem časovne stabilnosti opredelimo, koliko več ali manj je potrebno, da v procesu relaksacije po obremenitvi modificiran bitumen doseže enake vrednosti modulov kot osnovni bitumen [111]. Na slikah 67 in 68 je prikazano, kako smo odčitali t_b in t_m za vzorca B50/70 in B50/70_20%.

Slika 67: Določitev časov t_b in t_m pri $G(t) = 1000$ Pa za vzorca B50/70 in B50/70_20%Figure 67: Determination of times t_b in t_m at $G(t) = 1000$ Pa for samples B50/70 and B50/70_20%Slika 68: Določitev časov t_b in t_m pri $E(t) = 100000$ Pa za vzorca B50/70 in B50/70_20%Figure 68: Determination of times t_b in t_m at $E(t) = 100000$ Pa for samples B50/70 and B50/70_20%

Vrednosti časov, pri katerih so bile dosežene izbrane vrednosti, so zapisane v preglednici 20. V preglednici 21 so zapisane vrednosti izračunanih faktorjev časovne stabilnosti. Skoraj vsi faktorji so manjši od ena, kar pomeni, da je dodani pomlajevalec skrajšal relaksacijski čas. Nadalje vidimo, da so se pri zviševanju koncentracije pomlajevalca faktorji časovne stabilnosti zmanjševali. Pri vseh vzorcih so bili faktorji TS_E večji kot faktorji TS_G . To kaže na hitrejši relaksacijski proces pri višjih temperaturah. Časovni faktorji nestaranih in staranih vzorcev so si bili v nizkotemperaturnem območju podobni (TS_E), kar pomeni, da je bil vpliv staranja v tem območju manj očiten.

Preglednica 20: Časi t_b in t_m pri $G(t) = 1000$ Pa in $E(t) = 100000$ kPa, določeni s pomočjo slik 67 in 68

Table 20: Times t_b in t_m at $G(t) = 1000$ Pa and $E(t) = 100000$ kPa, determined from Figures 67 in 68

t [s]	Nestaran bitumen					Starani bitumen					PP
	0	3	5	10	20	0	3	5	10	20	
Koncentracija PP [%]	0	3	5	10	20	0	3	5	10	20	100
$G(t) = 1000$ Pa	26,28	17,54	17,49	13,17	5,93	10073,43	9956,58	4722,36	2427,62	441,18	0,80
$E(t) = 100000$ kPa	1777,11	1544,86	1344,27	1180,11	419,61	11158,22	14667,03	6559,08	7592,88	2733,27	5,21

Preglednica 21: Faktorji časovne stabilnosti nestaranega in staranega bitumna z dodanim pomlajevalcem

Table 21: Time stability factors for non-aged and aged bitumen with addition of PP

Koncentracija PP [%]	Nestaran bitumen				Starani bitumen				20
	3	5	10	20	3	5	10	20	
TS_G	0,67	0,67	0,50	0,23	0,99	0,47	0,24	0,04	
TS_E	0,87	0,76	0,66	0,24	1,31	0,59	0,68	0,24	

6.6 Rezultati testa lezenja in obnove

Testi lezenja in obnove so znotraj LVO nedestruktivni testi, ki smo jih izvedli v dveh fazah. V prvi fazi, faza lezenja, smo vzorec obremenili s strižno napetostjo, ki smo jo v drugi fazi, faza obnove, v trenutku odstranili. Merili smo odziv časovno odvisne strižne deformacije $\gamma(t)$. Funkcija deformacije je bila aproksimirana s šestparametrskim modelom, sestavljenim iz zaporedno vezanih dveh Kelvin-Voight modelov in enega Maxwellovega modela. Uporaba preprostejšega štiriparametrskega Burgersovega modela ni dovolj natančno opisala poteka deformacije. Strižno deformacijo $\gamma(t)$ smo na podlagi enačbe 60 pretvorili v voljnost:

$$J(t) = \frac{\gamma(t)}{\tau_c}, \quad (60)$$

kjer je τ_c uporabljena strižna napetost. Pri različnih napetostih so se odzivi $J(t)$ prekrivali in tako smo določili LVO, znotraj katerega smo izvedli teste. Z metodo najmanjših kvadratov smo določili parametre odziva $J(t)$ v fazi lezenja, določenega z enačbo:

$$J(t) = \frac{t}{\eta_0} + J_0 + \sum_{i=1}^2 J_i [1 - e^{(-t/\lambda_{ret,i})}] \quad (61)$$

in v fazi obnove z enačbo:

$$J(t) = \frac{t_1}{\eta_0} + \sum_{i=1}^2 J_i e^{(-(t-t_1)/\lambda_{rel,i})}. \quad (62)$$

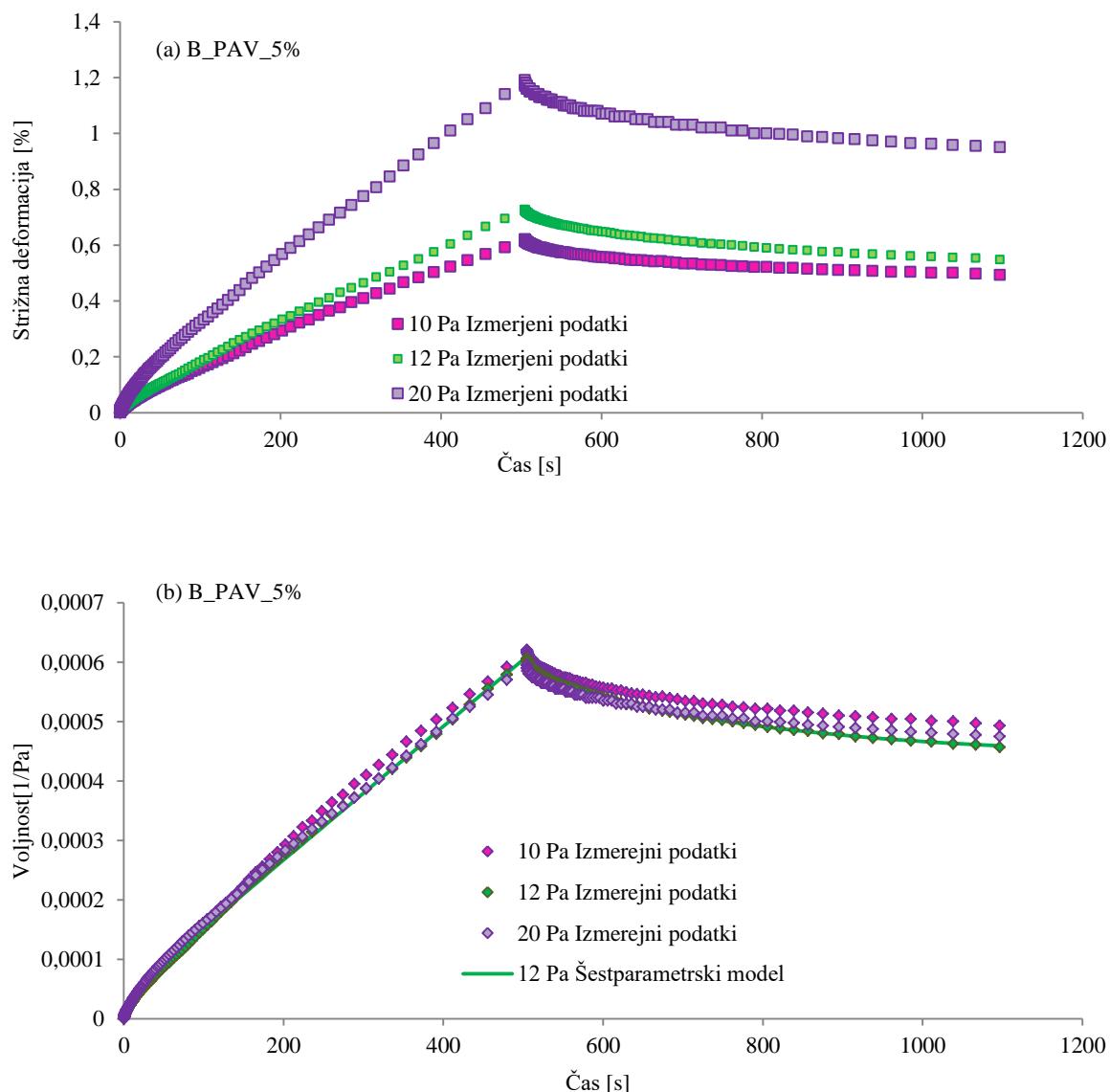
V preglednici 22 so zapisani statistični parametri ovrednotenja izbranega šestparametrskega modela. Ujemanje med izmerjenimi in napovedanimi vrednostmi voljnosti je boljše v fazi lezenja, kjer sta SSR in NMSE blizu nič, R_i pa je blizu ena za vse vzorce. V fazi lezenja so razlike med izmerjenimi in napovedanimi vrednostmi večje, še posebej pri večjem dodatku pomlajevalca (10 % in 20%).

Preglednica 22: Natančnost mehanskega modela lezenja in obnove za napoved voljnosti

Table 22: The accuracy of the creep and recovery mechanical models for prediction of compliance

	B50/70	B50/70_3 %	B50/70_5 %	B50/70_10 %	B50/70_20 %	B_PA V	B_PAV_3 %	B_PAV_5 %	B_PAV_10 %	B_PAV_20 %	PP
Lezenje	SSR	2,1486	0,5506	3,9928	14,2105	2,9581	0,1070	0,5713	0,6930	2,2165	4,6300
	NMSE	0,0007	0,0004	0,0005	0,0007	0,0008	0,0005	0,0022	0,0011	0,0091	0,0185
	Ri	1,0569	1,0115	0,9907	0,8745	0,9515	1,0026	1,0289	1,0482	0,9098	0,7577
Obnova	SSR	0,0306	0,0071	0,0123	0,0202	0,0193	0,0178	0,0040	0,0004	0,0004	0,0008
	NMSE	0,0002	0,0000	0,0001	0,0001	0,0001	0,0001	0,0000	0,0000	0,0000	0,0029
	Ri	0,9860	0,9955	0,9949	1,0110	1,0107	1,0104	0,9953	1,0000	1,0000	1,0320

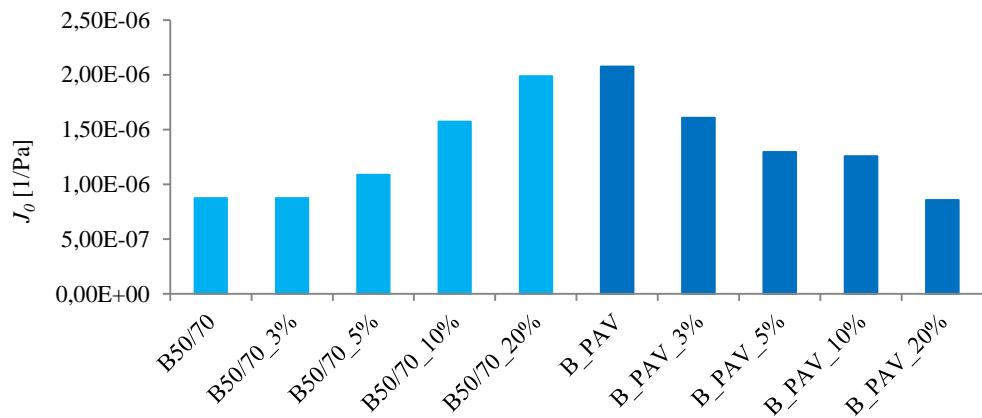
Na sliki 69 (b) vidimo, da so bile meritve izvedene znotraj LVO, saj so se odzivi voljnosti $J(t)$ prekrivali in se niso spremenjali z naraščajočo τ_c . Na sliki 69 je prikazano tudi ujemanje med izmerjenimi rezultati in vrednostmi, napovedanimi s pomočjo šestparametrskega modela.



Slika 69: Mehanski model testa lezenja in obnove za vzorec B_PAV_5%: (a) $\gamma(t)$ in (b) $J(t)$ glede na naraščajočo strižno napetost

Figure 69: Mechanical creep and recovery model for B_PAV_5%: (a) $\gamma(t)$ and (b) $J(t)$ response to increasing shear stress

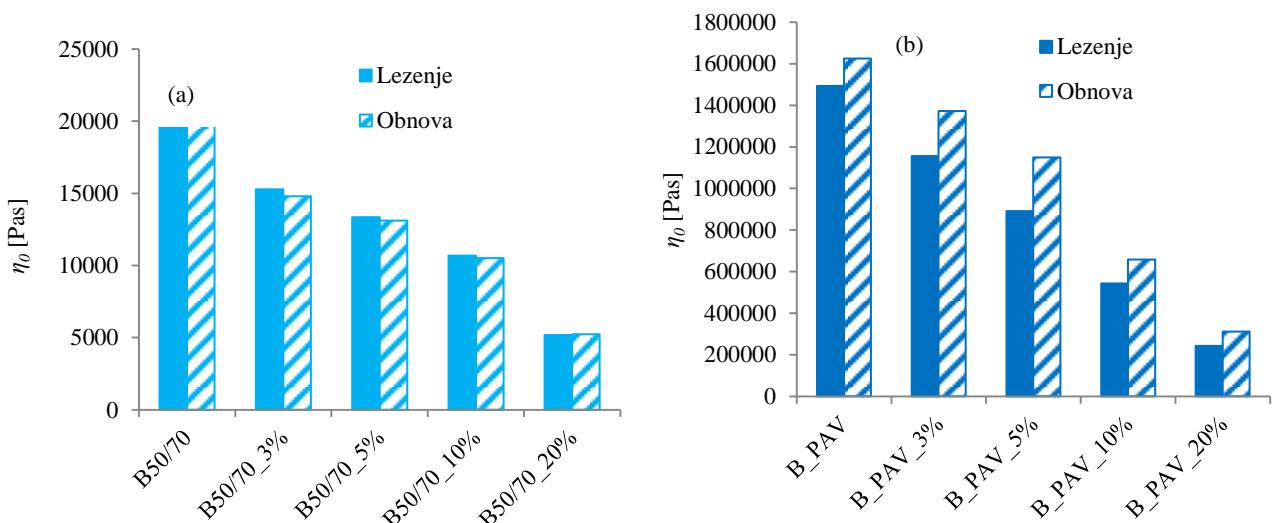
V preglednici 23 so prikazani parametri modela, ki smo ga uporabili za napovedi obnašanja pri testu lezenja in obnove. Trenutni elastični odziv J_0 je parameter, ki opredeli elastično deformabilnost materiala. Za materiale, ki ne tečejo, je vrednost J_0 blizu nič, kar pomeni, da je material absolutno tog [93]. Rezultati pokažejo, da naši vzorci pri 40 °C niso izkazovali strukture tekočine, ker je bil J_0 zelo majhen za vse testirane vzorce; nekoliko večje vrednosti smo opazili samo pri čistem pomlajevalcu. J_0 se je zviševal z dodajanjem pomlajevalca pri nestaranem bitumnu. Pri staranem bitumnu se je J_0 zniževal z večanjem količine pomlajevalca, kar pomeni, da je staran bitumen z dodatkom pomlajevalca postajal manj tog. Na sliki 70 je prikazana spremembra trenutnega elastičnega odziva bitumna (nestaranega in staranega) po dodatku pomlajevalca.



Slika 70: Trenutni elastični odziv J_0 za referenčni bitumen in vse modificirane vzorce bitumna

Figure 70: The instantaneous compliance, J_0 , for reference bitumen and modified bitumen samples

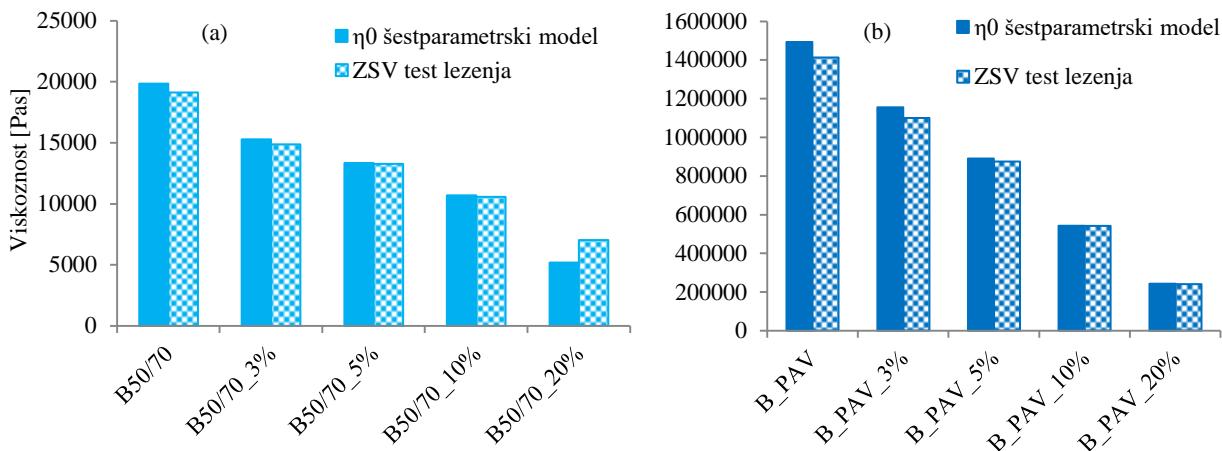
Dušilka v Maxwellovem modelu predstavlja viskozni odziv modela η_0 (slika 71), ki se je po staranju precej zvišal, saj se je povečal del trdne faze v bitumnu zaradi oksidacije in izhlapevanja (procesi staranja). Pri nestaranih vzorcih je vrednost η_0 podobno velika tako v fazi lezenja kot tudi v fazi obnove. Po drugi strani pa pri staranih vzorcih vidimo, da je η_0 večja v fazi lezenja kot v fazi obnove. Ko smo dodajali pomlajevalec, se je vrednost η_0 zniževala.



Slika 71: Viskozni odziv modela η_0 za (a) nestaran bitumen in (b) staran bitumen

Figure 71: The viscosity response of the model, η_0 , for (a) non-aged bitumen and (b) aged bitumen

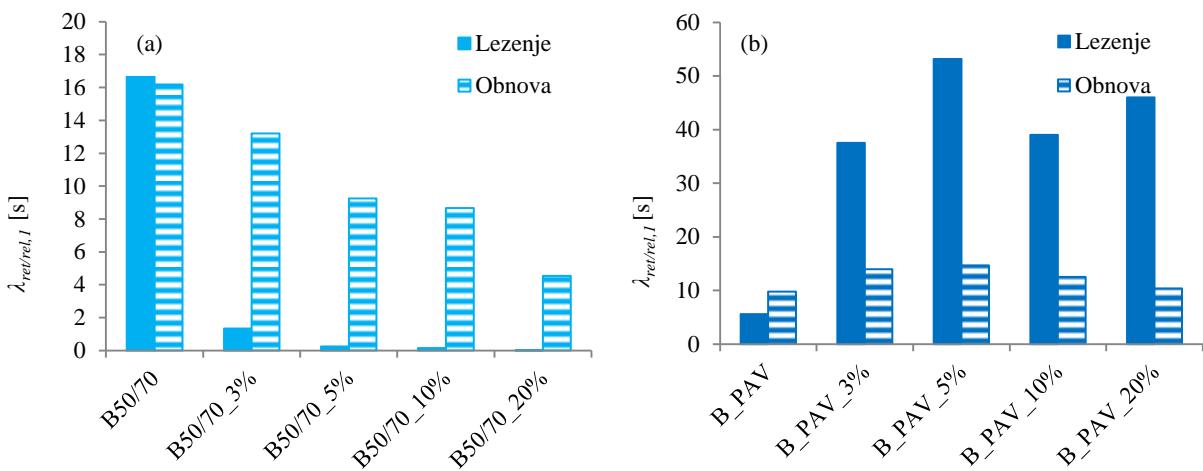
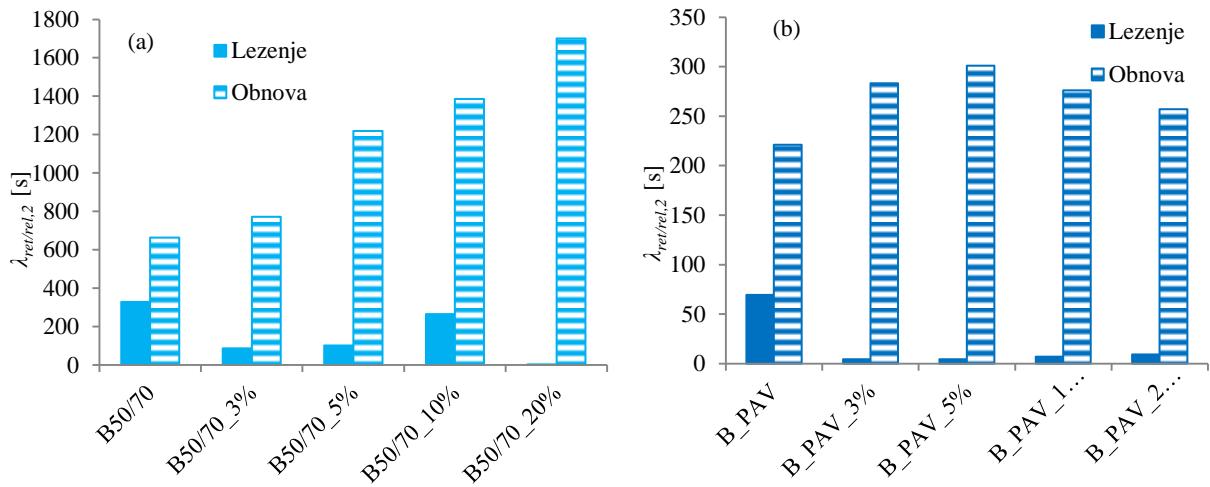
Na sliki 72 je prikazana primerjava med viskoznim odzivom v fazi lezenja, določenega s šestparametrskim modelom, in med nično strižno viskoznostjo ZSV, določeno pri testu lezenja (preglednica 28). Vidimo, da se vrednosti ujemata, pri čemer je ujemanje z večanjem deleža pomlajevalca še naraščalo.



Slika 72: Viskozni odziv šestparametrskega modela η_0 in ZSV, določena pri testu lezenja za (a) nestaran bitumen in (b) staran bitumen

Figure 72: The viscosity response of the six-parameters model, η_0 , and the ZSV determined at the creep test for (a) non-aged bitumen and (b) aged bitumen

Za viskoelastične materiale velja, da je njihov elastični odziv časovno zakasnjen. To je ovrednoteno z retardacijskim in relaksacijskim časom (sliki 73 in 74). Retardacija je zapozneli odziv na strižno napetost in jo lahko opišemo kot "elastično zapoznelost". Relaksacija je proces, ki poteka v fazi obnove po vsiljeni deformaciji [93]. V primeru nestaranega bitumna smo opazili, da so bile vrednosti retardacijskih oziroma relaksacijskih časov, ki jih ponazarjata parametra Kelvin-Voight modela, $\lambda_{ret/rel,1}$ in $\lambda_{ret/rel,2}$, v primerjavi s staranim bitumnom, manjše. Z dodatkom pomlajevalca se je retardacijski čas $\lambda_{ret,1}$ nestaranega bitumna krajšal, pri staranemu bitumu pa se je $\lambda_{ret,1}$ z dodatkom pomlajevalca najprej podaljšal (vzorca B_PAV_3% in B_PAV_5%), nato pa se je $\lambda_{ret,1}$ pri višjih koncentracijah pomlajevalca (B_PAV_10% in B_PAV_20%) skrajšal, še vedno pa je ostal daljši kot pri nemodificiranemu staranemu bitumu (B_PAV). Retardacijski čas $\lambda_{ret,2}$ se je z dodatkom pomlajevalca spremenjal, vendar je v splošnem za modificirane vzorce v primerjavi z nemodificiranim ostal krajši. Podoben trend kot pri retardacijskem času $\lambda_{ret,1}$ smo opazili tudi pri relaksacijskem času $\lambda_{rel,1}$. Pri vzorcih nestaranega bitumna se je le-ta z dodajanjem pomlajevalca skrajševal, pri staranemu bitumu pa se je v splošnem skrajšal glede na nemodificiran bitumen, vendar se je njegova vrednost spremenjala z različnimi koncentracijami dodanega pomlajevalca. Relaksacijski čas $\lambda_{rel,2}$ se je pri nestarianih vzorcih z dodatkom pomlajevalca podaljšal, prav tako se je podaljšal pri staranih vzorcih, ki smo jim dodali pomlajevalce.

Slika 73: Retardacijski/relaksacijski čas $\lambda_{ret/rel,1}$ za (a) nestaran bitumen in (b) staran bitumenFigure 73: The retardation/relaxation time $\lambda_{ret/rel,1}$ for (a) non-aged bitumen and (b) aged bitumenSlika 74: Retardacijski/relaksacijski čas $\lambda_{ret/rel,2}$ za (a) nestaran bitumen in (b) staran bitumenFigure 74: The retardation/relaxation time $\lambda_{ret/rel,2}$ for (a) non-aged bitumen and (b) aged bitumen

Preglednica 23: Parametri mehanskega modela lezenja in obnove

Table 23: Mechanical model parameters for describing creep and recovery behavior

	B50/70	B50/70_3 %	B50/70_5 %	B50/70_10 %	B50/70_2 0%	B_PAV	B_PAV_3 %	B_PAV_5 %	B_PAV_1 0%	B_PAV_2 0%	PP
Lezenje	τ_c [Pa]	0.3	0.25	0.2	0.2	0.1	20	20	12	8	3
	J_0 [1/Pa]	8,74E-07	8,74E-07	1,09E-06	1,57E-06	1,99E-06	2,07E-06	1,61E-06	1,29E-06	1,26E-06	8,56E-07
	η_0 [Pa s]	19843	15287	13355	10689	5195	1493661	1156101	891346	543369	243369
	G_1 [Pa]	5190	30498	50107	89329	126541	104497	26926	36895	57160	70160
	η_1 [Pa s]	98661	40923	12598	13967	621	582856	1009889	1961577	2229814	3229814
	J_1 [1/Pa]	1,93E-04	3,28E-05	2,00E-05	1,12E-05	7,90E-06	9,57E-06	3,71E-05	2,71E-05	1,75E-05	1,43E-05
	G_2 [Pa]	989	740	621	596	3001	23707	69341	67921	42094	32094
	η_2 [Pa s]	323940	64589	62561	158154	9380	1644023	301053	301054	301054	36179
	J_2 [1/Pa]	1,01E-03	1,35E-03	1,61E-03	1,68E-03	3,33E-04	4,22E-05	1,44E-05	1,47E-05	2,38E-05	3,12E-05
	λ_1 [s]	19,01	1,34	0,25	0,16	0,005	5,58	37,51	53,17	39,01	46,04
Obnova	λ_2 [s]	327,71	87,28	100,73	265,41	3,13	69,35	4,34	4,43	7,15	9,38
	η_0 [Pa s]	20288	14800	13100	10503	5226	1623929	1371528	1147732	657256	311302
	G_1 [Pa]	5302	8326	10788	18978	26950	60409	47909	41091	31217	14567
	η_1 [Pa s]	85731	109960	99710	164219	122405	591961	669166	603119	390651	151215
	J_1 [1/Pa]	1,89E-04	1,20E-04	9,27E-05	5,27E-05	3,71E-05	1,66E-05	2,09E-05	2,43E-05	3,20E-05	6,86E-05
	G_2 [Pa]	722	2000	1862	2814	4248	15680	9766	7200	5959	2173
	J_2 [1/Pa]	1,38E-03	5,00E-04	5,37E-04	3,55E-04	2,35E-04	6,38E-05	1,02E-04	1,39E-04	1,68E-04	4,60E-04
	η_2 [Pa s]	479134	1542779	2269661	3898565	7223277	3467053	2766986	2166829	1645102	558374
	λ_1 [s]	16,17	13,21	9,24	8,65	4,54	9,80	13,97	14,68	12,51	10,38
	λ_2 [s]	663,44	771,39	1218,74	1385,61	1700,36	221,11	283,33	300,94	276,09	256,92
											200,00

6.7 Uporaba reoloških modelov

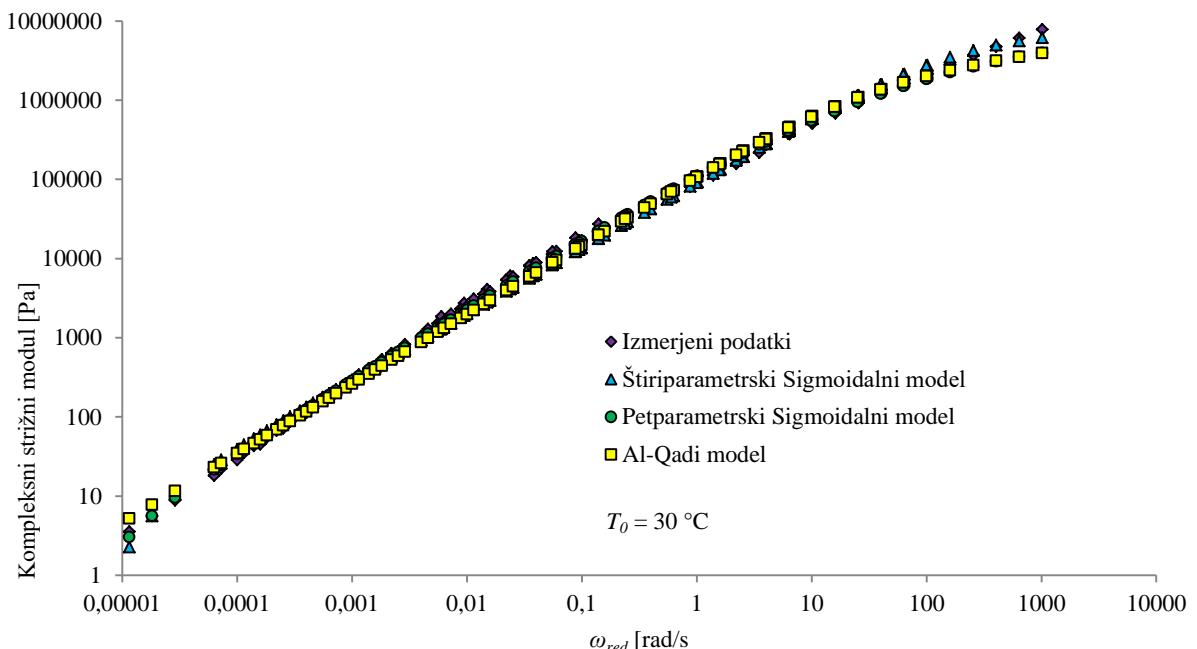
Preverili smo, kako uspešno so reološki modeli napovedali lastnosti nestaranega in staranega bitumna (čistega in modificiranega s pomlajevalcem). Sestavljeni mehanske spektre smo aproksimirali z različnimi modeli. Kompleksni strižni modul, G^* , izmerjen v srednje- in visokotemperaturnem območju, smo napovedali z uporabo Sigmoidalnega in Al-Qadi modela. V preglednici 24 so zapisane napake, ki so pri tem nastale. Glede na SSR parameter je bil najbolj natančen petparametrski Sigmoidalni model, najmanj natančen pa Al-Qadi model. Najbolj natančen model po NMSE je standardni štiriparametrski Sigmoidalni model. Parameter R_i pa je pokazal, da je najbolj natančen petparametrski Sigmoidalni model. Pri uporabi Al-Qadi modela nastanejo največje razlike med napakami pri napovedih za nestarane in starane bitumne. Čeprav napovedi kompleksnega strižnega modula Al-Qadi modela niso bile med najboljšimi, pa se je zelo dobro obnesel pri napovedovanju faznega zamika.

Preglednica 24: Natančnost modela za napovedovanje kompleksnega stržnega modula in faznega zamika

Table 24: The accuracy of the models for predictions of complex modulus and phase angle

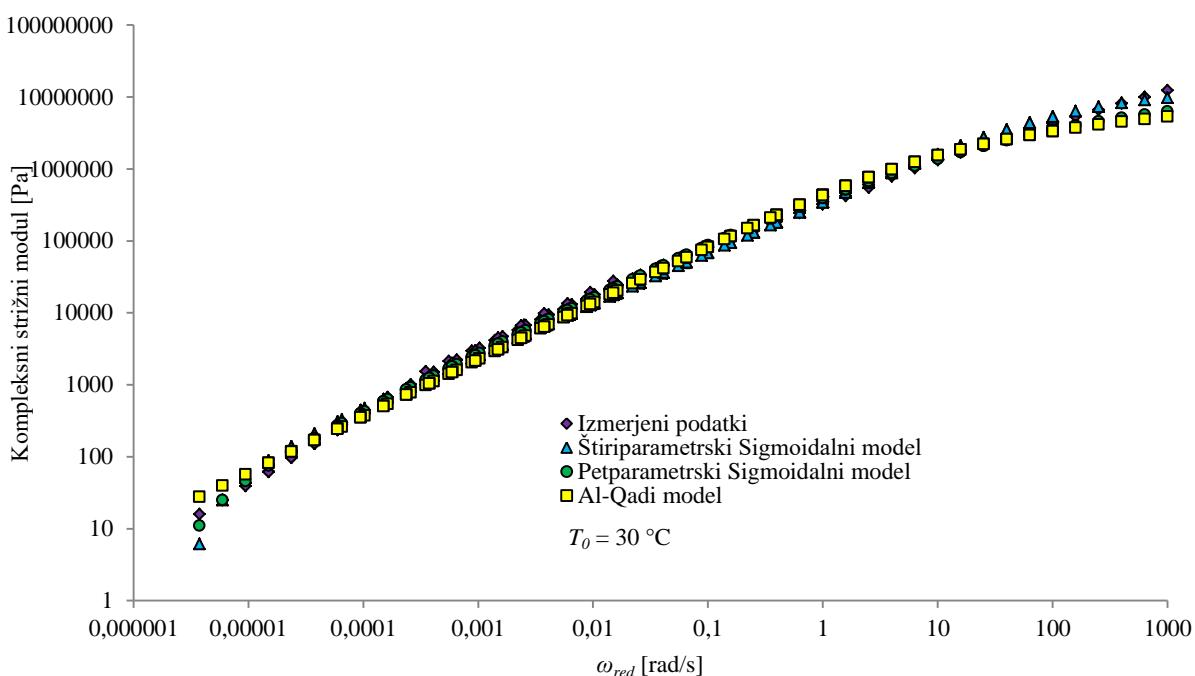
	B50/70	B50/70_3%	B50/70_5%	B50/70_10%	B50/70_20%	B_PAV	B_PAV_3%	B_PAV_5%	B_PAV_10%	B_PAV_20%	PP
Sigmoidal 4 parameter	SSR	3,9566	4,3653	3,8722	3,5773	2,7773	3,2655	5,1212	4,8658	5,2137	5,1871
	NMSE	0,2473	0,3222	0,3159	0,3303	0,3873	0,1425	0,1442	0,1705	0,1616	0,2056
	R _i	0,9665	0,9662	0,9707	0,9734	0,9790	0,9759	0,9620	0,9636	0,9617	0,9627
Sigmoidal 5 parameter	SSR	2,0391	2,3354	2,1104	1,8686	1,4486	2,4024	2,8090	2,8104	2,7702	2,5622
	NMSE	1,8123	2,8105	2,3730	2,3533	2,4420	0,9077	1,0321	1,1282	1,1650	1,4445
	R _i	0,9738	0,9744	0,9768	0,9792	0,9833	0,9730	0,9690	0,9694	0,9694	0,9718
Al-Qadi	SSR	4,0093	4,8186	4,0630	3,9802	2,8137	8,4141	9,2161	8,5154	8,2746	6,8379
	NMSE	1,6692	2,7092	2,1789	2,3258	2,2686	1,8104	2,0443	1,9589	1,9387	2,0332
	R _i	0,9586	0,9565	0,9637	0,9644	0,9746	0,9245	0,9174	0,9237	0,9259	0,9388
Al-Qadi delta	SSR	0,0221	0,0246	0,0222	0,0287	0,0383	0,0445	0,0531	0,0324	0,0583	0,0397
	NMSE	0,0002	0,0002	0,0002	0,0002	0,0003	0,0003	0,0004	0,0003	0,0005	0,0003
	R _i	0,9997	0,9994	0,9998	0,9996	0,9995	0,9994	0,9986	0,9992	0,9994	0,9985

Na slikah 75 in 76 so prikazane modelske napovedi kompleksnega stržnega modula za nestaran bitumen in vzorec B_PAV_20%. Do največjih razlik med napovedanimi in izračunanimi vrednostmi je prišlo pri najnižjih in najvišjih frekvencah. Vidimo tudi, da so se rezultati petparametrskega Sigmoidalnega modela, ki upošteva nesimetričnost krivulje, lepše ujeli z izmerjenimi vrednostmi kot štiriparametrskega modela. Pri napovedovanju faznega zamika je prišlo do največjih odstopanj v območju frekvenc med 0,001 rad/s in 1 rad/s (slika 77).



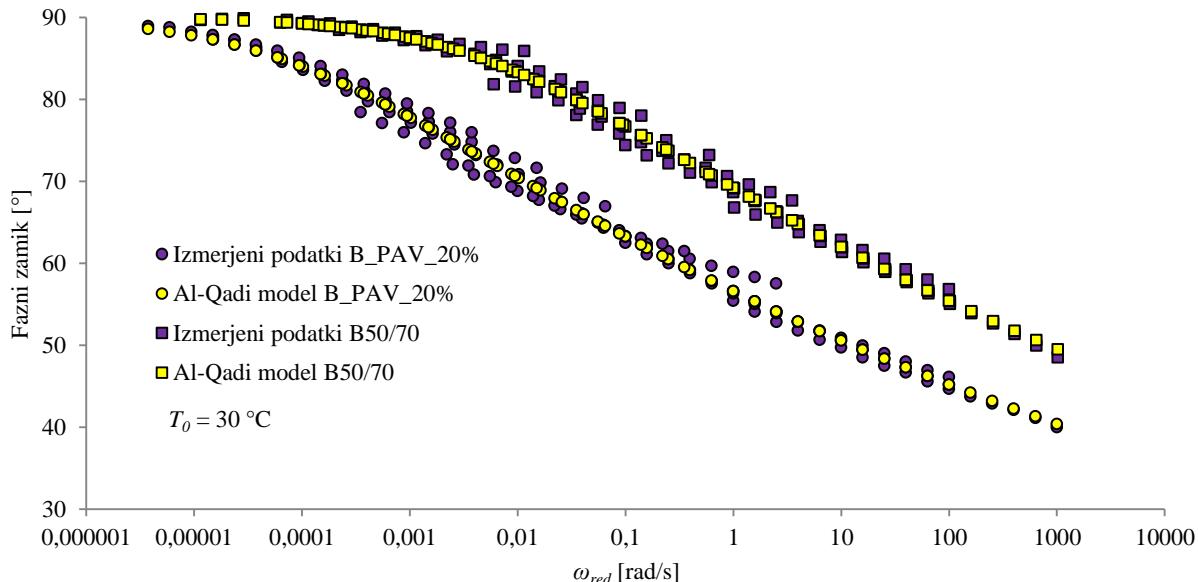
Slika 75: S pomočjo različnih modelov napovedane in izmerjene vrednosti kompleksnega stržnega modula za vzorec B50/70

Figure 75: Predicted and measured values of complex modulus for sample B50/70



Slika 76: S pomočjo različnih modelov napovedane in izmerjene vrednosti kompleksnega strižnega modula za vzorec B_PAV_20%

Figure 76: Predicted and measured values of complex modulus for sample B_PAV_20%



Slika 77: S pomočjo različnih modelov napovedane in izmerjene vrednosti faznega zamika za vzorca B50/70 in B_PAV_20%

Figure 77: Predicted and measured values of phase angle for samples B50/70 and B_PAV_20%

Parametre v enačbah različnih modelov (enačbe 63–66) smo določili z metodo najmanjših kvadratov in so predstavljeni v preglednici 25. Negativna vrednost parametra δ v obeh Sigmoidalnih modelih pomeni, da je kompleksni modul nizek pri nizkih frekvencah/visokih temperaturah, kar lahko vidimo na slikah 75 in 76. Majhna vrednost δ pomeni (pri nestaranem bitumnu), da so se vzorci obnašali kot viskoelastična tekočina [133]. Pri staranem bitumnu se je δ znatno povečal, kar kaže na prehod obnašanja vzorcev v smeri viskoelastičnih trdnih snovi. Z dodajanjem pomljevalca se je parameter δ

zniževal. Parameter β , ki narekuje položaj prevojne točke, se je pri staranih vzorcih glede na nestarane znižal, hkrati pa se je z dodajanjem pomlajevalca zviševal. To pomeni, da se je β znižal pri otrdelemu staranemu bitumnu in povišal po dodajanju pomlajevalca, ki zmehča bitumen. Vrednost parametra γ je bila konstantna tako za nestarane kot za starane bitumne. To pomeni, da dodajanje pomlajevalca ni imelo vpliva na naklon Sigmoidalnega modela. Največji vpliv pomlajevalca vidimo v znižanju parametra α , kar pomeni, da se je bitumen zmehčal, ko smo dodali pomlajevalce. V splošnem velja, da več kot smo dodali pomlajevalca, bolj se je znižala vrednost α . Rezultate potrjujejo tudi druge raziskave iz literature [97], [125]. Razlika med obema Sigmoidalnima modeloma je parameter χ , ki omogoča, da ima krivulja nesimetrično obliko. Rezultati kažejo, da ima parameter χ pomembno vlogo in ga zato ne smemo zanemariti, saj so njegove vrednosti različne od ena. Vrednosti parametra χ so bile pri vseh vzorcih podobne.

Parameter ω_0 pri Al-Qadi modelu lahko povežemo s parametrom β iz Sigmoidalnih modelov. Njegov trend je namreč sledil trendu β ; pri staranih bitumnih se je znižal in se zviševal pri dodajanju pomlajevalca.

Parametri Al-Qadi modela za napovedovanje faznega zamika so izkazovali nizke vrednosti, prav tako so bile razlike med njimi majhne.

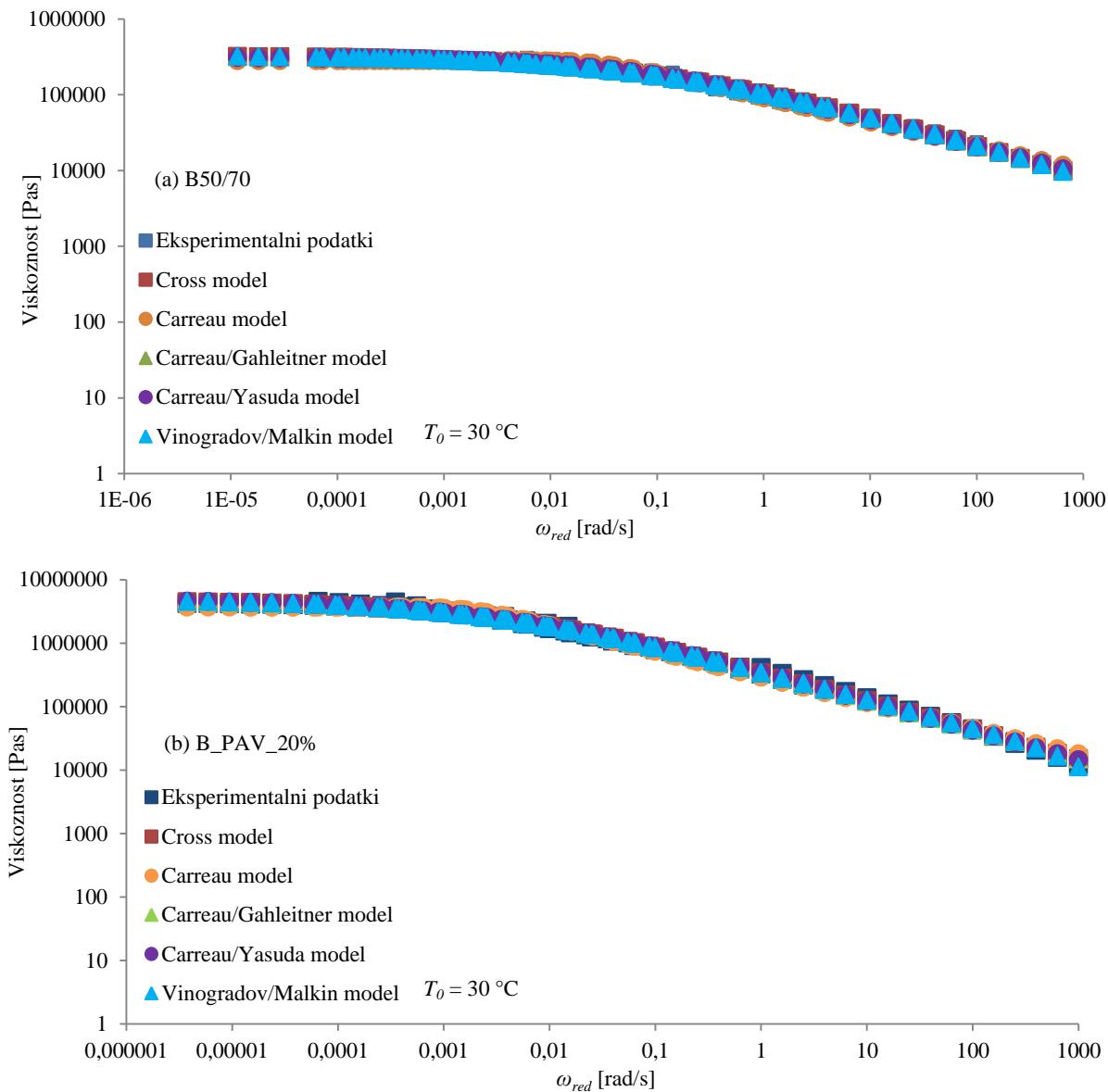
Preglednica 25: Parametri različnih modelov za napovedovanje kompleksnega modula in faznega zamika za vse vzorce

Table 25: Parameters of mathematical models for predictions of complex modulus and phase angle for non-aged and aged samples

	B50/70	B50/70_3 %	B50/70_5 %	B50/70_10 %	B50/70_20 %	B_PAV	B_PAV_3%	B_PAV_5%	B_PAV_10 %	B_PAV_20 %	PP
Sigmoidal 4 parameter	α	7,80E+06	7,13E+06	6,37E+06	6,04E+06	4,22E+06	2,05E+07	1,77E+07	1,87E+07	1,41E+07	1,23E+07
	β	4,45	4,66	4,51	4,66	4,91	2,88	2,79	3,05	3,02	3,55
	γ	-1,91	-1,91	-1,94	-1,96	-2,00	-1,34	-1,37	-1,42	-1,47	-1,64
	δ	-4,94	-4,96	-4,20	-3,95	-2,32	-386,93	-228,03	-162,99	-112,06	-42,44
Sigmoidal 5 parameter	α	7,80E+06	7,13E+06	6,37E+06	6,04E+06	4,22E+06	2,05E+07	1,77E+07	1,87E+07	1,41E+07	1,23E+07
	β	1,69	1,68	1,78	1,90	2,18	0,88	0,73	0,97	0,84	1,10
	γ	-0,91	-0,87	-0,94	-0,96	-1,03	-0,68	-0,65	-0,69	-0,69	-0,75
	δ	-1,95	-1,94	-1,65	-1,76	-0,91	-150,46	-120,61	-91,07	-56,71	-20,42
	χ	0,43	0,41	0,44	0,45	0,48	0,43	0,40	0,43	0,40	0,58
Al-Qadi	G_g [Pa]	1,00E+08	1,00E+08	1,00E+08	1,00E+08	1,00E+08	1,00E+08	1,00E+08	1,00E+08	1,00E+08	1,00E+08
	ω_0 [rad/s]	12,37	13,89	13,44	14,82	22,77	0,79	0,57	1,20	1,06	2,80
	v	0,88	0,88	0,89	0,90	0,91	0,69	0,70	0,70	0,73	0,79
	w	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,02	0,01	0,02	0,01	0,00
Al-Qadi delta	ω_0 [rad/s]	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
	v	0,57	0,50	0,47	0,52	0,60	0,58	0,61	0,67	0,73	0,55
	w	0,09	0,10	0,10	0,09	0,07	0,09	0,08	0,07	0,06	0,09

Napovedovanje oz. opisovanje viskoznosti vzorcev smo opredelili s petimi različnimi modeli. V preglednici 26 so prikazane napake, ki nastanejo pri posameznemu modelu. Parametra SSR in NMSE pokažeta znatne razlike med nestaranimi in staranimi vzorci, v prid napovedim viskoznosti prvih. Glede na SSR je najbolj natančen model Carreau/Yasuda model za nestaran bitumen in

Vinogradov/Malkin model za staran bitumen. Crossov in Carreau/Gahleitner model sta imela enako SSR napako, najslabše pa se je odrezal Carreau model. NMSE vrednosti so se malo razlikovale med posameznimi modeli. Glede na kriterij R_i je bil najboljši Carreau model, saj so bile vrednosti R_i precej nižje. Na sliki 78 so prikazane napovedi viskoznosti, izračunane s pomočjo različnih modelov za nestaran bitumen. Iz slike je razvidno, da so napovedi dobre, saj se izmerjeni in napovedani rezultati dobro ujemajo.



Slika 78: Napovedane in izmerjene vrednosti viskoznosti za vzorca (a) B50/70 in (b) B_PAV_20%

Figure 78: Predicted and measured values of viscosity for samples (a) B50/70 and (b) B_PAV_20%

Preglednica 26: Napake, nastale pri napovedovanju viskoznosti s pomočjo izračunanih modelov

Table 26: The statistical parameters for the predictions of the viscosity with different models

		B50/70_0	B50/70_3%	B50/70_5%	B50/70_10%	B50/70_20%	B_PAV	B_PAV_-3%	B_PAV_-5%	B_PAV_0%	B_PAV_20%	PP
Cross model	SSR	0,5000	0,5844	0,5308	0,3592	0,2513	1,0298	0,9221	0,8386	0,7564	0,6168	0,4866
	NMSE	0,0059	0,0072	0,0064	0,0045	0,0028	0,0268	0,0142	0,0093	0,0104	0,0075	0,0081
	R _i	0,9948	0,9947	0,9953	0,9963	0,9977	0,9908	0,9918	0,9925	0,9932	0,9945	0,9952
Carreau model	SSR	0,7893	0,7168	0,8615	0,6930	0,6151	3,2779	2,7636	2,3004	2,5486	1,8637	1,2682
	NMSE	1,2400	1,1943	1,1508	1,1419	1,0267	2,0691	2,0691	2,0304	1,8344	1,6231	0,9118
	R _i	0,9919	0,9935	0,9923	0,9929	0,9945	0,9707	0,9753	0,9795	0,9772	0,9834	0,9876
Carreau/Ghaleitner model	SSR	0,5000	0,5844	0,5308	0,3592	0,2513	1,0298	0,9221	0,8386	0,7564	0,6168	0,4866
	NMSE	1,1115	1,1830	1,1440	1,0779	1,0235	2,1308	2,0811	2,0456	1,8643	1,6265	0,9353
	R _i	0,9948	0,9947	0,9953	0,9963	0,9977	0,9908	0,9918	0,9925	0,9932	0,9945	0,9952
Carreau asuda model	SSR	0,4586	0,4571	0,4729	0,3243	0,2147	0,7173	0,7565	0,7569	0,6703	0,6083	0,4822
	NMSE	1,1269	1,1879	1,1461	1,0793	1,0245	2,1912	2,1110	2,0640	1,8812	1,6281	0,9347
	R _i	0,9953	0,9959	0,9958	0,9967	0,9981	0,9936	0,9932	0,9932	0,9940	0,9946	0,9920
Vinogradov/Malkin model	SSR	0,4864	0,5825	0,5265	0,3555	0,2513	0,6944	0,6353	0,6025	0,5380	0,4834	0,4866
	NMSE	1,1099	1,1830	1,1441	1,0780	1,0235	2,1598	2,1022	2,0622	1,8790	1,6327	0,9353
	R _i	0,9950	0,9948	0,9953	0,9963	0,9977	0,9938	0,9943	0,9946	0,9952	0,9957	0,9952

Parametri enačb 68–72 so bili določeni z metodo najmanjših kvadratov. Rezultati so prikazani v preglednici 27. Vidimo, da so napovedane vrednosti ZSV skoraj enake pri uporabi Cross, Carreau/Ghaleitnem in Vinogradov/Malkin modela. Pri ostalih dveh modelih je prišlo do nekaj odstopanj pri rezultatih; največje odstopanje je opazno pri uporabi Carreau modela, kjer so se vrednosti napovedane ZSV od izmerjenih v povprečju razlikovale za 18 %. Učinek pomlajevalca je viden kot upadanje vrednosti ZSV pri večanju količine dodanega pomlajevalca, vendar pa se tudi pri dodatku 20 % pomlajevalca k staranemu bitumnu vrednost ZSV ni približala vrednosti svežega bitumna ZSV.

Parametri c , c_1 and λ so se zmanjševali z naraščanjem količine pomlajevalca, medtem ko sta parametra p and p_1 ostala približno enaka v primeru nestaranega in staranega bitumna, ne glede na količino dodanega pomlajevalca.

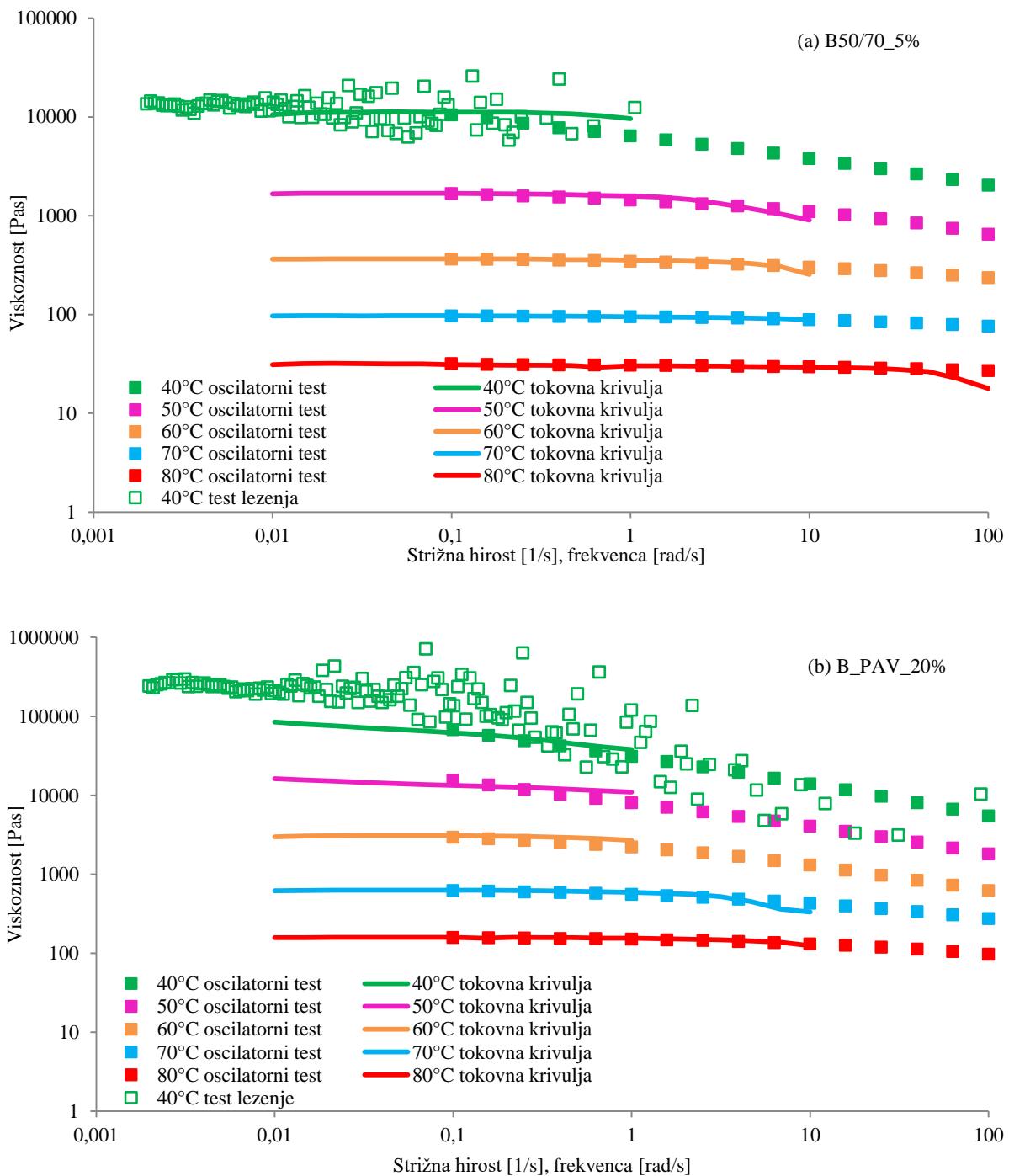
Napovedana neskončna viskoznost, η_∞ , pri Vinogradov/Malkin modelu je bila po pričakovanjih zelo majhna, še posebej v primerjavi z ZSV. Vrednosti η_∞ so bile med vzorci nestaranega in vzorci staranega bitumna podobne.

Preglednica 27: S pomočjo različnih modelov napovedane vrednosti viskoznosti za proučevane vzorce

Table 27: Predicted values of the viscosity for non-aged and aged samples

	B50/70	B50/70_3 %	B50/70_5 %	B50/70_10 %	B50/70_20 %	B_PAV	B_PAV_3 %	B_PAV_5 %	B_PAV_1 0%	B_PAV_2 0%	PP
Cross model	c [s/rad]	6,63	6,10	5,32	2,95	1,35	5317,82	5589,71	4001,19	1820,88	257,45
	p	0,41	0,41	0,40	0,40	0,39	0,53	0,53	0,51	0,50	0,46
	η_0 [Pa s]	3,25E+05	2,34E+05	2,25E+05	1,61E+05	7,42E+04	8,75E+07	8,32E+07	4,99E+07	2,54E+07	4,65E+06
Carreau model	c_1 [s/rad]	34,49	33,38	34,27	22,41	13,06	6398,89	7362,59	5110,54	2653,85	528,76
	p	0,16	0,15	0,15	0,14	0,13	0,25	0,25	0,24	0,23	0,20
	η_0 [Pa s]	2,81E+05	2,01E+05	1,94E+05	1,42E+05	6,50E+04	6,49E+07	6,36E+07	3,76E+07	1,93E+07	3,69E+06
Carreau/Gahleiner model	c_1 [s/rad]	6,63	6,10	5,32	2,95	1,35	5318,05	5589,59	4001,32	1820,88	257,46
	p	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,24	0,24	0,23	0,23	0,08
	η_0 [Pa s]	3,25E+05	2,34E+05	2,25E+05	1,61E+05	7,42E+04	8,75E+07	8,32E+07	4,99E+07	2,54E+07	4,65E+06
Carreau/Yasuda model	p_1	5,12	5,07	5,02	5,04	4,99	2,23	2,23	2,19	2,18	2,09
	p	0,63	0,66	0,65	0,65	0,66	0,43	0,45	0,47	0,48	0,53
	η_0 [Pa s]	3,08E+05	2,15E+05	2,12E+05	1,54E+05	7,08E+04	1,19E+08	1,02E+08	5,79E+07	2,90E+07	4,81E+06
Vinogradov/Malkin model	λ [s]	14,25	18,56	13,73	7,12	3,81	3879,14	4434,53	3351,08	1422,15	222,98
	c_1 [s/rad]	7,06	6,23	5,51	3,05	1,35	6496,00	6641,69	4729,05	2165,52	301,71
	c_2 [s/rad]	0,01	0,00	0,01	0,00	0,00	-0,09	-0,10	-0,07	-0,06	-0,02
Vinogradov/Malkin model	η_0 [Pa s]	3,27E+05	2,34E+05	2,26E+05	1,62E+05	7,42E+04	9,11E+07	8,61E+07	5,15E+07	2,62E+07	4,76E+06
	η_∞ [Pa s]	0,30	0,30	0,30	0,30	0,30	0,16	0,16	0,16	0,16	0,30
	p	0,41	0,40	0,39	0,40	0,39	0,52	0,52	0,50	0,49	0,45

ZSV smo, poleg izračuna z zgoraj omenjenimi modeli, določili tudi eksperimentalno s tremi različnimi testi (slika 79). Viskoznosti določene z rotacijskimi in oscilatornimi testi, so se dobro ujemale tako za nestaran kot tudi za staran bitumen. Tudi vrednosti določene pri testu lezenja nestaranih bitumnov, so se dobro ujemale z rezultati prejšnjih dveh testov, nasprotno pa smo pri staranih vzorcih opazili precejšnja odstopanja. Eden izmed razlogov je, da je bilo ravnotežno stanje nestaranega bitumna doseženo prej kot v primeru staranega bitumna. V našem primeru staran bitumen verjetno še ni dosegel ravnotežnega stanja. Prav tako vidimo, da viskoznost staranega bitumna pri temperaturah 40 in 50 °C še ni dosegla prvega newtonskega območja, v katerem je ZSV konstanta, ampak da se še vedno zvišuje z nižanjem frekvence.



Slika 79: Viskoznost, eksperimentalno določena z različnimi testi za (a) B50/70_5% in (b) B_PAV_20%

Figure 79: Experimental viscosity, determined with different tests for (a) B50/70_5% and (b) B_PAV_20%

Kot že rečeno, ZSV ne moremo absolutno določiti pri ničti frekvenci oziroma strižni hitrosti. Tudi v preglednici 28 vidimo, da je ZSV določena pri frekvencah in strižnih hitrostih, ki niso enake nič. Z vsemi testi in modeli lahko določimo samo ZSV pri neki najnižji frekvenci oz. strižni hitrosti. Pri oscilatornem testu je bila to frekvence $\omega = 0,1 \text{ rad/s}$, pri rotacijskem testu strižna hitrost $\dot{\gamma} = 0,01 \text{ 1/s}$, pri testu lezenja je bila izračunana frekvence $\omega = 0,002 \text{ rad/s}$. Rezultati, ki so zapisani v preglednici 28, kažejo, da so se razlike v vrednostih ZSV, določene z različnimi testi, zmanjševale z naraščajočo temperaturo. Vidimo tudi, da se je vrednost ZSV zniževala z dodajanjem pomlajevalca. Rezultati

oscilatornih in rotacijskih testov se ujemajo, medtem ko so rezultati testov lezenja odstopali, še posebej za staran bitumen. To je najverjetneje posledica dejstva, da staran bitumen pri temperaturah 40 °C in 50 °C še ni dosegel ravnotežnega stanja, kar pomeni, da njegova viskoznost pri nizkih frekvencah ni bila konstantna oz. ni bila v območju prvega newtonskega območja.

Preglednica 28: ZSV, določena s tremi različnimi testi

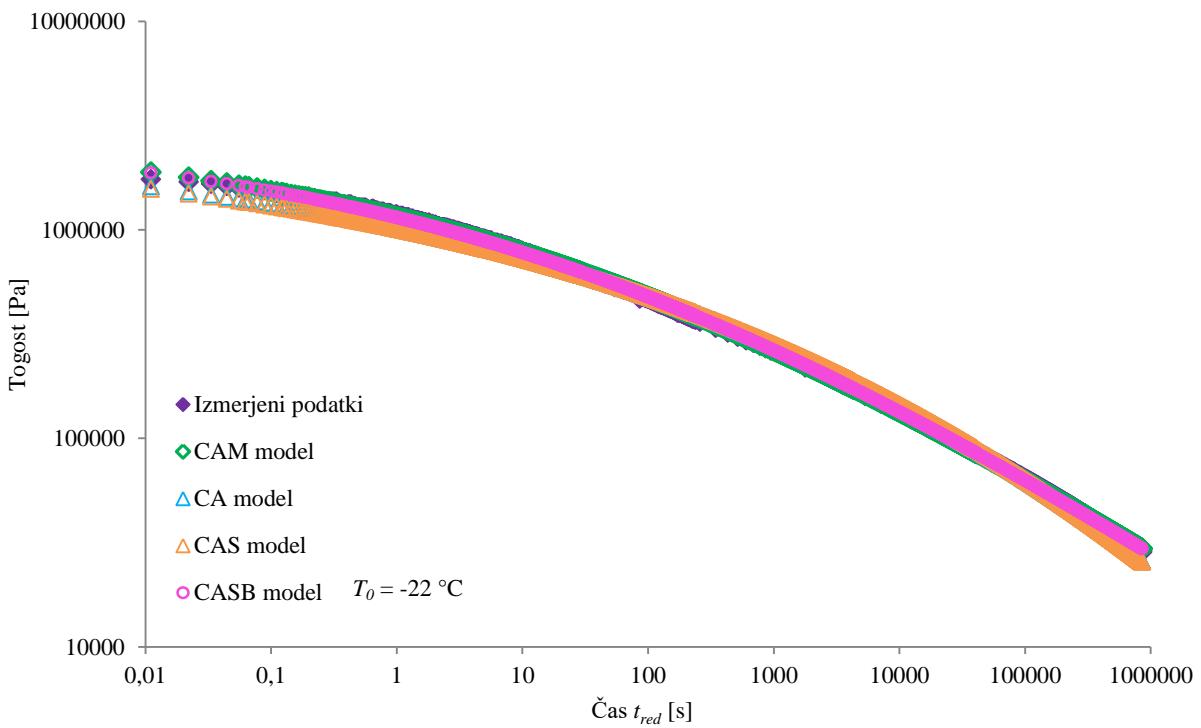
Table 28: The ZSV determined with different tests

		ZSV [Pa s]	40 °C	50 °C	60 °C	70 °C	80 °C
B50/70	Oscilatorni	$\omega = 0,1 \text{ rad/s}$	13200	2730	426	114	35
	Rotacijski	$\dot{\gamma} = 0,01 \text{ rad/s}$	13400	2280	425	114	34
	Lezenje	$\omega = 0,002 \text{ rad/s}$	19127				
B50/70_3%	Oscilatorni	$\omega = 0,1 \text{ rad/s}$	11800	1870	410	104	32
	Rotacijski	$\dot{\gamma} = 0,01 \text{ rad/s}$	12600	1880	410	104	33
	Lezenje	$\omega = 0,002 \text{ rad/s}$	14872				
B50/70_5%	Oscilatorni	$\omega = 0,1 \text{ rad/s}$	10500	1670	363	97	32
	Rotacijski	$\dot{\gamma} = 0,01 \text{ rad/s}$	10600	1670	364	97	31
	Lezenje	$\omega = 0,002 \text{ rad/s}$	13261				
B50/70_10%	Oscilatorni	$\omega = 0,1 \text{ rad/s}$	8490	1490	330	83	27
	Rotacijski	$\dot{\gamma} = 0,01 \text{ rad/s}$	8590	1490	331	82	26
	Lezenje	$\omega = 0,002 \text{ rad/s}$	10554				
B50/70_20%	Oscilatorni	$\omega = 0,1 \text{ rad/s}$	5940	1010	237	63	21
	Rotacijski	$\dot{\gamma} = 0,01 \text{ rad/s}$	5860	1010	237	63	21
	Lezenje	$\omega = 0,002 \text{ rad/s}$	7027				
B_PAV	Oscilatorni	$\omega = 0,1 \text{ rad/s}$	236000	65600	16000	3070	685
	Rotacijski	$\dot{\gamma} = 0,01 \text{ rad/s}$	333000	67500	15800	3100	689
	Lezenje	$\omega = 0,002 \text{ rad/s}$	1411658				
B_PAV_3%	Oscilatorni	$\omega = 0,1 \text{ rad/s}$	179000	51700	12500	2460	564
	Rotacijski	$\dot{\gamma} = 0,01 \text{ rad/s}$	240000	53700	12000	2480	566
	Lezenje	$\omega = 0,002 \text{ rad/s}$	1099945				
B_PAV_5%	Oscilatorni	$\omega = 0,1 \text{ rad/s}$	160000	43400	9700	1990	453
	Rotacijski	$\dot{\gamma} = 0,01 \text{ rad/s}$	206000	46200	9760	2060	455
	Lezenje	$\omega = 0,002 \text{ rad/s}$	874231				
B_PAV_10%	Oscilatorni	$\omega = 0,1 \text{ rad/s}$	101000	24500	6940	1400	326
	Rotacijski	$\dot{\gamma} = 0,01 \text{ rad/s}$	153000	29700	6830	1410	327
	Lezenje	$\omega = 0,002 \text{ rad/s}$	540994				
B_PAV_20%	Oscilatorni	$\omega = 0,1 \text{ rad/s}$	67400	15400	2940	621	158
	Rotacijski	$\dot{\gamma} = 0,01 \text{ rad/s}$	84300	16200	2970	621	158
	Lezenje	$\omega = 0,002 \text{ rad/s}$	240630				
PP	Oscilatorni	$\omega = 0,1 \text{ rad/s}$	1970	221	60	24	14
	Rotacijski	$\dot{\gamma} = 0,01 \text{ rad/s}$	1030	236	78	26	14
	Lezenje	$\omega = 0,002 \text{ rad/s}$	236705				

Primerjava rezultatov ZSV, določenih z različnimi modeli (enačbe 68–72, preglednica 27) z rezultati ZSV, določenih pri različnih eksperimentalnih testih (preglednica 28), pokaže velike razlike. ZSV je bila na podlagi modelov aproksimirana, torej je bila določena in ne izračunana, v nasprotju z ZSV, ki

smo jo izračunali s pomočjo različnih eksperimentalnih testov. Glavni dejavnik razlike pri določanju ZSV je frekvenca, pri kateri so bile vrednosti določene. Vidimo, da so vrednosti ZSV s pomočjo modelov določene pri precej nižjih frekvencah (ω = od 0,0000085 do 0,0000115 rad/s, odvisno od vzorca) kot eksperimentalno določene vrednosti (ω = od 0,002 do 0,1 rad/s oz. $\dot{\gamma} = 0,01 \text{ 1/s}$ odvisno od testa). Poleg tega na rezultate ZSV vplivajo tudi temperatura, frekvenca obremenjevanja, programska oprema, število iteracij pri aproksimacijah ... [132]. Čeprav so razlike pri določanju ZSV velike, lahko pri vseh opazimo trend: ZSV se zmanjšuje z dodanjem pomlajevalca, s staranjem pa se je ZSV povečala.

Za napovedovanje togosti, določene z BBR meritvami, smo uporabili štiri modele. Napake, ki jih modeli naredijo pri napovedi, so prikazane v preglednici 29. Na podlagi napak smo izbrali najbolj točen model, vendar pa modelov nismo podrobneje analizirali. Na sliki 80 so za vzorec B_PAV_3% prikazane napovedane in izmerjene vrednosti togosti, sestavljene v mehanski spekter. Odstopanja napovedi CA in CAS modela so očitne predvsem pri nižjih frekvencah. Zaradi preglednosti je predstavljen samo en vzorec, rezultati pa so bili podobni pri vseh vzorcih.



Slika 80: Primerjava izmerjenega in napovedanih spektrov togosti za B_PAV_3%

Figure 80: Measured and predicted stiffness master curve for B_PAV_3%

Na podlagi najmanjših razlik med modelom in eksperimentalnimi točkami smo ugotovili, da lahko togost najbolj točno napovemo s CAM modelom. Sestavljeni spekter togosti $S(t_{red})$ vzorcev smo zato aproksimirali s CAM modelom (enačba 77) in ga nato pretvorili v statično enoosno voljnost lezenja $D(t_{red})$:

$$D(t) = \frac{1}{S(t_{red})}. \quad (97)$$

$D(t)$ smo nadalje pretvorili v statični enoosni relaksacijski modul $E(t)$.

Preglednica 29: Napake, nastale pri napovedi togosti s pomočjo različnih modelov

Table 29: The statistical parameters for predictions of stiffness with various models

	B50/70	B50/70 -3%	B50/70_5 %	B50/70_10 %	B50/70_20 %	B_PAV	B_PAV_- 3%	B_PAV_5 %	B_PAV_1 0%	B_PAV_2 0%	PP
CA	SSR	2,1332	3,5382	5,1254	3,4217	4,8390	0,6501	10,8288	13,1856	24,0953	10,2174
	NMSE	0,0053	0,0050	0,0080	0,0126	0,0162	0,0158	0,0136	0,0422	0,0174	0,1211
	Ri	0,9966	0,9954	0,9931	0,9941	0,9947	1,0067	1,0075	1,0086	1,0078	0,9643
CAM	SSR	0,3429	0,2862	0,3814	0,2008	1,0534	0,1290	0,4831	0,8084	0,8129	1,0693
	NMSE	0,0009	0,0004	0,0003	0,0006	0,0020	0,0007	0,0005	0,0007	0,0008	0,0004
	Ri	0,9999	0,9997	0,9998	0,9999	0,9992	0,9997	1,0018	1,0024	1,0020	0,9999
CAS	SSR	0,4924	0,3375	0,8038	0,6722	0,6350	0,8120	6,6299	15,3492	6,4430	6,5535
	NMSE	0,0022	0,0009	0,0007	0,0014	0,0034	0,0031	0,0164	0,0017	0,0012	0,0030
	Ri	0,9998	0,9999	0,9992	0,9990	0,9998	1,0039	1,0083	1,0047	1,0024	0,9999
CASP	SSR	0,4785	0,3462	0,7879	0,2788	0,6537	0,1470	0,6316	0,8503	0,8088	0,7041
	NMSE	0,0024	0,0011	0,0006	0,0011	0,0025	0,0006	0,0005	0,0018	0,0005	0,0004
	Ri	0,9999	1,0001	0,9989	0,9997	0,9997	0,9981	1,0019	1,0012	1,0004	0,9999

6.8 Korelacija med reološkimi in mehanskimi lastnostmi

Da bi preverili povezavo med reološkimi in mehanskimi izmerjenimi lastnostmi, smo proučili linearne povezave med posameznimi lastnostmi. Linearnost med lastnostmi smo ovrednotili s statističnim parametrom R^2 (preglednica 30). Rezultati kažejo, da med BBR meritvami in empiričnimi mehanskimi testi ni linearne odvisnosti. Pričakovali smo povezavo med parametroma S_{60} in m_{60} in točko pretrgališča po Fraass-u, saj so bile vse meritve izvedene v nizkotemperaturnem območju. Podobno smo pričakovali povezavo med lastnostmi, izmerjenimi v srednje- in visokotemperaturnem območju. Temperaturo zmehčišča smo primerjali s temperaturama mešanja in vgradnje. Izkazalo se je, da pri vzorcih nestaranega bitumna ni linearne korelacije, pri vzorcih staranega bitumna pa obstaja dobra linearna odvisnost. Dobra povezava se je pokazala med primerjavo točke zmehčišča in parametrom tvorbe kolesnic oz. parametrom utrujanja za nestarane in starane vzorce. Pri zadnjem kažejo linearno odvisnost tudi BBR meritve in penetracija. Dobra povezava obstaja tudi med rezultati obeh najosnovnejših mehanskih testov, penetracijo in točko zmehčišča, tako za nestarane kot tudi za starane vzorce bitumna.

Preglednica 30: Vrednosti parametra R^2 za oceno odvisnosti med posameznimi lastnostmi nestaranega in staranega bitumna z dodanim pomlajevalcem

Table 30: The R^2 values for various properties of non-aged and aged bitumen with rejuvenator

	Točka zmehčišča - penetracija	Točka zmehčišča - temperatura mēšanja	Točka zmehčišča - temperatura vgradnje	BBR S_{60} - Fraass	BBR m_{60} - Fraass	Parameter tvorbe kolesnic/ utrujanja - penetracija	Parameter tvorbe kolesnic/ utrujanja - točka zmehčišča
Nestaran bitumen	0,91	0,00	0,02	0,10	0,20	0,94	0,98
Staran bitumen	0,94	0,91	0,96	0,06	0,00	0,97	0,99

7 REZULTATI ASFALTNIH MEŠANIC Z DODANIM RECIKLIRANIM ASFALTOM

Naslov disertacije govori o povečani stopnji reciklaže asfalta zaradi pomlajevalca. V prejšnjem poglavju so bili predstavljeni rezultati vpliva različnih količin pomlajevalca na bitumen, nestaran in staran. Po pregledu vseh rezultatov smo se odločili za uporabo 20 % dodanega pomlajevalca, zato bo v tem poglavju prikazano, kako izbrana količina pomlajevalca vpliva na rezultate asfaltnih mešanic z različnimi deleži dodanega RA. Pripravili smo osnovno t. i. kontrolno asfaltno mešanico iz svežih materialov. V nadaljevanju smo pripravili asfaltne mešanice z 20 %, 40 % in 60 % RA glede na maso kamnitega agregata (preglednica 31). Pri vsakem deležu dodanega RA smo izdelali asfaltno mešanico brez pomlajevalca in z njim. Tako smo preverjali vpliv pomlajevalca na asfaltno mešanico z dodanim RA. Pri vseh asfaltnih mešanicah smo določili delež bitumna, ki je znašal 5 % deleža mase celotne asfaltne mešanice.

Preglednica 31: Poimenovanje vzorcev asfaltnih mešanic, uporabljenih pri delu

Table 31: Samples of asphalt mixtures used in the study

Oznaka	Delež RA [%]	Dodatek pomlajevalca
0 % RA	0	Ne
20 % RA	20	Ne
20 % RA + pom.	20	Da
40 % RA	40	Ne
40 % RA + pom.	40	Da
60 % RA	60	Ne
60 % RA + pom.	60	Da

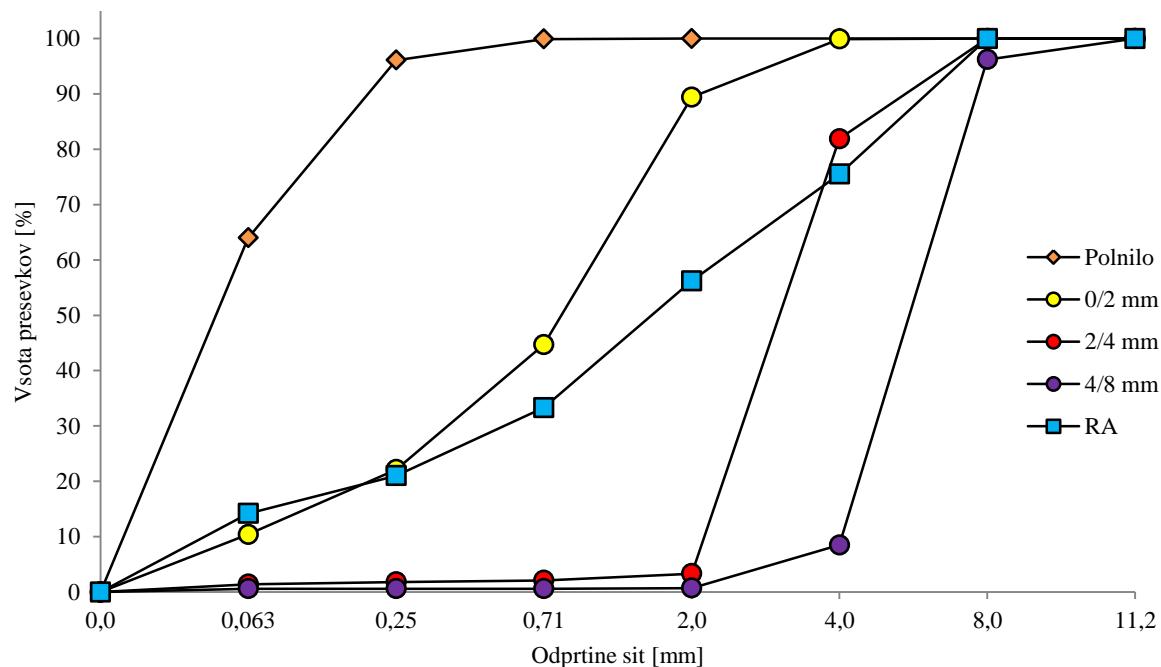
7.1 Materiali za pripravo asfaltnih mešanic

Asfaltne mešanice smo pripravili z uporabo enakega bitumna, kot je bil uporabljen v prejšnjih raziskavah, torej bitumna B50/70 madžarskega proizvajalca MOL (glej preglednico 7).

Kamniti agregat, ki smo ga dobili iz kamnoloma Laže, je bil karbonatna kamnina, v glavnem sestavljena iz apnenca (CaCO_3). Za sestavo ustrezne sejalne krivulje smo uporabili frakcije peska (podfrakciji 0/2 mm in 2/4 mm) in drobirja (podfrakcija 4/8 mm). Posebej smo dodajali polnilo (t. i. kamenno moko), ki je predstavljalo najfinješi material v asfaltni mešanici.

Zelo pomembno vlogo je imel recikliran asfalt RA, ki smo ga dodajali v različnih količinah. Podatki o RA niso bili znani, tako da smo se lahko oprli samo na rezultate lastnih raziskav, kot so raziskave ekstrahiranega bitumna iz RA in sejalna krivulja RA. RA smo presejali na posamezne podfrakcije in raziskali bitumen. Rezultati so pokazali, da je delež bitumna v RA znašal 4,5 %. To je pomemben podatek, saj nam pove količino staranega bitumna v RA. Na podlagi tega smo za vsako asfaltno mešanico izračunali potrebno količino svežega bitumna in pomlajevalca, ki smo ga mešanici dodali.

Na sliki 81 so prikazane sejalne krivulje podfrakcij kamnitega agregata, uporabljenih za sestavo sejalne krivulje asfaltnih mešanic, in sejalna krivulja RA. Tudi RA smo najprej razsejali na podfrakcije, ki smo jih potem sestavili v eno sejalno krivuljo.

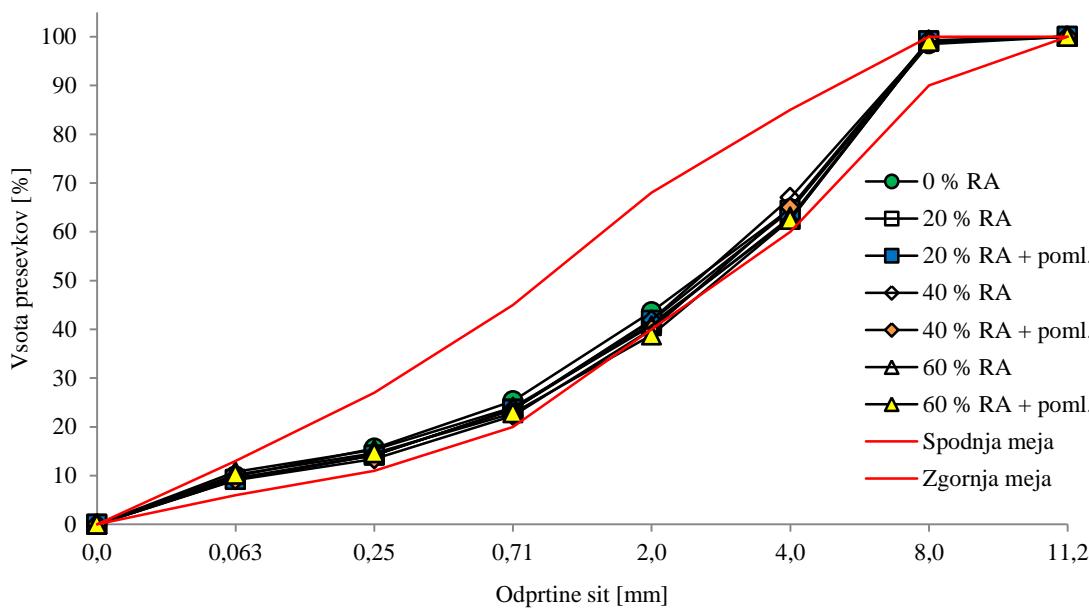


Slika 81: Sejalna krivulja podfrakcij in RA

Figure 81: The sieving curve of the fractions and of the RA

7.2 Asfaltne mešanice

Sejalno krivuljo smo prilagodili za vsako asfaltno mešanico. Rezultati vseh sejalnih krivulj so prikazani na sliki 82. Vidimo, da so krivulje znotraj določenih mej [1] in se med seboj prekrivajo. Kljub dodanemu RA smo dobili ustrezno sejalno krivuljo. Rezultati so pokazali, da bitumen v RA ne vpliva na sejalno krivuljo; večji problem predstavlja nehomogenost samega RA. To smo uspešno rešili s predhodno razdelitvijo RA na podfrakcije. Odstopanja med posameznimi asfaltnimi mešanicami so bila majhna, saj je bila največja razlika (4,8 %) dobljena pri situ z odprtino 2 mm.



Slika 82: Sejalne krivulje vseh asfaltnih mešanic

Figure 82: The sieving curve of all asphalt mixtures

Gostote smo določili po standardnih postopkih in rezultati so podani v preglednici 32. Vidimo, da je bila razlika med gostotami posameznih asfaltnih mešanic zelo majhna. Na podlagi gostote, ki vključuje zračne votline in največje gostote (ne vključuje zračnih votlin), smo določili delež votlin v asfaltni mešanici. Tudi vrednost deleža votlin je predpisana za različne namene rabe asfalta [1]. V našem primeru vse asfaltne mešanice izpolnjujejo določene pogoje $V_{min} = 2\%$ in $V_{max} = 8\%$. V preglednici 32 je podan izračunan delež bitumna, ki je bil v vseh primerih 5 %, kot smo načrtovali.

Preglednica 32: Rezultati standardnih raziskav asfaltnih mešanic

Table 32: Standard properties of asphalt mixtures

Vzorci	Delež	Gostota	Največja	Gostota	Delež	Delež
	bitumna		gostota	gostota kamene zmesi	votlin	izpolnjeni votlin z bitumnom
	[%]	[kg/m ³]	[kg/m ³]	[kg/m ³]	[%]	[%]
0 % RA	5	2398	2478	2680	3,2	78,5
20 % RA	5	2403	2490	2694	3,5	77,1
20 % RA + poml.	5	2407	2492	2697	3,4	77,6
40 % RA	5	2407	2494	2699	3,5	77,2
40 % RA + poml.	5	2394	2492	2697	3,9	74,9
60 % RA	5	2425	2502	2709	3,1	79,4
60 % RA + poml.	5	2417	2501	2708	3,4	77,9

V preglednici 33 je prikazan delež dodanega RA. Njegova masa v asfaltni mešanici določa delež staranega bitumna, ki je v asfaltni mešanici. Na podlagi tega so bili izračunani deleži svežega bitumna, staranega bitumna in pomlajevalca glede na maso celotnega veziva v asfaltu in njihovi deleži glede na celotno maso asfalta. Po dodanem RA je bilo vezivo v asfaltni mešanici sestavljeni iz svežega bitumna in starega bitumna iz RA, v primeru dodanega pomlajevalca pa je tudi ta predstavljal del

veziva. V preglednici 33 je jasno vidno, da se je z večanjem deleža RA večal delež starega bitumna iz RA, s tem pa se je manjšala potreba po dodajanju svežega bitumna. V primeru, ko dodamo pomlajevalec, se njegov delež veča z večanjem deleža RA. Tako moramo v primeru 60 % dodanega RA dodati samo približno polovico svežega bitumna, če pa dodamo še pomlajevalec, je svežega bitumna le še 40 % glede na celotno vezivo. Delež pomlajevalca je določen glede na delež bitumna v RA in tako v celotnem vezivu predstavlja delež med 3,42 % in 10,26 %, v celotni masi asfalta pa med 0,17 % in 0,51 %.

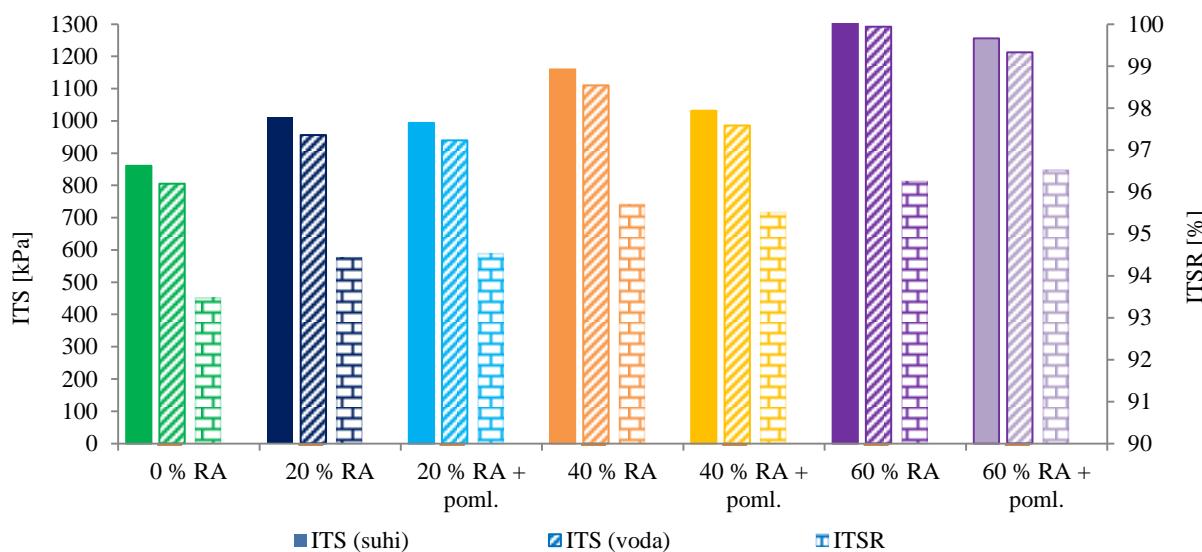
Preglednica 33: Deleži posameznih komponent veziva asfaltne mešanice

Table 33: Shares of individual components of the binder in asphalt mixture

Vzorci	Delež glede na celotno vezivo v ASFALTNI MEŠANICI					Delež glede na ASFALTNO MEŠANICO				
	delež RA	svež bitumen	bitumen iz RA	pomlajevalec	Σ	svež bitumen	bitumen iz RA	pomlajevalec	Σ	
	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	[%]	
0 % RA	0,00	100,00	0,00	0,00	100,00	5,00	0,00	0,00	5,00	
20 % RA	20,00	82,90	17,10	0,00	100,00	4,15	0,86	0,00	5,00	
20 % RA + poml.	20,00	79,48	17,10	3,42	100,00	3,97	0,86	0,17	5,00	
40 % RA	40,00	65,80	34,20	0,00	100,00	3,29	1,71	0,00	5,00	
40 % RA + poml.	40,00	58,96	34,20	6,84	100,00	2,95	1,71	0,34	5,00	
60 % RA	60,00	48,70	51,30	0,00	100,00	2,44	2,57	0,00	5,00	
60 % RA + poml.	60,00	38,44	51,30	10,26	100,00	1,92	2,57	0,51	5,00	

7.3 Občutljivost asfaltnih mešanic na vodo

Prisotnost vode v asfaltu je pričakovana. Vлага je eden izmed najpomembnejših dejavnikov, ki vplivajo na trajnost asfalta [151]. Kombinacija odvečne vlage in prometne obremenitve skrajša življenjsko dobo asfalta [152]. Vлага v temeljnih tleh in asfaltu lahko prihaja iz različnih virov. Najbolj značilna sta kapilarni prehod vlage (navpično gibanje vlage, od spodaj navzgor) ali vodoravno gibanje vlage (iz robov asfalta proti notranjosti). Drugi možni viri vlage v asfaltu so prehod skozi vrhnjo plast, npr. skozi spoje, razpoke, robove, različne poškodovane dele [152], [153]. Vлага v asfaltu povzroči dva glavna porušna mehanizma: poslabšanje adhezije in kohezije. Močno poslabšanje adhezije lahko opazimo kot luščenje bitumna od kamnitega agregata, poslabšanje kohezije pa opazimo kot mehčanje veziva, kar vodi do nižje trdnosti asfalta [154], [155], [156]. Zmanjšanje trdnosti asfalta lahko pripelje do razvoja številnih napak, kot so: tvorjenje kolesnic, razpok in gubanje asfalta [157], [158]. Na občutljivost na vodo vpliva več faktorjev, ki jih razdelimo v dve kategoriji. Prva kategorija je povezana s kompatibilnostjo med kamnitim agregatom in bitumnom, vanjo pa spadajo: lastnosti sestavnih delov asfalta, načrtovanje asfalta in njegova izvedba. Druga kategorija je povezana z vlogo in pogoji dreniranja v asfaltu. V to kategorijo spadajo dejavniki, kot so: okolje, podnebje, promet, odvodnjavanje [155], [156], [159]. Občutljivost na vodo asfaltnih mešanic smo izrazili s količnikom ITSR, ki predstavlja razmerje posredne natezne trdnosti mokrih in suhih preizkušancev, izraženo v odstotkih. Na sliki 83 so prikazani rezultati občutljivosti na vodo. Vidimo, da se je ITS zviševala z dodajanjem RA in nekoliko zmanjšala, ko smo dodali tudi pomlajevalec. Asfaltne mešanice so bile po dodanem RA manj občutljive na vodo, saj se je količnik ITSR zviševal. Pri dodatku pomlajevalca nismo zasledili večjega vpliva na ITsr.

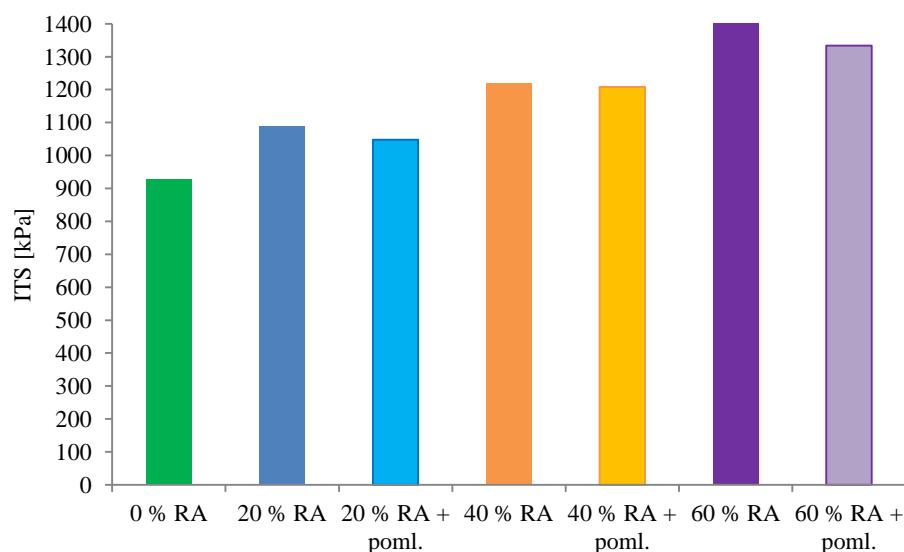


Slika 83: Rezultati testa občutljivosti na vodo

Figure 83: The water sensitivity of the asphalt mixtures

7.4 NATEZNA TRDNOST ASFALTNIH MEŠANIC

Preverili smo tudi, kako se spreminja posredna natezna trdnost asfaltnih mešanic, ko dodajamo RA. Rezultati testa merjenja posredne natezne trdnosti ITS so prikazani na sliki 84. ITS je naraščala z naraščanjem deleža RA, po dodatku pomlajevalca pa se je nekoliko znižala. V vseh primerih je bila ITS asfaltnih mešanic z dodanim RA višja od posredne natezne trdnosti osnovne mešanice. Dodani RA je torej izboljševal lastnosti asfaltne mešnice. Pomlajevalec je sicer nekoliko poslabšal kohezijo, vendar je bil končni rezultat še vedno boljši kot pri osnovni mešanici. Rezultati so bili v skladu z rezultati prejšnjih testov občutljivosti na vodo.



Slika 84: ITS asfaltnih mešanic

Figure 84: ITS of the asphalt mixtures

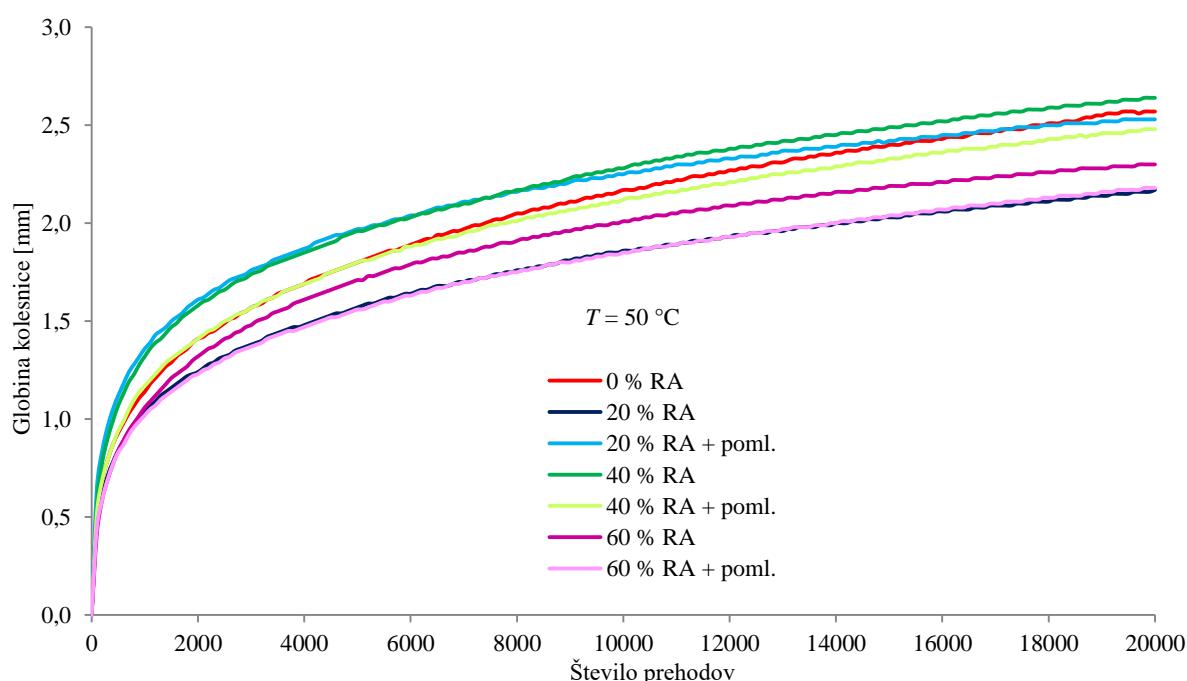
7.5 Odpornost proti preoblikovanju

Odpornost proti preoblikovanju smo preverjali z merjenjem kolesnice, ki nastane pri testu tvorjenja kolesnic po standardu SIST EN 12697-22 [141]. Testirane asfaltne mešanice smo vgradili v kalupe in merili kolesnico, ki nastane zaradi ponavljajočih prehodov obteženega kolesa pri konstantni temperaturi. Test smo izvajali pri temperaturi $T = 50^{\circ}\text{C}$. Razlike med rezultati vzorcev niso bile občutne, kar nakazuje, da je bila izbrana temperatura izvedbe testa prenizka. Izmerjene kolesnice so zelo majhne in tako je bila podrobnejša primerjava med njimi nemogoča. V nadaljevanju so podani rezultati testa (preglednica 34, slika 85), kjer je WTS stopnja naraščanja kolesnic na 1000 ciklov izražena v mm, d_{5000} , d_{10000} sta globini kolesnice po 5000 oz. 10000 ciklih v mm, PRD je proporcionalna globina kolesnice, h je začetna višina vzorca, r pa je globina kolesnice, podana z natančnostjo 0,1 mm.

Preglednica 34: Rezultati testa odpornosti proti preoblikovanju

Table 34: Results of the wheel tracking test

	d_{5000}	d_{10000}	WTS	r	h	PRD
	[mm]	[mm]	[-]	[mm]	[mm]	[%]
0 % RA	2,17	2,57	0,08	2,57	50	5,1
20 % RA	1,86	2,17	0,062	2,17	50	4,3
20 % RA + poml.	2,25	2,53	0,056	2,53	50	5,1
40 % RA	2,28	2,64	0,072	2,64	50	5,3
40 % RA + poml.	2,12	2,48	0,072	2,48	50	5,0
60 % RA	2,01	2,3	0,058	2,3	50	4,6
60 % RA + poml.	1,85	2,18	0,066	2,18	50	4,4



Slika 85: Rezultati testa odpornosti proti preoblikovanju

Figure 85: Results of the wheel tracking test

7.6 Rezultati ohlajevalnega preizkusa

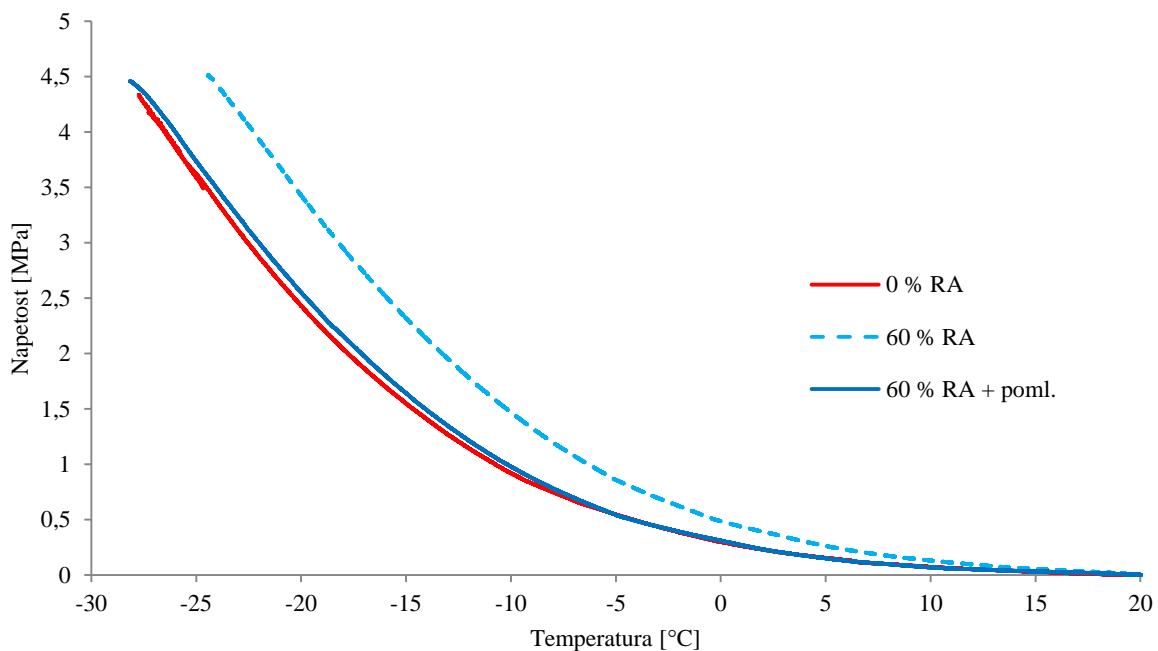
Zaradi dodanega RA se je povečala togost veziva v asfaltni mešanici. Večja togost pomeni slabšo odpornost proti nastanku razpok zaradi utrujanja. Raziskave smo opravili na kontrolni mešanici in mešanicah z največjim deležem RA, saj 60 % RA predstavlja najslabše razmere za odpornost asfalta pri nizkih temperaturah. Rezultati so prikazani v preglednici 35 in na sliki 86. Razvidno je, da se je porušna temperatura zaradi dodanega RA zvišala, kar pomeni poslabšanje mehanskih lastnosti asfalta. Zaradi dodanega pomlajevalca se je temperatura znižala, odpornost asfaltne mešanice z RA in pomlajevalcem pa je bila torej boljša kot odpornost osnovne mešanice. Porušne napetosti so bile pri testiranih vzorcih podobno velike, največja je bila izmerjena pri vzorcu 60 % RA + poml.

Tudi potek kriogenih napetosti pokaže, da so bile pri tem vzorcu napetosti večje kot pri ostalih dveh vzorcih.

Preglednica 35: Rezultati ohlajevalnega preizkusa

Table 35: Results of Thermal Stress Restrained Specimen test

Preizkušanec	Porušna T [°C]	Porušna napetost [MPa]
0 % RA	-27,73	4,34
60 % RA	-24,44	4,51
60 % RA + poml.	-28,35	4,78



Slika 86: Potek kriogenih napetosti v odvisnosti od temperature

Figure 86: Temperature dependency of cryogenic stress

7.7 Raziskave ekstrahiranega bitumna

7.7.1 Standardne mehanske raziskave

Poleg lastnosti samih asfaltnih mešanic z dodanim RA smo proučevali tudi ekstrahiran bitumen teh mešanic. V preglednici 36 so podani rezultati standardnih mehanskih raziskav. Najvišjo vrednost zmehčišča in pretrgališča po Fraassu je izkazoval bitumen iz RA (100 % RA), pri katerem je bila hkrati določena tudi najnižja vrednost penetracije. Rezultati so pokazali, da je dodajanje RA zviševalo zmehčišče, po dodanem pomlajevalcu pa se je zmehčišče znižalo in se približalo vrednostim kontrolne mešanice. Pri mešanici z 20 % RA so bile pri ekstrahiranem bitumnu določene podobne vrednosti pretrgališča po Fraassu, pri višjih vrednostih RA pa se je začelo pretrgališče po Fraassu zviševati. Vendar pa je imel dodatek pomlajevalca ugoden vpliv, saj so mešanice s pomlajevalcem izkazovale nižje pretrgališče kot mešanice brez pomlajevalca. Penetracija se je zaradi dodanega RA zmanjševala. Rezultati kažejo, da so imele mešanice s pomlajevalcem višje vrednosti penetracije kot mešanice brez pomlajevalca. Po pričakovanjih je bitumen z naraščanjem deleža RA postajal trši, kar se kaže v zvišanju zmehčišča in znižanju penetracije, vendar se je bitumen z dodatkom pomlajevalca zmehčal. V nekaterih primerih so bile izmerjene mehanske vrednosti, podobne vrednostim bitumna iz kontrolne mešanice.

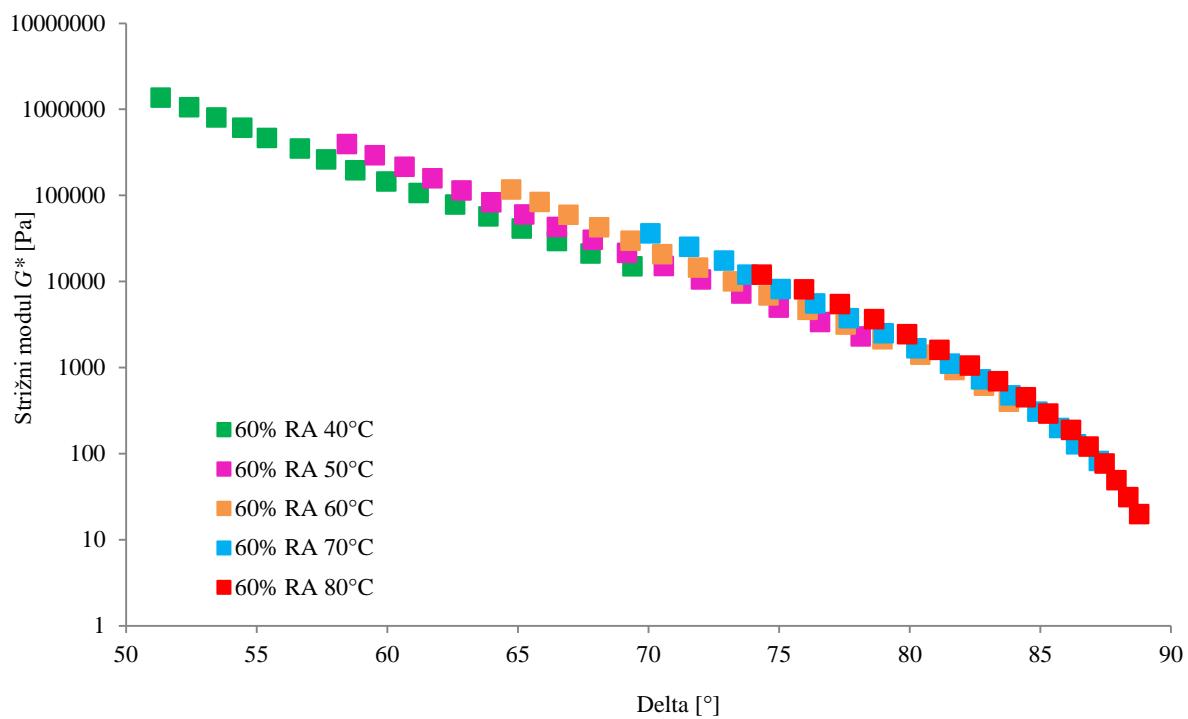
Preglednica 36: Rezultati standardnih mehanskih raziskav ekstrahiranga bitumna

Table 36: Standard mechanical properties of extracted bitumen

Vzorci	Zmehčišče (SIST EN 1427)	Pretrgališče po Fraassu (SIST EN 12593)	Penetracija (SIST EN1426)
	[°C]	[°C]	[1/10 mm]
0 % RA	58,6	-10,7	45
20 % RA	59,4	-10,2	37
20 % RA + poml.	58,2	-10,6	39
40 % RA	60,8	-7,4	32
40 % RA + poml.	58,3	-8,2	36
60 % RA	63,3	-6,1	26
60 % RA + poml.	60,7	-7,5	32
100 % RA	65,3	-2,3	21

7.7.2 Reološke meritve

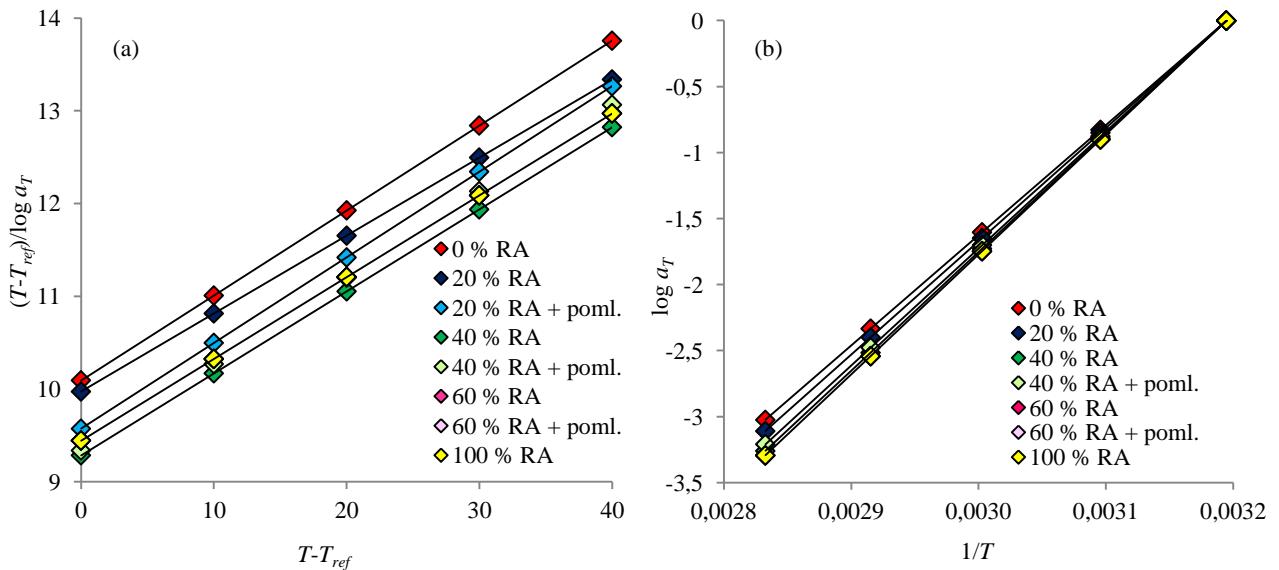
Reološke meritve ekstrahiranega bitumna smo izvedli v LVO. Pri konstantni amplitudi oscilacije smo meritve izvajali v srednjem in visokem temperaturnem območju (od 40 °C do 100 °C). Z uporabo principa TTSP smo sestavili mehanske spektre odziva pri izbrani referenčni temperaturi, $T_0 = 40$ °C. Primernost rabe TTSP smo preverili z Black diagrami (slika 87).



Slika 87: Black diagram za ekstrahiran bitumen asfaltne mešanice z 60 % RA

Figure 87: Black diagram for extracted bitumen from asphalt mixture with 60 % RA

Kot rezultat teh testov smo dobili krivuljo s precej dobro stopnjo ujemanja, ki je bilo nekoliko slabše pri nižjih temperaturah in se je z višanjem temperature povečevalo. Uporabo TTSP smo upravičili z uporabo enačb 31 in 32, ki kažejo, da so faktorji zamika a_T linearno odvisni od temperature, tako pri uporabi WLF enačbe (enačba 29) kot tudi Arreniusove enačbe (enačba 30). Linearno odvisnost je potrdil statistični faktor $R^2 \approx 1$ za vse vzorce ekstrahiranega bitumna, kar je prikazano na sliki 88.



Slika 88: Temperaturna odvisnost faktorjev zamika za ekstrahiran bitumen: (a) WLF enačba in (b) Arreniusova enačba

Figure 88: Temperature dependency of shift factors for extracted bitumen: (a) WLF equation and (b) Arrhenius equation

Za sestavo mehanskega spektra so zadostovali horizontalni premiki. V preglednici 37 so prikazani faktorji zamika ekstrahiranih bitumnov, ki smo jih določili glede na izbrano referenčno temperaturo, $T_0 = 40^\circ\text{C}$.

Preglednica 37: Eksperimentalno določeni faktorji zamika za sestavo mehanskega spektra odziva ekstrahiranega bitumna

Table 37: Experimental shift factors for determination of the master curves for extracted bitumen

Temperatura meritev [°C]	0 % RA	20 % RA	20 % RA + poml.	40 % RA	40 % RA + poml.	60 % RA	60 % RA + poml.	100 % RA
40 °C	1	1	1	1	1	1	1	1
50 °C	0,119	0,12	0,108	0,1	0,103	0,105	0,11	0,11
60 °C	0,021	0,019	0,018	0,016	0,0165	0,0168	0,016	0,0155
70 °C	0,0049	0,004	0,0038	0,0031	0,0035	0,0033	0,0033	0,003
80 °C	0,0012	0,001	0,00095	0,00075	0,00085	0,00082	0,00082	0,0007

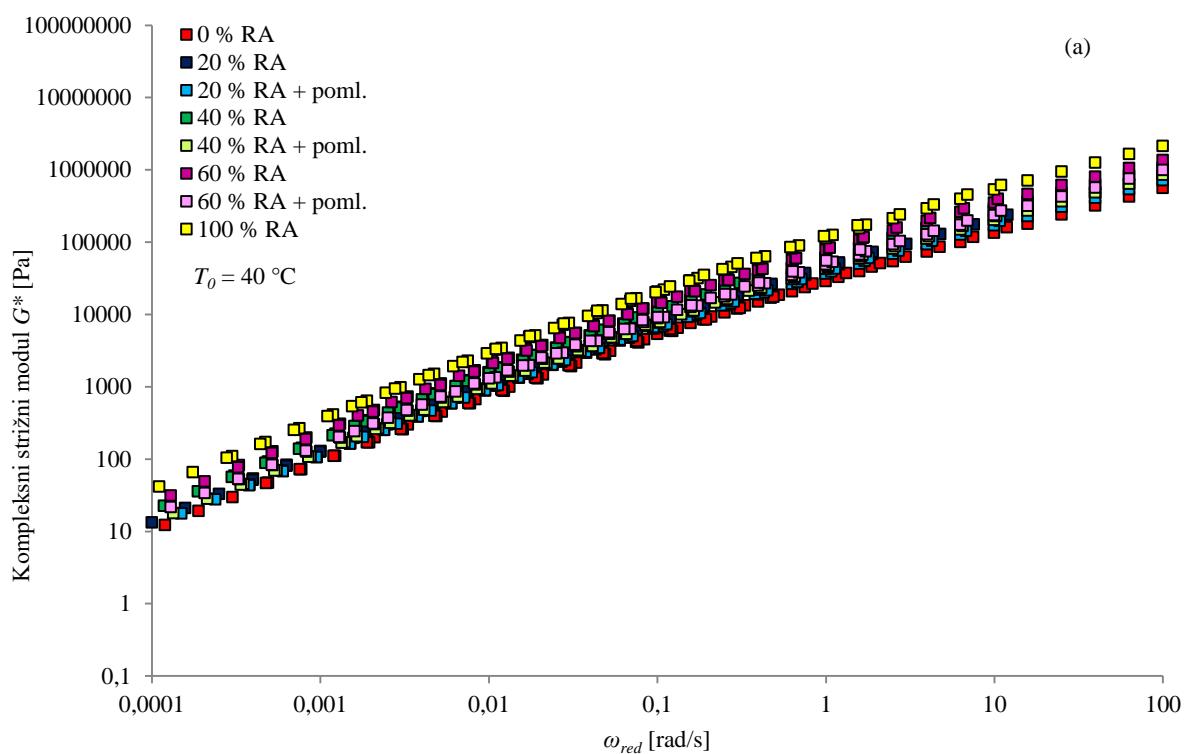
Z metodo najmanjših kvadratov smo določili konstante v WLF (enačba 29) in Arrheniusovi enačbi (enačba 30). Rezultati so zapisani v preglednici 38. Najnižjo aktivacijsko energijo je izkazoval bitumen osnovne asfaltne mešanice. Dodajanje RA je zvišalo aktivacijsko energijo bitumna, pomlajevalec v asfaltni mešanici pa je znižal aktivacijsko energijo E_a . Učinek pomlajevalca se je večal z deležem RA.

Preglednica 38: Izračunane vrednosti aktivacijske energije E_a , konstant C_1 in C_2 za ekstrahiran bitumen asfaltnih mešanic

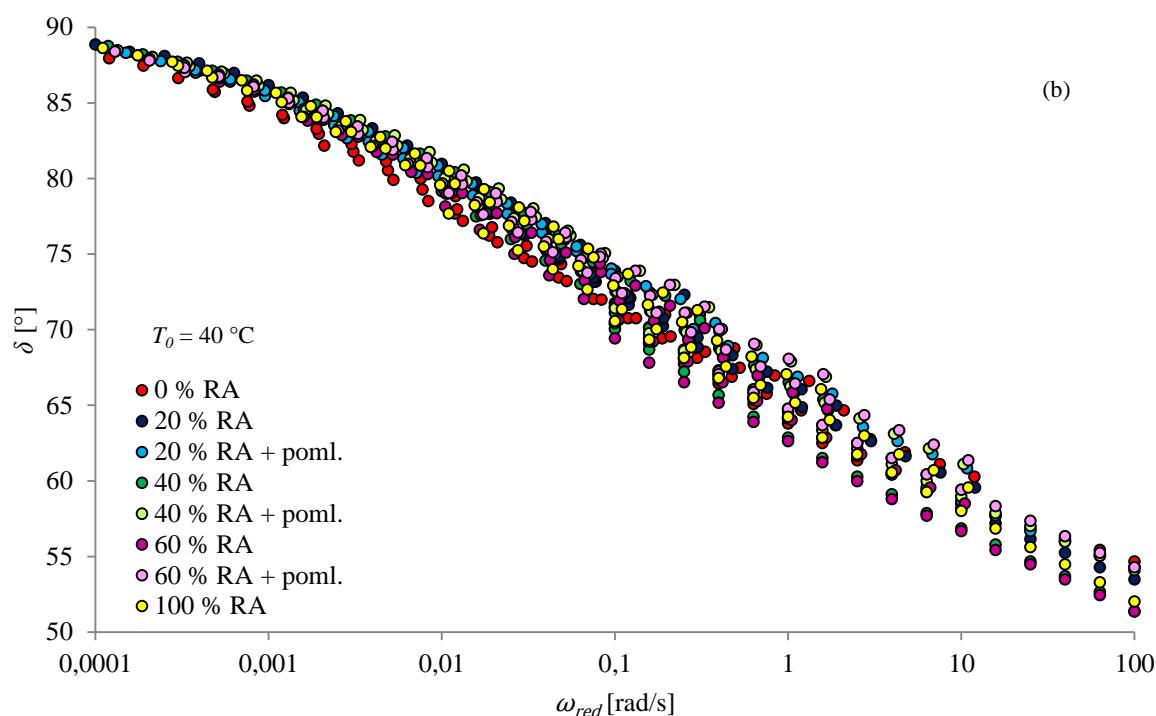
Table 38: The calculated values of activation energy E_a , constants C_1 and C_2 for the extracted bitumen from asphalt mixtures

Konstante	0 % RA	20 % RA	20 % RA + poml.	40 % RA	40 % RA + poml.	60 % RA	60 % RA + poml.	100 % RA
E_a [kJ]	159,92	164,39	163,70	172,36	169,74	174,17	170,48	176,84
C_1 [-]	10,92	11,90	10,83	11,31	10,73	11,35	11,38	12,76
C_2 [°C]	110,20	118,64	103,69	105,02	100,21	107,17	107,39	121,71

Na sliki 89 so prikazani rezultati sestavljenih krivulj kompleksnega strižnega modula za ekstrahiran bitumen. Splošne oblike krivulj so bile med seboj primerljive in so izkazovale podoben trend. Z višanjem deleža RA je bitumen postal trši, kar vidimo kot večanje vrednosti G^* -ja in njegovo bližanje proti vrednostim kompleksnega modula bitumna iz 100 % RA. Dodatek pomlajevalca je po drugi strain znižal vrednosti G^* , torej je zmehčal bitumen.

Slika 89: Sestavljeni spekter kompleksnega modula G^* za ekstrahirane bitumneFigure 89: Complex modulus G^* master curve for extracted bitumen

Viskoelastično obnašanje preiskovanih vzorcev je prikazano na sliki 90. Pri nižjih frekvencah ni bilo opazne razlike med bitumni, pri višjih frekvencah pa se je krivulja bitumna z višjim deležem RA premikala proti nižjim vrednostim faznega zamika, kar pomeni, da se je večal delež elastičnega doprinosha. Bitumen kontrolne mešanice je pri nižjih frekvencah izkazoval najnižje vrednosti faznega zamika, kar pomeni, da je bilo njegovo obnašanje izmed vseh najbolj elastično. Pri višjih frekvencah pa je največji vpliv elastične komponente izkazoval bitumen iz asfaltne mešanice s 60 % RA. Po dodatku pomlajevalca se je višala vrednost sestavljene krivulje faznega zamika, kar pomeni, da se je večal viskozni in manjšal elastični doprinos k viskoelastičnemu obnašanju materiala.



Slika 90: Sestavljeni spekter faznega zamika δ za ekstrahirane bitumne

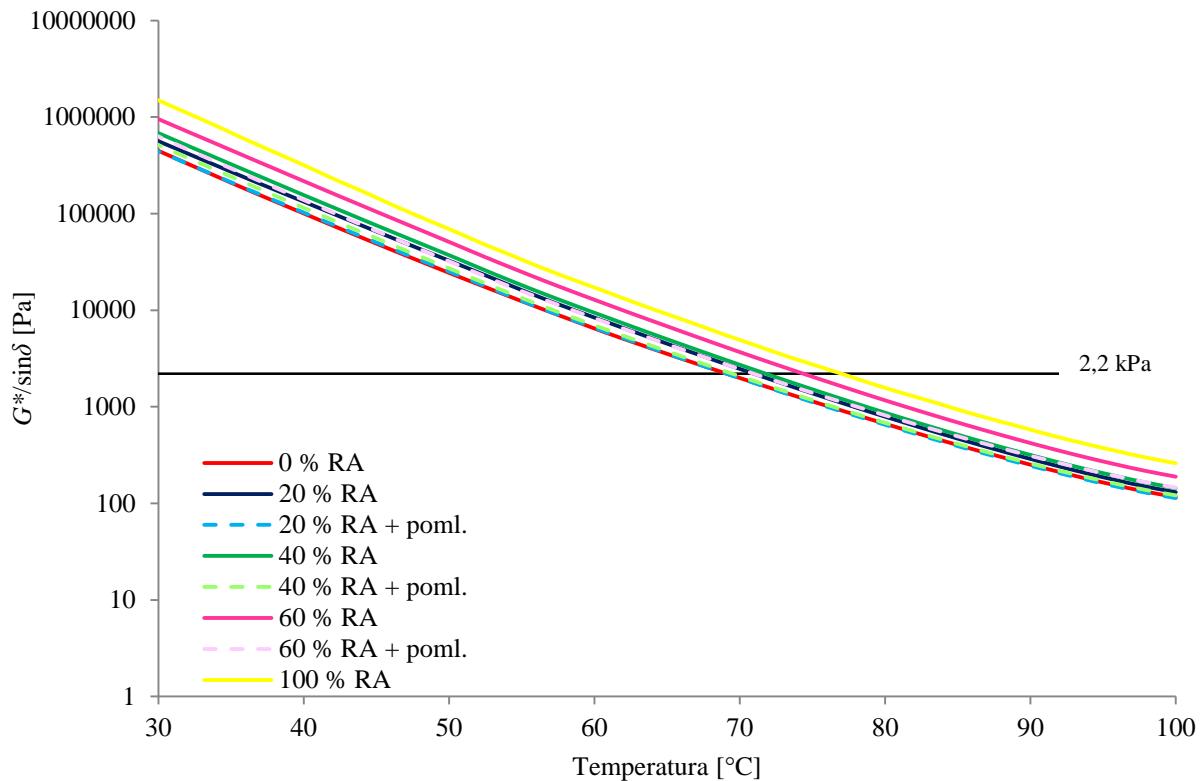
Figure 90: Phase angle δ master curve for extracted bitumen

Nestaran bitumen mora izpolnjevati kriterij, $J'' \geq 1 \text{ kPa}$, ki preprečuje nastanek kolesnic. V smernicah SHRP je zapisana tudi zahteva za kratkoročno starane bitumne (RTFOT staranje), ki pravi, da mora biti: $J'' \geq 2,2 \text{ kPa}$ [106]. Ekstrahiran bitumen asfaltnih mešanic, ki so bile pripravljene v laboratoriju, vendar nikoli vgrajene in izpostavljene nadaljnemu staranju, je bil samo kratkoročno staran. V spodnji preglednici 39 so podane temperature, pri katerih je bil izpolnjen parameter tvorbe kolesnic kratkoročno staranega ekstrahiranega bitumna. Razvidno je (slika 91), da je dodatek RA zvišal temperaturo kriterija, kar ugodno vpliva na lastnosti asfaltne mešanice. Po dodatku pomlajevalca se je temperatura znižala, vendar ne pod temperaturo kontrolne mešanice.

Preglednica 39: Temperatura, pri kateri je bil izpolnjen kriterij tvorbe kolesnic ekstrahiranega bitumna

Table 39: Temperature at which the rutting parameter fulfilled the criterion for extracted bitumen

$G^* \sin \delta = 2,2 \text{ kPa}$	$T [\text{°C}]$
0 % RA	69,1
20 % RA	71,0
20 % RA + poml.	69,1
40 % RA	71,9
40 % RA + poml.	69,5
60 % RA	74,4
60 % RA + poml.	71,0
100 % RA	77,0



Slika 91: Temperaturna odvisnost parametra tvorbe kolesnic ekstrahiranega bitumna

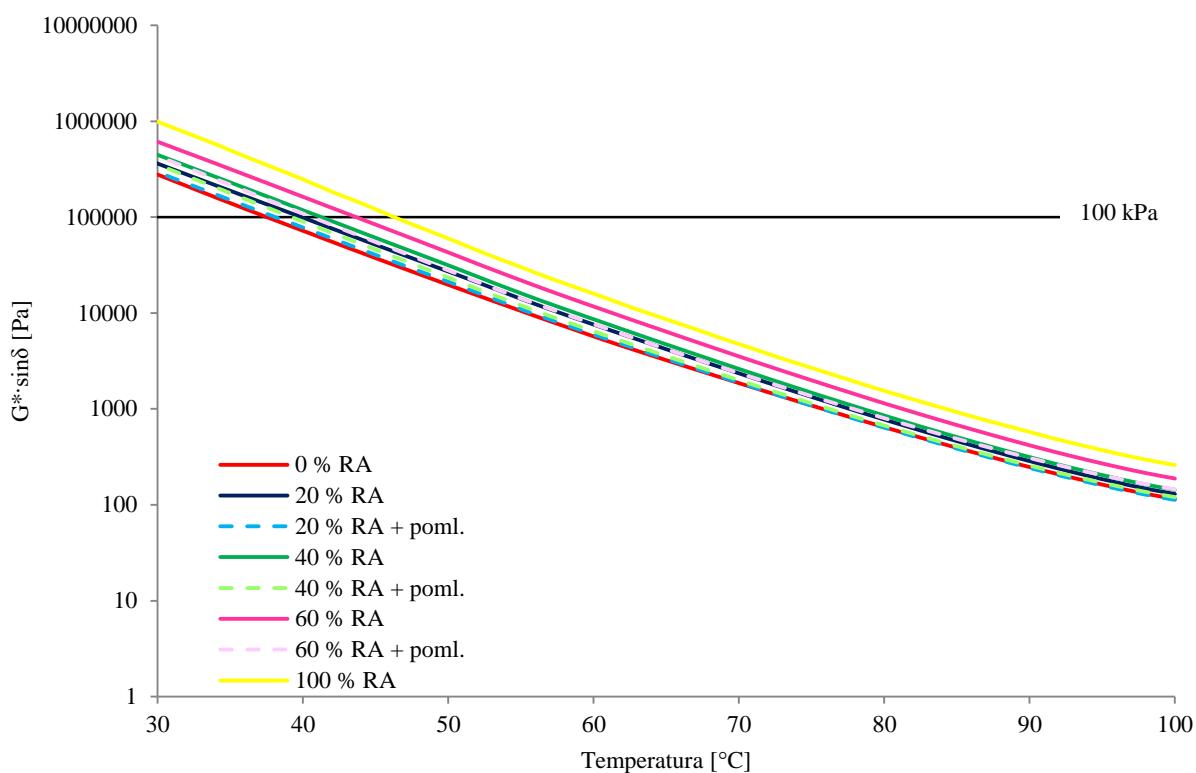
Figure 91: Temperature dependency of rutting parameter for extracted bitumen

Preverili smo tudi odpornost ekstrahiranega bitumna proti utrujanju (slika 92, preglednica 40). Tudi v tem primeru so vsi vzorci izkazovali vrednosti pod mejo 5 MPa, ki je določena v smernicah SHRP [106], zato smo kriterij utrujanja ponovno odčitavali pri meji 100 kPa, $G^*\cdot\sin\delta \leq 100$ kPa. Temperatura se je z dodajanjem RA višala, kar je bilo pričakovano, saj je vezivo v asfaltni mešanici zaradi bitumna iz RA postalo trše in bolj togo. Po dodatku pomlajevalca se je temperatura znižala, torej lahko zaključimo, da je imel pomlajevalec ugoden vpliv na lastnosti asfalta.

Preglednica 40: Temperatura, pri kateri je bil izpolnjen kriterij utrujanja ($G^*\cdot\sin\delta = 100$ kPa) ekstrahiranega bitumna

Table 40: Temperature at which the fatigue parameter fulfilled the criterion for extracted bitumen

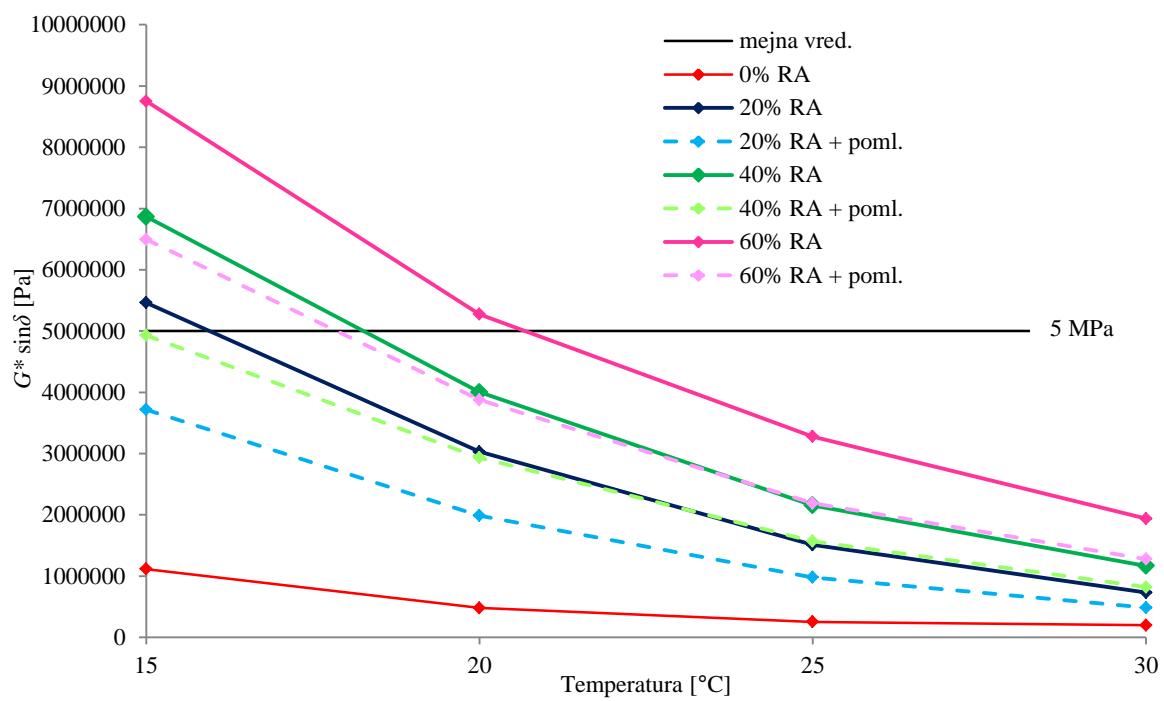
$G^*\cdot\sin\delta = 100$ kPa	T [°C]
0 % RA	37,6
20 % RA	39,9
20 % RA + poml.	38,1
40 % RA	41,3
40 % RA + poml.	39,3
60 % RA	43,7
60 % RA + poml.	40,7
100 % RA	46,3



Slika 92: Temperaturna odvisnost parametra utrujanja ekstrahiranega bitumna ($T: 100^{\circ}\text{C} \rightarrow 30^{\circ}\text{C}$)

Figure 92: Temperature dependency of fatigue cracking parameter for extracted bitumen ($T: 100^{\circ}\text{C} \rightarrow 30^{\circ}\text{C}$)

Kriterij utrujanja smo preverili tudi v nižjem temperaturnem območju, od 15°C do 30°C tako, da smo z rotacijskim viskozimetrom merili $G^* \cdot \sin\delta$ pri posameznih temperaturah (slika 93). Rezultati so pokazali, da dodatek pomlajevalca zniža krivulje za eno stopnjo dodanega RA; npr. krivulja bitumna 40 % RA + poml. se je prekrivala s krivuljo za 20 % RA.

Slika 93: Temperaturna odvisnost parametra utrujanja ekstrahiranega bitumna ($T: 30\text{ }^{\circ}\text{C} \rightarrow 15\text{ }^{\circ}\text{C}$)Figure 93: Temperature dependency of fatigue cracking parameter for extracted bitumen ($T: 30\text{ }^{\circ}\text{C} \rightarrow 15\text{ }^{\circ}\text{C}$)

8 ZAKLJUČKI

V okviru predstavljene naloge smo testirali več pirolitskih produktov in na podlagi rezultatov izbrali najbolj ustreznega za namen "alternativnega" pomlajevalca. Pirolitski produkt 14, ki je bil izbran, izkazuje homogeno strukturo, pri sobni temperaturi je v trdnem stanju, steče pa s segrevanjem na višje temperature. Na prvi pogled je zelo podoben bitumnu. Omenjene lastnosti so pomembne, saj mora biti pomlajevalec kompatibilen z bitumnom, s katerim bo tvoril vezivo v asfaltnih mešanicah z dodanim RA. Preliminarna testiranja so pokazala, da ima PP 14 nižjo temperaturo zmehčišča kot osnovni bitumen. To je prva smernica, ki kaže na primernost uporabe kot pomlajevalca, saj smo sklepali, da bo pomlajevalec znižal visoko temperaturo zmehčišča staranega bitumna. Rezultati opravljenih raziskav so to domnevo tudi potrdili. Pirolitski produkt PP 14 je poleg omenjenih pozitivnih lastnosti izkazoval tudi ugodne vrednosti točke pretrgališča po Fraassu, ki je znašala kar -21,7 °C, kar je 10,9 °C manj kot pri osnovnem bitumnu. V mešanicah s staranim in osnovnim bitumnom se nizka vrednost pretrgališča po Fraassu ni ohranila. PP 14 je imel znatno večjo vrednost penetracije v primerjavi z osnovnim bitumnom. Penetracijo osnovnega in staranega bitumna smo tako z dodajanjem PP 14 povečali. Rezultati osnovnih mehanskih testov pirolitskega produkta 14, osnovnega bitumna, staranega bitumna in mešanic PP 14 z bitumnom so pokazali, da je pirolitski produkt zmehčal bitumen, kar je bil tudi osnovni namen pomlajevalca.

V naslednjem sklopu raziskave smo želeli določiti optimalni delež pomlajevalca, ki bi izboljšal lastnosti staranega bitumna iz recikliranega asfalta. Raziskave smo izvedli na laboratorijsko dolgoročno staranemu bitumnu. Pri dodajanju pomlajevalca smo bili na zgornji meji omejeni, saj je pripravljen pirolitski produkt vseboval policiklične aromatske ogljikovodike (PAH), ki so strupeni. Tako smo izdelali mešanice bitumna z dodanim pomlajevalcem v deležih: 3 %, 5 %, 10 % in 20 %. Rezultati temperature zmehčišča in penetracije kažejo, da se je bitumen zaradi pomlajevalca zmehčal, saj se je zmehčišče znižalo, penetracija pa povečala. Pretrgališče po Fraassu se je pri staranem bitumnu po dodatku pomlajevalca povišalo, kar kaže na poslabšanje lastnosti bitumna.

Kljub dodanemu pomlajevalcu se je pri testu duktilnosti raztezek pri nestaranih bitumnih ohranil, pri staranih bitumnih pa se je po dodatku pomlajevalca povečal. Se je pa sorazmerno z večanjem dodatka pomlajevalca znižala največja sila, ki jo je vzorec prenesel.

Elastična povratnost nestaranih bitumnov se zaradi pomlajevalca ni spremojala, pri staranih bitumnih pa se je zaradi pomlajevalca znižala.

Pri mešanju bitumna in pomlajevalca sta pričakovana dva efekta; prvi je učinek mešanja, pri katerem pride do linearnih sprememb lastnosti mešanice; drugi pa je strukturno interakcijski učinek, pri katerem govorimo o nelinearnih spremembah lastnosti mešanice. Razlike med izmerjenimi in, po zakonu mešanja, izračunanimi vrednostmi zmehčišča nakazujejo na nelinearno obnašanje mešanic. Nelinearni vpliv lahko opazimo tudi pri pretrgališču po Fraassu. Rezultati testa po Fraasu so znak kompleksnih interakcij bitumna s pomlajevalcem (absorpcijski ali strukturni učinek). Evidenten znak linearne mešanja lahko opazimo pri krivuljah odvisnosti sile od raztezka, kjer se je maksimum krivulje pri dodatku pomlajevalca proporcionalno znižal. Vpliva nelinearnosti nismo opazili, saj se raztezek pri največji sili zaradi dodanega pomlajevalca ni spremenil.

Rezultati standardnih mehanskih raziskav kažejo, da je pomlajevalec deloval v skladu z našimi pričakovanji. Vendar pa celovita obnova staranega bitumna tudi pri najvišji koncentraciji dodanega pomlajevalca ni bila dosežena. Dobljeni rezultati kažejo samo delno obnovo staranega bitumna.

Pri testih obvitosti agregata z bitumnom se je najslabše odrezala prav mešanica bitumna s pomlajevalcem. Ker smo test naredili samo na nestaranem bitumnu, lahko sklepamo, da je pomlajevalec poslabšal kohezijo in je preveč zmehčal bitumen, zato so bili rezultati testa slabši od pričakovanih.

V nadaljevanju raziskave smo se poglobili v reologijo bitumna in njegovih mešanic s pomlajevalcem. Že prvi izsledki temperature mešanja in vgrajevanja kažejo na pozitiven vpliv dodanega pomlajevalca, saj so se le-te z večanjem količine pomlajevalca nižale. To pa nadalje pomeni možnost mešanja in vgrajevanja asfaltnih mešanic pri nižjih temperaturah, kar vodi do prihranka pri energiji, zmanjšanja emisij in ogljikovega odtisa.

Pogled v obnašanje frekvenčno odvisnih modulov pokaže, da je struktura čistega PP najmehkejša, saj je ta vzorec izkazoval najnižje vrednosti kompleksnega strižnega modula, G^* . Podobna splošna oblika krivulj nakazuje na kompatibilnost bitumna B50/70 s pomlajevalcem PP. Laboratorijsko staranje je povečalo trdnost bitumna, kar se je odražalo z višjimi vrednostmi G^* glede na vrednosti modula nestaranega bitumna. Pomlajevalec je bitumen mehčal, saj so se vrednosti G^* zmanjšale.

Sestavljen spekter faznega zamika pomlajevalca se je, v nasprotju z mehanskim spektrom kompleksnega modula, zelo razlikoval od spektra osnovnega bitumna. Učinek pomlajevalca pri odzivu bitumna je bil opazen pri višjih frekvencah, kar ustreza nižjim temperaturam. Zaradi dodanega pomlajevalca so se vrednosti faznega zamika povečale, kar pomeni, da se je višal viskozni in manjšal elastični doprinos k viskoelastičnemu odzivu materiala.

Mehanska spektra modulov akumulacije energije (G') in energetskih izgub (G'') sta naraščala z višanjem frekvence pri vseh preučevanih vzorcih. Vzorci nestaranega bitumna in pomlajevalca so se v celotnem frekvenčnem območju obnašali kot viskoelastične tekočine, saj je modul energetskih izgub prevladoval nad modulom akumulacije energije. Pri staranih bitumnih je bil v področju visokih frekvenc modul akumulacije energije večji od modula energetskih izgub, pri določni frekvenci (t. i. točki sečišča) pa je prišlo do prehoda, ko je modul energetskih izgub začel prevladovati nad akumulacijskim modulom. Pri višjih frekvencah se je torej staran bitumen obnašal kot viskoelastična trdna snov, medtem ko se je pri nižjih frekvencah njegovo obnašanje povrnilo k obnašanju viskoelastične tekočine. Dodatek pomlajevalca je znižal vrednosti obeh modulov, hkrati pa so se premaknile točke sečišča proti višjim frekvencam. Delovanje pomlajevalca se je tudi pri teh testih pokazalo kot koristno, vendar tudi tokrat dokončna obnova staranega bitumna ni bila dosežena.

Diskretni relaksacijski spektri so pokazali, da se je elastični modul staranih bitumnov v primerjavi z nestaranimi bitumi povišal, z dodatkom pomlajevalca pa smo dosegli njegovo znižanje, pri čemer pa pomlajevalec ni vplival na relaksacijski čas vzorcev.

Dodatek staranega bitumna razumemo kot prednost pri merjenju odpornosti na oblikovanje kolesnic. Preverili smo, kako vpliva dodatek pomlajevalca na lastnosti bitumna. Rezultati so pokazali, da je pomlajevalec zmehčal bitumen in tako znižal odpornost bitumna na nastanek kolesnic.

Razpoke zaradi utrujanja nastanejo pri nižjih temperaturah. V tem primeru smo pričakovali, da se bo staran bitumen slabše obnašal, saj je bolj krhek. Z mehčanjem bitumna zaradi dodanega pomlajevalca

pa naj bi se odpornost bitumna na nastanek razpok zaradi ponavljanja obtežbe izboljšala. Rezultati BBR raziskav so potrdili naša pričakovanja, saj se je odpornost z dodajanjem pomlajevalca v resnici povečala.

Reološka testiranja smo nadaljevali v nizkotemperaturnem območju. Pri nizkih temperaturah postane bitumen krhek. Standardna parametra BBR raziskav, S_{60} in m_{60} , sta se po pričakovanju z dodajanjem pomlajevalca izboljševala. Opazili smo tudi, da so se rezultati staranega bitumna z dodanim 20 % pomlajevalcem približali vrednostim osnovnega bitumna. Tudi rezultati BBR meritev (togost v odvisnosti od časa), ki smo jih uporabili za sestavo mehanskih spektrov, so bili zelo spodbudni, saj se je krivulja togosti pomlajenega bitumna zelo dobro približala krivulji osnovnega bitumna.

S pomočjo interkonverzije smo določili novi materialni funkciji; statični strižni relaksacijski modul $G(t)$ in statični enoosni relaksacijski modul $E(t)$. Moduli $G(t)$ so se zaradi staranja povišali, z naraščanjem količine pomlajevalca pa so se zniževali. Podobno kot pri $G(t)$ vidimo, da so se moduli $E(t)$ zaradi staranja zvišali. Pomlajevalec je znižal vrednosti modula $E(t)$ tako, da je vzorec staranega bitumna z največ pomlajevalca skoraj dosegel prvotne vrednosti modula nestaranega bitumna.

Nadaljnja analiza časovne stabilnosti je pokazala, da je pomlajevalec skrajšal relaksacijski čas v nizko-in visokotemperaturnem območju. V nizkotemperaturnem območju je bitumen bolj strukturiran, zato je bil proces relaksacije napetosti počasnejši in so bili relaksacijski časi daljši.

Za opis testa lezenja in obnove štiriparametrski Burgersov model ni zadostoval, zato smo mu dodali Kelvin-Voightov model in tako dobili šestparametrski model. Trenutni elastični odziv J_0 je bil pri vseh testiranih vzorcih majhen, kar kaže na to, da so bili vzorci pri 40 °C izredno togi. Pomlajevalec je pri nestaranem bitumnu zviševal vrednost parametra J_0 , pri staranem bitumnu pa jo je zmanjševal. Po pričakovanjih se je viskoznost uporabljenega modela po staranju zvišala, saj je bitumen otrdel in postal bolj tog. Večje so bile tudi razlike med viskoznostjo v fazi lezenja in v fazi obnove. Pomlajevalec je bitumen mehčal, zato se je viskoznost zmanjševala.

Čeprav so bile meritve izvedene v linearno viskoelastičnem območju, so bili relaksacijski časi daljši od retardacijskih. V fazi obnove, ko odvzamemo napetost, je notranja struktura bitumna tista, ki sili material v prvotno stanje. Relaksacija je tako odvisna od posameznih komponent v bitumnu in je posledično počasnejša [111].

V ospredje pri raziskovalnem delu vse bolj prihaja računalniško modeliranje. Simuliranje procesov sicer ne more nikoli popolnoma nadomestiti eksperimentalnega laboratorijskega dela, lahko pa ga uspešno dopolni. Tudi v našem delu smo uporabili modeliranje reološkega obnašanja. Na podlagi sestavljenih mehanskih spektrov smo aproksimirali reološke modele in nato primerjali njihovo natančnost napovedovanja viskoelastičnega obnašanja snovi. Rezultati so pokazali, da dobimo najboljše napovedi z uporabo Sigmoidalnega modela. Prednost Al-Qadi modela je, da ga lahko uporabimo za napoved faznega zamika. Razlike med napovedanimi in dejanskimi vrednostmi kompleksnega strižnega modela so bile majhne; največ odstopanj je bilo v območjih nizkih in visokih frekvenc oscilacije.

Posebej smo modelirali tudi viskozno obnašanje vzorcev. Rezultati kažejo, da uporabljeni modeli omogočajo dobro napoved parametrov, prav tako smo ugotovili, da je med uporabljenimi modeli malo razlik.

Posebej smo določevali nično strižno viskoznost – ZSV, ki je parameter vzorca, ki ga dejansko ne moremo izmeriti in je v resnici samo teoretični koncept. S pomočjo eksperimentalnih testov smo ta parameter določevali na tri različne načine, določili pa smo ga tudi na podlagi prej omenjenih modelov za napovedovanje viskoznosti. Ker smo ZSV na podlagi treh različnih testov določili pri frekvenci, ki ni bila enaka nič, to kvečjemu pomeni, da smo določili viskoznost pri nizki frekvenci, ne pa pri nični frekvenci. S tega vidika je mogoče izpostaviti uporabnost modelov, pri katerih lahko določimo ZSV pri nični frekvenci. V praksi je to zaradi omejitve meritnih instrumentov zaenkrat nemogoče. Omenjeni trije načini določanja ZSV lahko služijo kot dobra primerjava trendov spreminjanja ZSV. Iz dobljenih rezultatov smo razbrali, da se je ZSV zvišala, ko se je bitumen postaral, z dodajanjem pomlajevalca pa se je njena vrednost zniževala.

Reološki testi so v primerjavi z mehanskimi precej novi. Uveljavljajo se predvsem v zadnjih letih, saj lahko z njimi dobro opišemo viskoelastično naravo bitumna in njegovih mešanic. Kljub temu pa so zaenkrat še mnogo manj uveljavljeni kot tradicionalne empirične metode. V končnem delu raziskav bitumna smo zato preverjali možne linearne povezave med nekaterimi mehanskimi in reološkimi parametri. V nekaterih primerih smo dobili dobro povezavo samo pri nestaranih oziroma staranih vzorcih, pri nekaterih pa smo izračunali dobre korelacije za vse vzorce. Potrdili smo dobre korelacije med empiričnima standardnima testoma, penetracijo in zmehčiščem ter kriterijem nastanka kolesnic oziroma kriterijem utrujanja.

Na podlagi rezultatov pomlajevanja staranega bitumna smo se odločili, da bomo v asfaltne mešanice dodajali največjo količino pomlajevalca, tj. 20 % glede na količino staranega bitumna iz RA. Prvi problem, ki se pri tem pojavi, je sestava ustrezne sejalne krivulje, ko uporabimo RA. V našem delu smo RA najprej presejali na posamezne podfrakcije, na podlagi tega sestavili sejalno krivuljo RA in nato dodajali RA v ustreznih količinah. Na ta način smo pripravili asfaltne mešanice z ustrezno sestavo agregata in s tem pri vseh asfaltnih mešanicah izpolnili tudi na začetku določen delež bitumna (5 %). Rezultati so pokazali, da med mešanicami z različnimi deleži RA ni bilo večjih razlik med prostorninskimi masami.

Določili smo tudi delež dodanega svežega bitumna, staranega bitumna iz RA in pomlajevalca glede na celotno vezivo oz. celotno maso posameznih asfaltnih mešanic. Pomlajevalec v celotnem vezivu je predstavljal delež med 3,42 % in 10,26 %, v celotni masi asfalta pa med 0,17 % in 0,51 %. Te številke so za različne pomlajevalce različne, vendar lahko v literaturi zasledimo vrednosti v tem velikostnem razredu [48], [85], [160].

Rezultati so pokazali, da se občutljivost na vodo asfaltnih mešanic z dodajanjem RA manjša. Količnik ITSR se je namreč večal z vsako stopnjo dodanega RA. Z dodanim pomlajevalcem se občutljivost na vodo ni spremenila. RA je izboljšal adhezijo in kohezijo, pomlajevalec pa ni poslabšal kohezije, čeprav je mehčal bitumen. V vseh primerih se je občutljivost na vodo glede na osnovno mešanico zmanjšala.

Natezna trdnost se je z večjim deležem RA povisovala, kar je v skladu z rezultati občutljivosti na vodo. ITS se je znižala v primeru dodanega pomlajevalca, kar lahko pripišemo nekoliko poslabšani koheziji.

Rezultati ohlajevalnega testa so pokazali, da RA poslabša lastnosti asfaltnih mešanic, pri čemer se odpornost na nastanek razpok izboljša ob dodatku pomlajevalca do te mere, da ima asfaltna mešanica z največjim deležem RA in pomlajevalcem boljše lastnosti kot osnovna asfaltna mešanica.

Opravili smo tudi raziskavo ekstrahiranega bitumna iz asfaltnih mešanic. Standardne mehanske raziskave so potrdile pričakovane rezultate. Temperatura zmehčišča se je zaradi dodanega RA zviševala, pri dodatku pomlajevalca pa se je znižala. Pomlajevalec je znižal temperaturo za eno stopnjo dodanega RA, to pomeni, da je bila temperatura zmehčišča vzorca 60 % RA + poml. Podobna temperaturi vzorca 40 % RA. Trend spreminjanja penetracije je bil enak kot pri spreminjanju zmehčišča, prav tako se je penetracija zaradi pomlajevalca povečala za eno stopnjo dodanega RA. Pretrgališče po Fraassu se je zaradi RA poslabšalo, nekoliko se je izboljšalo zaradi dodanega pomlajevalca.

Tudi reološke raziskave so potrdile, da je zaradi dodanega RA bitumen v asfaltnih mešanicah otrdel in se nato zaradi dodanega pomlajevalca zmehčal.

Bitumen je zaradi RA postal bolj tog, kar je ugodno vpliva na odpornost proti nastanku kolesnic, hkrati pa neugodno vpliva na nastanek razpok zaradi utrujanja. To tudi pomeni, da je vpliv pomlajevalca na nastanek kolesnic neugoden, ampak preprečuje nastanek razpok. Rezultati testov ekstrahiranega bitumna so pokazali, da lahko z dodanim pomlajevalcem povečamo stopnjo RA za 20 %.

Doktorska disertacija je prispevala najmanj tri bistvene prispevke k znanosti:

- s postopkom pirolize je bil pripravljen alternativni pomlajevalec iz odpadnih gum,
- s standardnimi in nestandardnimi metodami je bila dokazana delna obnova laboratorijsko staranega bitumna z dodanim alternativnim pomlajevalcem,
- s standardnimi in nestandardnimi metodami je bila ob uporabi alternativnega pomlajevalca dokazana možnost povečanega deleža RA v asfaltu.

Rezultati raziskav so bili in še bodo objavljeni v revijah s faktorjem vpliva [161], [162].

V nadaljevanju obstaja še veliko možnosti za raziskave alternativnih pomlajevalcev. Sam pomlajevalec bi bilo možno še izboljšati, predvsem pa preprečiti vsebnost PAH-ov. Na ta način bi lahko povečali delež pomlajevalca v asfaltnih mešanicah.

Pri asfaltnih mešanicah se lahko raziskave usmerijo k določanju vpliva lastnosti RA (izvor, način shranjevanja) na asfaltno mešanico. Pri uporabi RA se moramo namreč zavedati njegove spremenljivosti. RA je material, odstranjen iz ceste, vsebuje pa tudi material raznih popravil in morebitnih prevlek. V recikliranem asfaltu so tako zmešane odstranjene zaporne, obrabne in vezne plasti. Za bolj učinkovito ponovno uporabo bi bilo priporočljivo, da bi se recikliran asfalt iz različnih odsekov shranjeval posebej in se med seboj ne bi mešal.

Raziskave uporabe recikliranega asfalta in njegova uporaba spodbujajo uporabo odpadnega materiala in na tak način prispevajo k ohranjanju okolja ter zmanjšanju emisij.

VIRI

- [1] Henigman, S., Bašelj R., Britovšek Z., Cotič, Z., Donko, D., Fortuna, I., Jurgele, M., Lamut, T., Ljubič, A., Naglič, O., Prešeren, M., Prosen, J., Tušar, M., Žmavc, J. 2011. Asfalt, 2. izdaja. Ljubljana, Združenje asfalterjev Slovenije: 334 str.
- [2] European Asphalt Pavement Association. Asphalt in Figures 2014.
http://www.eapa.org/userfiles/2/Asphalt%20in%20Figures/AIF_2014_16022016.pdf (Pridobljeno 27. 2. 2016)
- [3] European Asphalt Pavement Association. Asphalt in Figures 2008.
http://www.eapa.org/usr_img/asphalt/AsphaltinFigures2008.pdf (Pridobljeno 17. 2. 2016.)
- [4] European Tyre & Rubber Manufacturers' Association. Statistics - Edition 2014.
[http://www.etrma.org/uploads/Modules/Documentsmanager/20150408---statistics-booklet-2014-final-\(modified\).pdf](http://www.etrma.org/uploads/Modules/Documentsmanager/20150408---statistics-booklet-2014-final-(modified).pdf) (Pridobljeno 17. 2. 2016.)
- [5] Direktiva sveta 1999/31/ES o odlaganju odpadkov na odlagališčih. 1999.
<http://eur-lex.europa.eu/legal-content/SL/TXT/PDF/?uri=CELEX:31999L0031&from=SL> (Pridobljeno 5. 10. 2015.)
- [6] Presti, D. L. 2013. Recycled Tyre Rubber Modified Bitumens for road asphalt mixtures: A literature review. Construction and Building Materials 49: 863-881.
doi:10.1016/j.conbuildmat.2013.09.007
- [7] European Tyre & Rubber Manufacturers' Association. Annual report 2013/2014.
http://www.etrma.org/uploads/Modules/Documentsmanager/etrma-annual-report-2014_web_single_pages.pdf (Pridobljeno 27. 2. 2016.)
- [8] Sienkiewicz, M., Kucinska-Lipka, J., Janik H., Balas, A. 2012. Progress in used tyres management in the European Union: A review. Waste Management 32: 1742-1751.
doi:10.1016/j.wasman.2012.05.010
- [9] Zakon o varstvu okolja. Uradni list RS št. 56/15.
- [10] Uredba o odpadkih. Uradni list RS št. 37/2015.
- [11] Uredba o ravnanju z odpadki, ki nastanejo pri gradbenih delih. Uradni list RS št. 34/08.
- [12] Uredba o ravnanju z izrabljenimi gumami. Uradni list RS št. 63/09.
- [13] Direktiva 2008/98/ES Evropskega sveta in parlamenta z dne 19. novembra 2008 o odpadkih in razveljavitvi nekaterih direktiv. 2008.
<http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:2008:312:0003:0030:SL:PDF> (Pridobljeno 5. 10. 2015.)
- [14] Sklep komisije z dne 18. decembra 2014 o spremembi Odločbe Komisije 2000/532/ES o seznamu odpadkov v skladu z Direktivo 2008/98/ES Evropskega parlamenta in Sveta. 2014/955/EU. 2014.
<http://eur-lex.europa.eu/legal-content/SL/TXT/PDF/?uri=CELEX:32014D0955&from=SL> (Pridobljeno 5. 10. 2015.)
- [15] Report of the World Commission on Environment and Development: Our Common Future.

1987.
<http://www.un-documents.net/our-common-future.pdf> (Pridobljeno 5. 10. 2015.)
- [16] 6. Okoljski akcijski program. 2002.
http://www.npvo.si/dokumenti/sesti_okoljski_akcijski_program.pdf (Pridobljeno 5. 10. 2015.)
- [17] New EAP - New environment action programme to 2020 - questions and answers. 2012.
http://europa.eu/rapid/press-release_MEMO-12-908_en.htm (Pridobljeno 5. 10. 2015.)
- [18] Ministrstvo za okolje in prostor. Odpadek je vir surovin.
http://www.mop.gov.si/si/delovna_podrocja/odpadki/odpadek_je_vir_surovin/ (Pridobljeno 5. 10. 2015.)
- [19] Tarrer, A. R., Wagh, V. 1991. The Effect of the Physical and Chemical Characteristics of the Aggregate on Bonding. Washington, DC, Strategic Highway Research Program, National Research Council: 23 str.
<http://onlinepubs.trb.org/onlinepubs/shrp/SHRP-91-507.pdf> (Pridobljeno 7. 11. 2015.)
- [20] Hognies, M., Darque-Ceretti, E., Fezai H., Felder, E. 2011. Influence of the interfacial composition on the adhesion between aggregates and bitumen: Investigations by EDX, XPS and peel tests. International Journal of Adhesion and Adhesives 31, 4: 238-247.
doi:10.1016/j.ijadhadh.2011.01.005
- [21] Airey, G. D., Collop, A. C., Zoorob, S. E., Elliott, R. C. 2008. The influence of aggregate, filler and bitumen on asphalt mixture moisture damage. Construction and Building Materials 22, 9: 2015-2024.
doi:10.1016/j.conbuildmat.2007.07.009
- [22] Abo-Qudais, S., Al-Shweily, H. 2007. Effect of aggregate properties on asphalt mixtures stripping and creep behavior. Construction and Building Materials 21, 9: 1886-1898.
doi:10.1016/j.conbuildmat.2005.07.014
- [23] S. Cui, S., Blackman, B. R. K., Kinloch, A. J., Taylor, A. C. 2014. Durability of asphalt mixtures: Effect of aggregate type. International Journal of Adhesion & Adhesives 54: 100-111.
doi:10.1016/j.ijadhadh.2014.05.009
- [24] Airey, G. D. 1997. Rheological Characteristics of Polymer Modified and Aged Bitumens. Doktorska disertacija. Nottingham, University of Nottingham, Department of Civil Engineering (samozaložba G. D. Airey): 340 f.
<https://www.nottingham.ac.uk/research/groups/ntec/documents/theses/aireyphdthesis.pdf> (Pridobljeno 16. 3. 2014.)
- [25] Branthaver, J. F., Petersen, J. C., Robertson, R. E., Duvall, J. J., Kim, S. S., Harnsberger, P. M., Mill, T., Ensley, E. K., Barbour, F. A., Schabron, J. F. 1993. Binder Characterization and Evaluation Volume 2: Chemistry. Washington, DC, Strategic Highway Research Program, National Research Council: 294 str.
<http://onlinepubs.trb.org/onlinepubs/shrp/SHRP-A-368.pdf> (Pridobljeno 16. 11. 2014.)
- [26] Lesueur, D. 2009. The colloidal structure of bitumen: Consequences on the rheology and on the mechanisms of bitumen modification. Advances in Colloid and Interface Science 145, 1-2: 42-82.

- doi:10.1016/j.cis.2008.08.011
- [27] Read, J., Whiteoak, D. 2003. The Shell Bitumen handbook, 5. izdaja. London, Thomas Telford: 460 str.
- [28] Hofko, B. Handle, F., Eberhardsteiner, L., Hospodka, M., Blab, R., Füssl J., Grothe, J. 2015. Alternative Approach Toward the Aging of Asphalt Binder. *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board* 2505: 24-31.
doi: <http://dx.doi.org/10.3141/2505-04>
- [29] Ruan, Y., Davison, R. R., Glover, C. J. 2003. Oxidation and Viscosity Hardening of Polymer-Modified Asphalts. *Energy & Fuels* 17: 991-998.
doi: 10.1021/ef0202211
- [30] Pfeifer, J., Saal, R. N. J. 1940. Asphaltic bitumen as colloid system. *Journal of Physical Chemistry* 44, 2: 139-149.
doi: 10.1021/j150398a001
- [31] Yusoff, N. I., Shaw, M. T., Airey, G. 2011. Modelling the linear viscoelastic rheological properties of bituminous binders. *Construction and Building Materials* 25, 5: 2171-2189.
doi:10.1016/j.conbuildmat.2010.11.086
- [32] Loeber, L., Muller, G., Morel, J., Sutton, O. 1998. Bitumen in colloid science: a chemical, structural and rheological approach. *Fuel* 77, 13: 1443-1450.
doi:10.1016/S0016-2361(98)00054-4
- [33] SIST EN 1426:2007. Bitumen in bitumenska veziva - Določanje penetracije z iglo.
- [34] SIST EN 1427:2007. Bitumen in bitumenska veziva - Določanje zmehčišča - Metoda prstana in kroglice.
- [35] Wu, J. 2009. The influence of mineral aggregates and binder volumetrics on bitumen ageing. Doktorska disertacija. Nottingham, University of Nottingham, Department of Civil Engineering (samozaložba J. Wu): 220 f.
[https://www.nottingham.ac.uk/research/groups/ntec/documents/theses/wu,jiantao\(jed\)thesis15-6-09.pdf](https://www.nottingham.ac.uk/research/groups/ntec/documents/theses/wu,jiantao(jed)thesis15-6-09.pdf) (Pridobljeno 16. 1. 2015.)
- [36] Karlsson, R., Isacsson, U. 2006. Material-related aspects of asphalt recycling – State-of-the-art. *Journal of Materials in Civil Engineering* 18, 1: 81 – 92.
doi:10.1061/(ASCE)0899-1561(2006)18:1(81)
- [37] Lu, X., Isacsson, U. 2001. Effect of ageing on bitumen chemistry and rheology. *Construction and Building Materials* 16, 1: 15 – 22.
doi:10.1016/S0950-0618(01)00033-2
- [38] Garcia, A., Schlangen, E., van de Ven, M., Sierra-Beltran, G. 2010. Preparation of capsules containing rejuvenators for their use in asphalt concrete. *Journal of hazardous materials* 184, 1-3: 603-611.
doi: 10.1016/j.jhazmat.2010.08.078
- [39] Tran, N. H., Taylor, A., Willis, R. 2012. Effect of rejuvenator on performance properties of HMA mixtures with high RAP and RAS content. Alabama, Auburn, NAPA Research and Education Foundation: 70 str.

- [\(Pridobljeno 19. 8. 2015.\)](https://www.eng.auburn.edu/research/centers/ncat/files/technical-reports/rep12-05.pdf)
- [40] Sanders, P. 2005. Silvia Project Report. Review of Recycling and Rejuvenation Procedures. Sustainable Road Surfaces for Traffic Noise Control, European Commission DG Tren - Growth, contract GRD2-2000-21801-SI2.335701: 34 str.
- [41] Al-Qadi, I. L., Elseifi, M., Carpenter, S. H. 2007. Reclaimed Asphalt pavement – a literature review. Research report FHWA-ICT-07-001. Illinois, Illinois center for transportation: 19 str. [\(Pridobljeno 25. 9. 2015.\)](https://www.ideals.illinois.edu/bitstream/handle/2142/46007/FHWA-ICT-07-001.pdf?sequence=2&isAllowed=y)
- [42] Brownridge, J. 2010. The Role of an Asphalt Rejuvenator in Pavement Preservation: Use and Need for Asphalt Rejuvenation. V: Compendium of Papers from the First International Conference on Pavement Preservation, Newport Beach, California, 13 – 15 april 2010. [\(Pridobljeno 5. 9. 2015.\)](https://www.pavementpreservation.org/icpp/paper/47_2010.pdf)
- [43] Asphalt Additive. Storimpex. [\(Pridobljeno 5. 7. 2016.\)](http://www.storimpex.de/index.php/de/de-produkte/asphalt-additive-de)
- [44] RheoFalt® HP-EM. [\(Pridobljeno 5. 7. 2016.\)](http://www.merktrading.com/fileadmin/images/news/Rheofalt_HP-EM_Vollversion.pdf)
- [45] Cyclogen. For Hot & Cold Recycling. Tricor Refining, LLC. [\(Pridobljeno 5. 7. 2016.\)](http://tricorrefining.com/cyclogen.php)
- [46] Anova™ Asphalt Rejuvenators. Cargill, Incorporated. [\(Pridobljeno 5. 7. 2016.\)](http://www.cargill.com/products/industrial/asphalt-solutions/rejuvenators/index.jsp)
- [47] Asphalt rejuvenators. McAsphalt Industries Limited. [\(Pridobljeno 5. 7. 2016.\)](http://www.mcaspahlt.com/products/asphalt-rejuvenators)
- [48] Yu, X., Zaumanis, M., dos Santos, S., Poulikakos, L. 2014. Rheological, microscopic, and chemical characterization of the rejuvenating effect on asphalt binders. Fuel 135: 162-171. doi:10.1016/j.fuel.2014.06.038
- [49] Peterson, G. D., Davison, R. R., Glover, C. J., Bullin, J. A. 1994. Effect of composition on asphalt recycling agent performance. Transportation Research Record, TRB, National Research Council 1436: 38-53. file:///C:/Users/User/Downloads/00669037.pdf (Pridobljeno 5. 3. 2015.)
- [50] Shen, J., Amirkhanian, S., Miller, J. A. Effects of Rejuvenating Agents on Superpave Mixtures Containing Reclaimed Asphalt Pavement. Journal of Materials in Civil Engineering 19, 5: 376-384. doi:10.1061/(ASCE)0899-1561(2007)19:5(376)
- [51] Chen, J., Chen, S., Liao, M., Huang, S. 2015. Laboratory Evaluation of Asphalt Blends of Recycling Agents Mixed with Aged Binders. Journal of Materials in Civil Engineering 27, 4, 2015.

- doi:10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0001081
- [52] Merusi, F., Giuliani, F. 2011. Rheological characterization of wax-modified asphalt binders at high service temperatures. *Materials and Structures* 44, 10: 1809-1820.
doi:10.1617/s11527-011-9739-4
- [53] Zaumanis, M., Mallick, R. B., Frank, R. 2013. Evaluation of rejuvenator's effectiveness with conventional mix testing for 100% RAP mixtures. V: TRB 92nd Annual Meeting Compendium of Papers, Washington DC, Transportation Research Board, 2013.
<http://raptech.us/library/TRB-213-Annual-Meeting-Evaluation-of-Rejuvenators.pdf>
(Pridobljeno 8. 2. 2016.)
- [54] Zaumanis, M. Rejuvenator screening study.
<https://sites.google.com/site/martinszaumanis/rap-research/rap-phase-1> (Pridobljeno 5. 7. 2016.)
- [55] Martinez, J. D., Puy, N., Murillo, R., Garcia, T., Navarro, M. V., Mastral, A. M. 2013. Waste tyre pyrolysis - A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* 23: 179 - 213.
doi:10.1016/j.rser.2013.02.038
- [56] Chaala, A., Ciochina, O. G., Roy, C. 1999. Vacuum pyrolysis of automobile shredder residues: use of the pyrolytic oil as a modifier for road bitumen. *Resources, Conservation and Recycling*, 26: 155-172.
doi:10.1016/S0921-3449(99)00003-8
- [57] Yousefi, A. A., Ait-Kadi, A., Roy, C. 2000. Effect of used-tire-derived pyrolytic oil residue on the properties of modified asphalts. *Fuel* 75: 975-986.
doi:10.1016/S0016-2361(99)00216-1
- [58] Chaala, A., Roy, C., Ait-Kadi, A. 1996. Rheological properties of bitumen modified with pyrolytic carbon black. *Fuel* 75, 13: 1575-1583.
doi:10.1016/0016-2361(96)00143-3
- [59] Roy, C., Chaala, A., Darmstadt, H. 1999. The vacuum pyrolysis of used tires: End-uses for oil and carbon black products. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 51, 1-2: 201-221.
doi:10.1016/S0165-2370(99)00017-0
- [60] Lah, B., Klinar, D., Likozar, B. 2013. Pyrolysis of natural, butadiene, styrene-butadiene rubber and tyre components: modelling kinetics and transport phenomena at different heating rates and formulations. *Chemical Engineering Science* 87: 1-13.
doi:10.1016/j.ces.2012.10.003
- [61] Cunliffe, A. M., Williams, P. T. 1998. Composition of oils derived from the batch pyrolysis of tyres. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 44, 2: 131-152.
doi:10.1016/S0165-2370(97)00085-5
- [62] Byrne, D. A. 2005. Recycling of asphalt pavements in new bituminous mixes. Doktorska disertacija. Edinburgh, Napier University, School of built environment (samozačlanba D. A. Byrne): 189 f.
<http://researchrepository.napier.ac.uk/3859/1/Byrne.pdf> (Pridobljeno 18. 1. 2016.)
- [63] West, R. C. 2010. Reclaimed asphalt pavement management: best practices. *Federal Highway*

- Administration. Alabama, Auburn, NAPA Research and Education Foundation: 31 str.
<http://www.morerap.us/files/rap-best-practices.pdf> (Pridobljeno 18. 3. 2015.)
- [64] TSC 06.800:2001. Tehnična specifikacija za javne ceste. Ponovna uporaba materialov v cestogranji recikliranje, Slovenski inštitut za standardizacijo, Ljubljana, letnik XI, št. 10/2001.
- [65] SIST EN 13108-8:2006. Bitumenske zmesi - Specifikacije materialov - 8. del: Ponovno uporabljen asfalt.
- [66] Hansen, K. R., Copeland, C. 2014. Annual Asphalt Pavement Industry Survey on Recycled Materials and Warm-Mix Asphalt Usage: 2009–2013. Washington, DC, Federal Highway Administration: 25 str.
https://www.asphaltpavement.org/PDFs/IS138/IS138-2013_RAP-RAS-WMA_Survey_Final.pdf (Pridobljeno 23. 8. 2015.)
- [67] McDaniel, R., Anderson, M. R. 2001. Recommended use of reclaimed asphalt pavement in the superpave mix design method: technical's manual. Washington, DC, Federal Highway Administration: 50 str.
http://onlinepubs.trb.org/onlinepubs/nchrp/nchrp_rpt_452.pdf (Pridobljeno 24. 8. 2015.)
- [68] Kumlanc, P. 2005. Reciklaža gradbenih odpadkov in ponovna uporaba v cestogradnji. Diplomska naloga, Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Fakulteta za gradbeništvo in geodezijo (samozaložba P. Kumlanc): 75 f.
- [69] European Asphalt Pavement Association. 2005. Industry Statement on the recycling of asphalt mixes and use of waste of asphalt pavements. Bruselj, EAPA.
http://www.eapa.org/usr_img/position_paper/industry_statement.pdf (Pridobljeno 24. 9. 2014.)
- [70] McDaniel, R. S., Anderson, M. R., Turner, P., Peterson, R. 2000. Recommended Use of Reclaimed Asphalt Pavement in the Superpave Mix Design Method. Transportation Research Board: 106 str.
http://onlinepubs.trb.org/Onlinepubs/nchrp/nchrp_w30-a.pdf (Pridobljeno 28. 9. 2014.)
- [71] Shah, A., McDaniel, R. S., Huber, G. A., Gallivan, V. L. 2007. Investigation of Properties of Plant-Produced Reclaimed Asphalt Pavement Mixtures. Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board, 1998: 103-11.
DOI: <http://dx.doi.org/10.3141/1998-13>
- [72] Copeland, A. 2011. Reclaimed Asphalt Pavement in Asphalt Mixtures: State of the Practice. Washington, DC, Federal Highway Administration: 49 str.
<https://www.fhwa.dot.gov/publications/research/infrastructure/pavements/11021/11021.pdf> (Pridobljeno 28. 11. 2014.)
- [73] Shu, X., Huang, B., Vukosavljevic, D. 2007. Laboratory Evaluation of Fatigue Characteristics of Recycled Asphalt Mixture. Construction and Building Materials 22: 1323-1330.
doi:10.1016/j.conbuildmat.2007.04.019
- [74] Kandhal, P. S., Rao, . S. S., Watson, D. E., Young, B. 1995. Performance of recycled hot mix asphalt mixtures. Alabama, National center for asphalt technology: 15 str.
<http://www.eng.auburn.edu/files/centers/ncat/reports/1995/rep95-01.pdf> (Pridobljeno 8. 10. 2013.)

- [75] Li, X., Marastenau, M. O., Williams, C. R., Clyne, T. R. 2008. Effect of Reclaimed Asphalt Pavement (Proportion and Type) and Binder Grade on Asphalt Mixtures. *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board* 2051: 90-97.
DOI: <http://dx.doi.org/10.3141/2051-11>
- [76] Bueche, N., Dumont, A. G., Vanelstraete, A., De Visscher, J., Vansteenkiste, S., Vervaecke, F., Gaspar, L., Thogersen, F. 2008. Laboratory and ALT-Evaluation of high stiffness underlayers with high percentage of re-use as developed in the NR2C- project. V: 4th Eurasphalt and Eurobitume Congress, Copenhagen, 21-23 maj 2008.
<https://infoscience.epfl.ch/record/116231> (Pridobljeno 26. 5. 2015.)
- [77] Valdes, G., Perez-Jimenez, F., Miro, R., Martinez, A., Botella, R. 2010. Experimental study of recycled asphalt mixtures with high percentages of reclaimed asphalt pavement. *Construction and Building Materials* 25: 1289 – 1297.
doi:10.1016/j.conbuildmat.2010.09.016
- [78] Zaumanis, M., Mallick, R. B., Frank, R. 2014. 100% recycled hot mix asphalt: A review and analysis. *Resources, Conservation and Recycling* 92: 230-245.
doi:10.1016/j.resconrec.2014.07.007
- [79] Grilli, A. Bocci, M., Cardone, F., Cont, C., Giorgini, I. E. 2013. Laboratory and In-Plant Validation of Hot Mix Recycling Using a Rejuvenator. *International Journal of Pavement Research and Technology* 6, 4: 364-371.
- [80] Artamendi, I., Bailey, H., Phillips, P., Allen, B. 2011. Rejuvenation of bituminous mixtures containing reclaimed asphalt with used vegetable oil. V: 5th International Conference Bituminous Mixtures and Pavements, Thessaloniki, 2011.
- [81] Su, K., Hachiya, Y., Maekawa, R. 2009. Effect of Recycling Rate and Asphalt Binder on the Performance of Recycled Asphalt Concrete for Airport Pavement Rehabilitation. *Road Materials and Pavement Design* 10, 2: 361-371.
- [82] Zaumanis, M., Mallick, R. B., Poulikakos, L., Frank, R. 2014. Influence of six rejuvenators on the performance properties of Reclaimed Asphalt Pavement (RAP) binder and 100% recycled asphalt mixtures. *Construction and Building Materials* 71: 538-550.
doi:10.1016/j.conbuildmat.2014.08.073
- [83] Tušar, M., Avsenik, L. 2014. Case Study: Increasing the Percentage of Recycled Asphalt. V: Transport Research Arena: Book of Abstracts, Pariz, april 2014.
- [84] Bailey, H. K., Zoorob, S. E. 2012. The use of vegetable oil as a rejuvenator for asphalt mixtures. V: 5th Eurasphalt & Eurobitume Congresss, Istanbul, 13-15 junij 2012.
- [85] Shen, J., Amirkhanian, A., Tang, B. 2007. Effects of rejuvenator on performance-based properties of rejuvenated asphalt binder and mixtures. *Construction and building materials* 21, 5: 958-964.
doi:10.1016/j.conbuildmat.2006.03.006
- [86] Lin, P. S., Wu, T. L. Chang, C. W., Chou, B. Y. 2011. Effects of recycling agents on aged asphalt binders and reclaimed asphalt concrete. *Materials and Structures* 44: 911-921.
doi:10.1617/s11527-010-9675-8

- [87] Bailey, H. K., Zoorob, S. E. 2012. The use of vegetable oil in asphalt mixtures, in the laboratory and field. V: 5th Eurasphalt & Eurobitume Congress, Istanbul, 13-15 junij 2012.
- [88] Romera, R., Santamaria, A., Pena, J. J., Munoz, M. E., Barral, M., Garcia, E., Janez, V. 2006. Rheological aspects of the rejuvenation of aged bitumen. *Rheologica Acta* 45, 4: 474-478. doi:10.1007/s00397-005-0078-7
- [89] Zupančič Valant, A. 2007. Uvod v reologijo. Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo: 98 str.
- [90] Goodwin, J. W., Hughes, R. W. 2000. *Rheology for Chemists An Introduction*. Cambridge, The Royal Society of Chemistry: 290 str.
- [91] Murata, H. 2012. *Rheology - Theory and Application to Biomaterials*. V: de Souza Gomez, A. (ur.). *Polymerization*. CC BY, str: 403-426. <http://www.intechopen.com/books/polymerization/rheology-theory-and-application-to-biomaterials> (Pridobljeno 9. 4. 2015.)
- [92] Bröckel, U., Meier, W., Wagner, G. 2013. *Product Design and Engineering*. Weinheim, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co: 345 str.
- [93] Mezger, T. G. 2006. *The Rheology Handbook: For users of rotational and oscillatory rheometers*. Hannover, Vincentz Network: 299 str.
- [94] Ossa, A. E. 2004. Deformation behaviour of bitumen and bituminous mixes. Doktorska disertacija. Cambridge, University of Cambridge, Engineering Department (samozaložba A. E. Ossa): 223 f. <https://core.ac.uk/download/files/27/1334200.pdf> (Pridobljeno 8. 9. 2015.)
- [95] Mezger, T. G. 2015. *Applied Rheology*. Graz, Anton Paar GmbH: 191 str.
- [96] SIST EN 12607:2007. Bitumen in bitumenska veziva - Določevanje odpornosti proti utrjevanju pod vplivom toplove in zraka.
- [97] Yusoff, N. I. 2012. *Modelling the Linear Viscoelastic Rheological Properties of Bituminous Binders*. Doktorska disertacija. Nottingham, University of Nottingham, Department of Civil Engineering (samozaložba N. I. Yusoff): 320 f. http://eprints.nottingham.ac.uk/12582/1/Nur_Izzi_Md._Yusoff.pdf (Pridobljeno 7. 9. 2015.)
- [98] SIST EN 12593:2007. Bitumen in bitumenska veziva - Določanje pretrgališča po Fraassu.
- [99] SIST EN 13589:2008. Bitumen in bitumenska veziva - Določevanje nateznih lastnosti modificiranih bitumnov - Metoda določanje sile pri merjenju duktilnosti.
- [100] SIST EN 13398:2004. Bitumen in bitumenska veziva - Določevanje nateznih lastnosti modificiranih bitumnov - Določevanje elastičnega povratka modificiranih bitumnov.
- [101] SIST EN 13399:2004. Bitumen in bitumenska veziva - Določevanje stabilnosti modificiranih bitumnov pri skladiščenju.
- [102] SIST EN 12697-11:2006/AC:2007. Bitumenske zmesi - Preskusne metode za vroče asfaltne zmesi - 11. del: Ugotavljanje sprijemljivosti med agregatom in bitumnom.
- [103] SIST EN 13702-1:2004. Bitumen in bitumenska veziva - Določevanje dinamične viskoznosti modificiranih bitumnov - 1. del: Metoda s konusom in ploščo.

- [104] Mwanza, A. D., Hao, P., Xongyonyar, X. 2012. Determination of Mixing and Compaction Temperatures Shift for Asphalt Mastic at Different Type and Content of Mineral Fillers. International Journal of Civil Engineering and Building Materials 2, 4: 159-166.
- [105] Anderson, D. A., Christensen, D. W., Bahia, H. U., Dongre, R., Sharma, M., Antle, C. E., Button, J. 1994. Binder Characterization and Evaluation Volume 3: Physical Characterization. Washington, DC, Strategic Highway Research Program, National Research Council: 475 str.
- [106] Petersen, J. C., Robertson, R. E., Branthaver, J. F., Harnsberger, P. M., Duvall, J. J., Kim, S. S., Anderson, D. A., Christiansen, D. W., Bahia, H. U., Dongre, R., Antle, C. E., Sharma, M. G., Button, J. W., Glover, C. J. 1994. Binder Characterization and Evaluation Volume 4: Test Methods. Washington, DC, Strategic Highway Research Program, National Research Council: 193 str.
- [107] Barnes, H. A. 2000. A Handbook of Elementary Rheology. Aberystwyth, University of Wales: 200 str.
<http://editorbar.com/upload/ReBooks/2012-11/9cffc7ff6d8d0750ed85ac98c79a887c.pdf>
(Pridobljeno 7. 8. 2014.)
- [108] Kwan, K. S. 1998. The Role of Penetrant Structure in the Transport and Mechanical Properties of a Thermoset Adhesive. Doktorska disertacija. Blacksburg, Faculty of the Virginia, Department of Materials Science and Engineering (samozaložba K. S. Kwan): 285 f.
<https://theses.lib.vt.edu/theses/available/etd-71498-94026/> (Pridobljeno 7. 4. 2016.)
- [109] Gabbott, P. 2008. Principles and Applications of Thermal Analysis. Published online: Blackwell Publishing Ltd: 451 str.
<http://onlinelibrary.wiley.com/book/10.1002/9780470697702> (Pridobljeno 2. 9. 2015.)
- [110] Petersen, C., Robertson, R., Branthaver, J., Harnsberger, P., Duvall, J., Anderson, S. K. D., Christiansen, D. Bahia, H. 1994. Binder Characterization and Evaluation Volume 1, Washington, DC, Strategic Highway Research Program, National Research Council: 152 str.
- [111] Šušteršič, E. 2014. Optimizacija sestave asfaltne zmesi z odpadnim polimetilmakrilat aluminijevim hidroksid kompozitom. Doktorska disertacija. Univerza v Ljubljani, Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo (samozaložba E. Šušteršič): 124 f.
- [112] SIST EN 14771:2005. Bitumen in bitumenska veziva - Ugotavljanje upogibne togosti - Reometer z nosilcem, obremenjenim na upogib (BBR).
- [113] Rowe, G. M., Sharrock, M. J., Bouldin, M. G., Dongre, R. N. 2001. Advanced Techniques to Develop Asphalt Master Curves From Bending Beam Rheometer. Petroleum and Coal 43, 1:54-59.
http://www.vurup.sk/sites/vurup.sk/archivedsite/www.vurup.sk/pc/vol43_2001/issue1/pdf/pet1_2.pdf (Pridobljeno 2. 2. 2016.)
- [114] Blatnik, O. 2009. Alternativne tehnologije obdelovanja in rezanja biopolimerov. Doktorska disertacija. Ljubljana, Univerza v Ljubljani, Fakulteta za strojništvo (samozaložba O. Blatnik): 102 f.
- [115] Sorvari, J., Malinen, M. 2007. Numerical interconversion between linear viscoelastic material functions with regularization. International Journal of Solids and Structures 44, 3-4: 1291-1303.

doi:10.1016/j.ijsolstr.2006.06.029

- [116] Park, S. W., Schapery, R. A. 1999. Methods of interconversion between linear viscoelastic material functions. Part I - a numerical method based on Prony series. International Journal of Solids and Structures 36, 11: 1653-1675.
doi:10.1016/S0020-7683(98)00055-9
- [117] Schapery, R. A., Park, S. W. 1999. Methods of interconversion between linear viscoelastic material functions. Part II: An approximate analytical method. International Journal of Solids and Structures 36, 11: 1677-1699.
doi:10.1016/S0020-7683(98)00060-2
- [118] Schwarzl, F. R. 1970. On the interconversion between viscoelastic material functions. Pure and Applied Chemistry 23: 219-234.
- [119] Emri, I., von Bernstorff, B. S., Cvelbar, R., Nikonov, A. 2005. Re-examination of the approximate methods for interconversion between frequency- and time-dependent material functions. Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics 129, 2: 75-84.
doi:10.1016/j.jnnfm.2005.05.008
- [120] Park, S. W., Kim, Y. R. 1999. Interconversion between relaxation modulus and creep compliance for viscoelastic solids. Journal of materials in civil engineering 11, 1:76-82.
doi:10.1061/(ASCE)0899-1561(1999)11:1(76)
- [121] Hopkins, I. L., Hamming, R. W. 1957. On creep and relaxation. Journal of Applied Physics 28, 8: 906-909.
- [122] Šušteršič, E., Nikonov, A., Zupančič Valant, A. 2014. Influence of ageing on viscoelastic properties of PMMA/ATH modified bitumen. Polymer composites: 1-10.
doi:10.1002/pc.23085
- [123] Collop, A., Cebon, D., Hardy, M. 1995. Viscoelastic Approach to Rutting in Flexible Pavements. Journal of Transportation Engineering 121, 1: 82-93.
Doi:10.1061/(ASCE)0733-947X(1995)121:1(82)
- [124] Behzadfar, E., Hatzikiriakos, S. G. 2012. Viscoelastic properties and constitutive modelling of bitumen. Fuel 108: 391-399.
doi:10.1016/j.fuel.2012.12.035
- [125] Yusoff, N. I., Jakarni, F. M., Nguyen, V. H., Hainin, M. R., Gordon, A. D. 2013. Modelling the rheological properties of bituminous binders using mathematical equations. Construction and Building Materials 40: 174-188.
doi:10.1016/j.conbuildmat.2012.09.105
- [126] Medani, T., Huurman, M., Molenaar, A. A. A. On the computation of master curves for bituminous mixes.
http://www.road.tudelft.nl/fileadmin/Faculteit/CiTG/Over_de_faculteit/Afdelingen/Afdeling_B_ouw/_Secties/Sectie_Weg_en_Railbouwkunde/_Leerstoelen/Leerstoel_Wegbouwkunde/_Backup/Conferences,_Journals/doc/EuroBitume2004_Medani2.pdf (Pridobljeno 27. 2. 2016.)
- [127] Pellinen, T. K., Witczak, M. W. 2002. Stress Dependent Master Curve Construction for Dynamic (Complex) Modulus. Journal of the Association of Asphalt Paving Technologists 71:

281-309.

- [128] Pellinen, T. K., Zofka, A., Marasteanu, M., Funk, N. 2007. Asphalt Mixture Stiffness Predictive Models. *Journal of the Association of Asphalt Paving Technologists* 76: 575-626.
- [129] Elseifi, M. A., Al-Qadi, I., Flincsh, G. M. J. F. 2002. Viscoelastic Modeling of Straight Run and Modified Binders using the Matching Function Approach. *The International Journal of Pavement Engineering* 3, 1: 53-61.
- [130] de Visscher, J., Soenen, H., Vanelstraete, A., Redelius, P. 2004. A comparison of the zero shear viscosity from oscillation test and the repeated creep test. V. *Proceedings of the 3rd Eurasphalt and Eurobitume Congress*, Dunaj, maj 2004.
- [131] Ferry, J. D. 1980. Viscoelastic properties of polymers. New York, John Wiley & Sons: 641 str.
- [132] Biro, S., Gandhi, T., Amirkhanian, S. 2009. Determination of Zero Shear Viscosity of Warm Asphalt Binders. *Construction and Building materials* 23, 5: 2080-2086.
doi:10.1016/j.conbuildmat.2008.08.015
- [133] Yusoff, N. I., Airey, G. D., Hainin, M. R. 2010. Predictability of Complex Modulus Using Rheological Models. *Asian Journal of Scientific Research* 3, 1: 18-30.
doi:10.3923/ajsr.2010.18.30
- [134] West, R., Willis, J. R., Marasteanu, M. 2013. NCHRP report 752: Improved Mix Design, Evaluation, and Materials Management Practices for Hot Mix Asphalt with High Reclaimed Asphalt Pavement Content. Washington DC, Transportation Research Board: 152 str.
http://onlinepubs.trb.org/onlinepubs/nchrp/nchrp_rpt_752.pdf (Pridobljeno 28. 3. 2014.)
- [135] SIST EN 12697-30:2007. Bitumenske zmesi - Preskusne metode za vroče asfaltne zmesi - 30. del: Priprava preskušancev z udarnim zgoščevalnikom.
- [136] SIST EN 12697-35:2007. Bitumenske zmesi - Preskusne metode za vroče asfaltne zmesi - 35. del: Laboratorijska zmes.
- [137] SIST EN 12697-6:2007. Bitumenske zmesi - Preskusne metode za vroče asfaltne zmesi - 6. del: Ugotavljanje gostote bitumenskih preskušancev.
- [138] SIST EN 12697-5:2010. Bitumenske zmesi - Preskusne metode za vroče asfaltne zmesi - 5. del: Ugotavljanje največje gostote.
- [139] SIST EN 12697-12:2009. Bitumenske zmesi - Preskusne metode za vroče asfaltne zmesi - 12. del: Ugotavljanje občutljivosti bitumenskih preskušancev na vodo.
- [140] SIST EN 12697-23:2004. Bitumenske zmesi - Preskusne metode za vroče asfaltne zmesi - 23. del: Ugotavljanje posredne natezna trdnosti bitumenskih preskušancev.
- [141] SIST EN 12697-22:2007. Bitumenske zmesi - Preskusne metode za vroče asfaltne zmesi - 22. del: Preskus nastajanja kolesnic.
- [142] SIST EN 12697-46:2012. Bitumenske zmesi - Preskusne metode za vroče asfaltne zmesi - 46. del: Odpornost asfaltne plasti proti razpokam pri nizkih temperaturah z enoosnimi nateznimi preskusi.
- [143] Dolenc, D. Vaje iz spektroskopije.
www.srhani.si/f/46/6n/1ZfrMHtL/nmrspektroskopija.doc (Pridobljeno 26. 5. 2016.)

- [144] SIST EN 13108-1:2006/AC:2008. Bitumenske zmesi - Specifikacije materialov - 1. del: Bitumenski beton.
- [145] Partal, P., Martinez-Boza, F., Conde B., Gallegos, C. 1999. Rheological characterisation of synthetic binders and unmodified bitumens. Fuel 781: 1-10.
doi:10.1016/S0016-2361(98)00121-5
- [146] Šušteršič, E., Tušar, M., Zupančič Valant, A. 2013. Rheological and mechanical characterization of waste PMMA/ATH modified bitumen. Construction and Building Materials 38: 119-125.
doi:10.1016/j.conbuildmat.2012.07.101
- [147] Carreau, P. J., Bousmina, M., Bonniot, F. 2000. The Viscoelastic Properties of Polymer-Modified Asphalts. The Canadian Journal of chemical Engineering 78: 495-503.
doi:10.1002/cjce.5450780308
- [148] Airey, G. D., Rahimzadeh, B. 2004. Combined bituminous binder and mixture linear rheological properties. Construction and Building materials 18: 535-548.
doi:10.1016/j.conbuildmat.2004.04.008
- [149] Ward, I. M., Hadley, D. W. 1993. An introduction to the mechanical properties of solid polymers. New York, John Wiley & Sons: 334 str.
- [150] Tschoegl, N. 1989. The Phenomenological Theory of Linear Viscoelastic Behavior. Berlin, Springer-Verlag: 769 str.
- [151] Apeagyei, A. K., Grenfell, J. R. A., Airey, G. D. 2014. Moisture-induced strength degradation of aggregate-asphalt mastic bonds. Road Materials and Pavement Design 15: 239-262.
DOI: 10.1080/14680629.2014.927951
- [152] 2004. Guide for Mechanistic - Empirical Design of new and rehabilitated pavement structures. Part 3: Design Analysis. Illinois, NCHRP Transportation Research Board.
- [153] Kandhal, P. S. 1992. Moisture susceptibility of HMA mixes: identification of problem and recommended solutions. Alabama, National Center for Asphalt Technology: 35 str. ,
<https://www.eng.auburn.edu/research/centers/ncat/files/technical-reports/rep92-01.pdf>
(Pridobljeno 26. 3. 2014.)
- [154] Dehnad, M. H., Khodaii, A., Moghadas Nejad, F. 2013. Moisture sensitivity of asphalt mixture under different load frequencies and temperatures. Construction and Building Materials 48: 700-707.
doi:10.1016/j.conbuildmat.2013.07.059
- [155] Sengoz, B., Agar, E. 2007. Effect of asphalt film thickness on the moisture sensitivity characteristics of hot-mix asphalt. Building and Environment 42: 3621-3628.
doi:10.1016/j.buildenv.2006.10.006
- [156] Abuawad, I. M. A., Al-Qadi, I. L., Trepanier, J. S. 2015. Mitigation of moisture damage in asphalt concrete: Testing techniques and additives/modifiers effectiveness. Construction and Building Materials 84: 437-443.
doi:10.1016/j.conbuildmat.2015.03.001
- [157] Solaimanian, M., Kennedy, T. W., Elmore, W. E. 1993. Long-term evaluation of stripping and

- moisture damage in asphalt pavements treated with lime and antistripping agents. Texas, Texas department of transportation: 66 str.
<http://library ctr.utexas.edu/digitized/TexasArchive/phase2/1286-1F.pdf> (Pridobljeno 26. 6. 2015.)
- [158] Krutz, N. C., Stroup-Gardiner, M. 1990. Relationship between permanent deformation of asphalt concrete and moisture sensitivity. V: Chip seals, friction courses, and asphalt pavement rutting, Nevada, Transportation Research Board: 169-177.
- [159] Breakah, T. M., Williams, R. C. 2013. Dynamic testing of hot mix asphalt for moisture susceptibility assessment. Construction and Building Materials 47: 636-642.
doi:10.1016/j.conbuildmat.2013.05.014
- [160] Zaumanis, M., Mallick, R. B. 2013. Finite Element Modeling of Rejuvenator Diffusion in RAP Binder Film – Simulation of Plant Mixing Process. V: RILEM symposium 2013, Stockholm, Sweden, 12-14 junij 2013.
doi:10.1007/978-94-007-6878-9_30
- [161] Avsenik, L., Tušar, M. 2016. Analysis of possible use of pyrolytic products as binders in asphalt mixes. Građevinar 3: 191-198.
doi:10.14256/JCE.1305.2015
- [162] Avsenik, L., Klinar, D., Tušar, M., Slemenik Perše, L. 2016. Use of modified slow tire pyrolysis product as a rejuvenator for aged bitumen. Construction and Building Materials 120: 605-616.
doi:10.1016/j.conbuildmat.2016.05.140