

**РЕОЛОГІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ДОРОЖНІХ БІТУМІВ
МОДИФІКОВАНИХ ПРИРОДНИМ АСФАЛЬТОМ**

Статтю переклала з англійської на українську мову Сорочинська А.

АНОТАЦІЯ. У статті представлені комплексні результати експлуатаційних і нестандартних реологічних випробувань обраних бітумів для дорожніх покриттів, модифікованих шляхом додавання природного асфальту. Показано, що стандартні експлуатаційні випробування дають однаковий класифікаційний рейтинг бітумів, що мають реологічні властивості, які значно відрізняються. У таких ситуаціях необхідно проводити випробування на в'язкопружні властивості (випробування на комплексний модуль зсуву) і в'язкопружні-пластичні властивості (за допомогою випробувань з повторюваним імпульсом напруги, наприклад, MSCR). Крім того, в рамках даного дослідження було проведено випробування, яке використовується для непрямого визначення так званих чітких фазових переходів. Незважаючи на те, що в разі бітумних в'язучих фазові переходи не відрізняються, температуру, що відповідає максимальному значенню уявної частини складного модуля жорсткості, можна розглядати як важливий параметр з точки зору термодинаміки і реології. Переваги модифікації в'язучих шляхом додавання природних асфальтів чітко простежуються в стандартному випробуванні на міцність зчеплення в'язучого / заповнювача. І навпаки, відповідні нестандартні випробування не змогли продемонструвати переваги бітумів для дорожніх покриттів, модифікованих природним асфальтом, до тих пір, поки не були проведені випробування на MSCR і фазовий перехід.

КЛЮЧОВІ СЛОВА: комплексні модулі, DSR (реометр динамічного зсуву), MSCR (тест на відновлення повзучості при багатократній нарузі), природний / місцевий асфальт, фазовий перехід, реологічні властивості.

1. ВСТУП

Додавання природного асфальту в м'які в'язучі покращує їхні реологічні властивості [1-6], такі властивості бітумних сумішей, в яких вони містяться. Асфальт природний можна розглядати так само, як і інші добавки, призначені для поліпшення властивостей базових (первинних) бітумів або кінцевих сумішей, в яких вони містяться [7-12]. Проте оцінка цих властивостей при стандартних випробуваннях і визначеннях проблематична [13-17]. Експлуатаційні випробування дозволяють оцінити вплив добавки на властивості кінцевого продукту тільки в обмеженій мірі. В роботі представлені результати нестандартних реологічних випробувань, отриманих за допомогою реометра динамічного зсуву [18]. Співставлення їх з результатами експлуатаційних випробувань дозволяє всебічно оцінити властивості отриманого продукту. Найбільші родовища природного асфальту виявлені у Венесуелі, Албанії та Тринідаді [3, 5]. У природі родовища асфальту, як правило, супроводжуються родовищами сирої нафти, вони зустрічаються в твердому або напівтвердому вигляді і зустрічаються у вигляді гірського асфальту (наприклад, у родовищах Албанії) або озерного асфальту (наприклад, в Асфальтовому озері Тринідаду). У родовищах природного асфальту міститься від 55% до 98% чистого бітуму, а природні асфальтові породи мають низький вміст бітуму, і їх в цілому пориста структура просякнута від 10% до 15% бітумом (вапняк, доломіт, піщаник). Природний асфальт, що вивчається в даній роботі, надходить з родовища Селеніца, розташованого недалеко від міста Селеніца в Албанії. Воно знаходиться в гірській породі, в твердому вигляді (асфальтові прожилки, що проходять через гірську породу). Відрізняється відносно високим рівнем, тобто більше 80% вмісту в'язучого, забрудненого дуже дрібними мінеральними зернами (більше 90% зерен мають розмір менш 0,063 мм). Метою даного дослідження є аналіз результатів лабораторних випробувань

бітумів для дорожніх покриттів, модифікованих природним асфальтом, і порівняння їхніх реологічних властивостей з бітумами для дорожніх покриттів з еталонними значеннями температури пенетрації і розм'якшення. Для даного дослідження було обрано такі основні матеріали:

- природний асфальт, що видобувається в Албанії,
- асфальтове в'язуче, відновлене з природного асфальту,
- бітум для дорожніх покриттів 35/50 (контрольний зразок),
- бітум для дорожніх покриттів 50/70 (базовий бітум),
- бітум для дорожніх покриттів 70/100 (базовий бітум).

За допомогою перерахованих вище компонентів були отримані наступні бітумні суміші:

- 50/70 бітум з додаванням 10%, 20% природного асфальту,
- 70/100 бітум з додаванням 10%, 20% і 30% природного асфальту,
- 70/100 бітум з додаванням 20% асфальтового в'язучого, відновленого з природного асфальту,
- 70/100 бітум з додаванням 15% асфальтового в'язучого, відновленого з природного асфальту.

2. ЕКСПЛУАТАЦІЙНІ ВИПРОБУВАННЯ АСФАЛЬТОВИХ В'ЯЖУЧИХ

2.1. СКЛАД І ОСНОВНІ ВЛАСТИВОСТІ ПРИРОДНОГО АСФАЛЬТУ ТА БАЗОВІ БІТУМИ

Дослідження почалося з визначення складу природного асфальту (NA), включаючи визначення вмісту в'язучого і мінерального матеріалу з розміром зерна менше 0,063 мм (табл. 1). Асфальтове в'язуче природного походження (NAB) було отримано з природного асфальту (NA) відповідно до PN-EN 12697-

3. Потім були проведені основні випробування базових бітумів 50/70 і 70/100, природного асфальту (NA) та відновленого природного асфальтового в'язучого (NAB), а саме: пенетрація при 25°С відповідно до PN-EN 1426, температура розм'якшення відповідно до PN-EN 1427 і точка руйнування по Фраасу відповідно до PN-EN 12593 (таблиця 2). Щільність природного асфальту, визначена при 25°С відповідно до PN-EN 3838, становила близько 1 099 кг / м³. На рис. 1 показаний природний асфальт в природному стані і мінеральна речовина після відновлення в'язучого.

Таблиця 2. Основні властивості 35/50, 50/70, 70/100 бітумів, природного асфальту (NA) і в'язучого, відновленого з природного асфальту (NAB)

Властивість	Тип бітуму				
	35/50	50/70	70/100	NA	ANO
Пенетрація при 25 ° С, 0,1 мм	42	63	84	1	1
Метод визначення температури розм'якшення, метод « кільця і кулі»	53,4	48.4	45.6	123.5	105.5
Температура розриву зразків бітуму в приладі Фрааса	-18	-16	-19	+23	+22

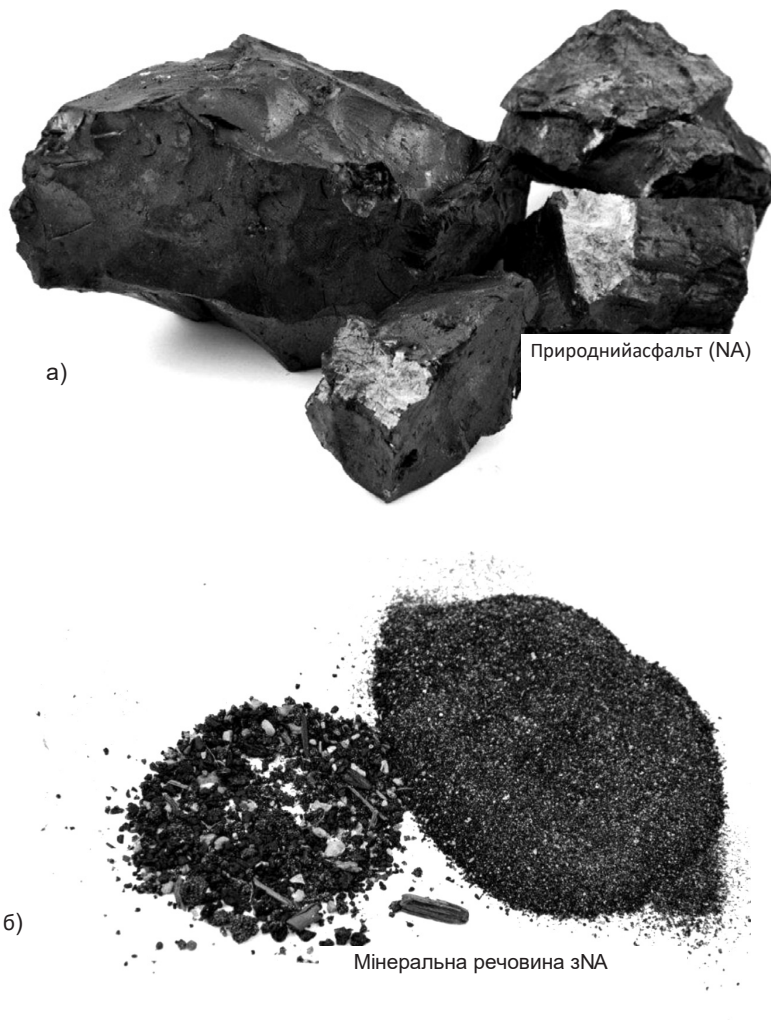


Рис. 1. а) Асфальт природний (NA), б) Мінеральна речовина після відновлення бітуму [4].

Досліджуваний природний асфальт містив близько 15% мінеральних зерен розміром до 2 мм, але з дуже великою часткою, а саме 92,3% дуже дрібних зерен, тобто менше 0,063 мм (рис. 1). У зв'язку з відносно невеликим вмістом мінералів (дуже дрібнозернистих) в природному асфальті були визначені основні властивості як для природного асфальту, так і для відновленого з нього асфальтового в'язучого (що не містить мінералів). Як природний асфальт, так і асфальтове в'язуче, відновлене з нього, мали властивості дуже твердих бітумів (пенетрація при 25°C 1 0,1 мм і дуже висока температура розриву зразків бітуму в приладі Фрааса 22-23 ° C). Визначена температура розм'якшення природного

асфальту ($123,5^{\circ}\text{C}$) явно вище, ніж значення, отримане для асфальтового в'язучого, відновленого з НА ($105,5^{\circ}\text{C}$). І навпаки, щільність природного асфальту НА (1099 кг / м^3) трохи вища, ніж щільність типових бітумів для дорожніх покриттів (близько $+1024\text{ кг / м}^3$).

2.2 ВИЗНАЧЕННЯ ОПТИМАЛЬНОГО ВМІСТУ І МЕТОДИ ДОДАВАННЯ ПРИРОДНОГО АСФАЛЬТУ В БАЗОВИЙ БІТУМ

З метою визначення оптимального вмісту НА були проведені випробування, в яких природний асфальт додавався до двох бітумів для дорожніх покриттів: 50/70 і 70/100. Природний асфальт додавався в бітуми 50/70 і 70/100 в співвідношенні 10%, 20% для першого і 10%, 20%, 30% для другого. Ці співвідношення були визначені на основі оцінки консистенції. Уточнена лабораторна процедура додавання природного асфальту у базовий бітум, ключовим елементом якої є вимога вихідної фрагментації природного асфальту. Далі готувалися суміші з бітумів для дорожнього покриття 50/70 і 70/100 з природним асфальтом з різним співвідношенням складових. Введення природного асфальту в бітуми 50/70 і 70/100 було перевірено додаванням 10% і 20% в бітуми 50/70 і 10%, 20%, 30% в бітуми 70/100. Суміші бітумів для дорожніх покриттів 50/70 і 70/100 з природним асфальтом, додані в різних співвідношеннях, піддавалися випробуванню на пенетрацію при 25°C і випробуванню на розм'якшення методом «кільця та кулі». Результати підтверджують міцність асфальту зі збільшенням вмісту природного асфальту НА по відношенню до вмісту складових асфальтобетону, про що свідчить більш низька пенетрація при 25°C і більш висока температура розм'якшення. За результатами випробувань, для отримання бітуму консистенції 35/50 необхідно додати близько 10% НА до 50/70 бітумів або приблизно 20% НА до 70/100 бітуму. Видно, що більш м'які базові бітуми можуть прийняти більше природного асфальту (аж до 20%). Більш м'які бітуми, такі як 160/220, не

використовувалися в випробуваннях через їх дуже обмежену доступність на ринку на момент проведення дослідження.

2.3 ВИПРОБУВАННЯ І ОЦІНКА ВІДПОВІДНОСТІ ВЛАСТИВОСТЕЙ АСФАЛЬТОБЕТОНУ, ЩО МІСТИТЬ ПРИРОДНИЙ АСФАЛЬТ, ВИМОГАМ PN-EN 12591

Суміш, що містить 80% бітуму для дорожніх покриттів 70/100 і 20% відновленого природного асфальтового в'язучого (NAB), тобто максимально можливу кількість, було обрано для подальших випробувань на основі вихідних результатів випробувань сумішей з природного асфальту з 50/70 і 70/100 базових бітумів. Метою було отримання бітуму, параметри якого відповідають вимогам, зазначеним в стандарті PN-EN 12591 для асфальтів 35/50 або 20/30. Область випробувань включала такі визначення:

- пенетрація при 25 °C до і після RTFOT відповідно до PN-EN 1426,
- температура розм'якшення випробувана методом кільця і кулі відповідно до PN-EN 1427,
- Температура розриву зразків бітуму в приладі Фрааса відповідно до PN-EN 12593,
- температура спалаху відповідно до PN-EN ISO 2592,
- втрата маси після RTFOT відповідно до PN-EN 12607-1,
- кінематична в'язкість при 135 °C відповідно до PN-EN 12595,
- динамічна (абсолютна) в'язкість при 60 °C відповідно до ASTM D 4402-87 або PN-EN 12596,
- розчинність відповідно до PN-EN 12592,

результати яких представлені в таблиці 3. Оцінка відповідності бітуму 70/100 для дорожніх покриттів, що містить 20% відновленого природного

асфальтового в'язучого (NAB), вимогам PN-EN 12591: 2010 року було проведено шляхом порівняння результатів випробувань з повторними вимогами, визначеними для бітумів 35 / 50, 20/30 та 30/45 (таблиця 3).

Таблиця 3. Результати випробувань, пов'язаних з вимогами PN-EN 12591

Властивість	Тип бітуму					
	Результати випробувань			Вимоги до бітумів, зазначені в PN-EN 12591		
	70/100	70/100+20% NAB / ANO	70/100+15% NAB / ANO	30/45 ^{*)}	20/30	35/50
Пенетрація при 25 ° C [0,1 мм]	84	33	39	30-45	20-30	35-50
Температура розм'якшення, метод кільця та кулі [° C]	45.6	57.2	53.8	52-60	55-63	50-58
Температура розриву зразків бітуму в приладі Фрааса [°C]	-19	-14	-15	Σ-5	NR/ BW ^{**))}	Σ -5
Кінематична в'язкість при 135°C[мм ² /с]	373.45	772.20	—	Σ 400	Σ 530	Σ 370
Динамічна в'язкість при 60°C [Pa • s]	170.89	1165.00	—	Σ 260	Σ 440	Σ 225

Температура спалаху за методом Клівленда [°C]	350	340	—	Σ 240	Σ 240	Σ 240
Розчинність [% (м / м)]	99.89	99.90	—	(Σ99.0	(Σ 99.0	Σ99.0
Після RTFOT ¹ зістарювання						
Опір старінню / втрата маси [% (м / м)]	0.045	-0.34	—	Σ 0.5	Σ 0.5	Σ 0.5
Пенетрація при 25 ° С [0,1 мм]	53	23	—	—	—	—
Температура розм'якшення, метод кільця і кулі [°C]	50.8	64	—	—	—	—
Збережена пенетрація при 25°C після зістарювання RTFOT [%]	63.1	69.7	—	Σ 53	(Σ55)	Σ 53
Зміна температури розм'якшення після зістарювання в RTFOT - [° C].	5.2	6.8	—	Σ 8	Σ 8	Σ 8 (Σ 8)
Інтервал	64.6	71.2	—	—	—	—

¹RTFOT - Піч для старіння бітуму в тонкій плівці.

пластичності ($T_{R\&B}$ - T_{Fraass}) [$^{\circ}\text{C}$]						
* Вимоги відповідно до PN-EN 12591 (таблиця 1A, B) щодо 30/45 бітумів, які не включені до Національних додатків (таблиця NA 1A, B) ** NR/BW – вимоги відсутні						

Суміш з максимально можливим вмістом природного асфальту (20%), яка в попередніх випробуваннях продемонструвала характеристики, близькі до типових бітумів 35/50, була спеціально обрана для випробувань. Більше того, на основі випробуваного варіанту суміші можна стверджувати, що в разі використання бітумів 70/100 найбільш сприятливим є додавання від 10% до 20% природного асфальту (NA). Припускаючи використання природного асфальту (очікується, що він буде більш твердим через мінеральний склад) в попередніх випробуваннях, очікувалося, що при додаванні 20% NAB до 70/100 бітумів повинно вийти в'язуче з параметрами консистенції 35/50 бітуму дорожньо-будівельного призначення (Pen₂₅ від 35 до 50 0,1 мм). Отриманий бітум був трохи твердішим (Pen₂₅ = 33 0,1 мм), з хорошими властивостями і відповідав вимогам, визначеним для бітуму 30/45 (цей бітум, згідно з національним додатком PN-EN 12591, не призначений для використання на польському ринку).

Випробувана суміш бітуму 70/100, яка містить 20% NAB, відповідає всім вимогам, визначеним для бітуму 35/50 для дорожніх покриттів, зазначених в PN-EN 12591, за винятком пенетрації. При невеликому зменшенні кількості NA (з 15% до 20%) суміш повинна мати консистенцію бітуму 35/50. Динамічна в'язкість при 60 ° C дуже висока, в той час як кінематична в'язкість при 135 ° C лише незначно вище (772 мм² / с), ніж у типового бітуму 35/50 (748 мм² / с за літературними даними, наведеними в [19]). Аналізуючи дані по в'язкості,

можна очікувати аналогічні або дещо вищі виробничі температури в порівнянні з бітумом 35/50. Для точного визначення динамічна в'язкість повинна бути перевірена при різних температурах і на цій основі повинні бути вказані температури виробництва.

2.4. ВИПРОБУВАННЯ НА МІЦНІСТЬ ЗЧЕПЛЕННЯ АСФАЛЬТУ ІЗ ЗАПОВНЮВАЧЕМ

Міцність зчеплення асфальту із заповнювачем визначалася відповідно до EN 12697-11 методом «RollingBottle»² для базового бітуму (70/100), еталонного бітуму (35/50) і базового бітуму з додаванням відновленого природного асфальтового в'язучого (70/100 + 15% NAB) і з двома типами заповнювачів: базальтовий і порфіровий.

У разі використання базальту, додавання NAB значно покращує міцність зчеплення, тобто на 15% по відношенню до базового бітуму 70/100 і на 10% по відношенню до еталонного бітуму 35/50, визначеного через 6 годин. Через 24 години ця різниця збільшилася навіть до 35% і 25% по відношенню до базового і еталонного бітумів відповідно. Крім того, після закінчення 24 годин прокатки «RollingBottle» суміш демонструє значно меншу втрату міцності зчеплення, тобто $\therefore$ -65% для бітуму 35/50, -70% для бітуму 70/100 і -55% для асфальту 70/100 + 15% для асфальту NAB.

У разі використання порфіру результати після шостої години були значно нижче, при однакових значеннях, отриманих для еталонного бітуму 35/50 і асфальту з додаванням NAB, на 10% вище, ніж для базового бітуму 70/100. Після закінчення 24 годин для всіх випробуваних варіантів було визначено повна відсутність зчеплення. Таким чином, для основних порід (таких як базальт, доломіт, вапняк) можна очікувати, що додавання природного асфальту (NAB) значно поліпшить міцність зчеплення, а для кислих порід (таких як

²Метод «Rolling Bottle» - визначення зчеплення між заповнювачем і бітумом та його впливу на сприйнятливості суміші до розриву.

порфір, граніт, кварц) навряд чи, якщо взагалі, поліпшить цей параметр і в цілому тільки збереже його на рівні, характерному для асфальтів порівнянної консистенції.

3 РЕОЛОГІЧНІ

ВИПРОБУВАННЯ

НА РЕОМЕТРІ ДИНАМІЧНОГО ЗСУВУ (DSR)

3.3 КОМПЛЕКСНІ МОДУЛІ

Для реологічних випробувань були обрані суміші з базових бітумів 70/100 з додаванням 15% і 20% природного асфальту без мінеральних речовин у зв'язку з їх основними характеристиками, схожими з типовими бітумами 35/50. Таким чином, порівняння проводилося з точки зору впливу добавки NAB на властивості базових бітумів (70/100) і по відношенню до еталонних бітумів (35/50) аналогічної консистенції.

Для визначення комплексного модуля жорсткості використовувався реометр динамічного зсуву (DSR Haake Mars II) [20-22]:

$$G^* = G' + iG'', \quad (1)$$

тобто комплексний модуль зсуву в широкому діапазоні частот (0,16-15,85 Гц) і широкому діапазоні температур, тобто від 10 ° С до 82 ° С. У рівнянні (1) G' представляє реальну частину модуля зсуву, G'' – уявну частину і $i = \sqrt{-1}$.

У випробуваннях з деформацією зсуву близько 1% використовувалося деформаційний імпульс, заснований на припущенні, що передбачувані лінійні зв'язкопружні властивості відповідають дійсності.

Циліндричні зразки використовувалися при випробуванні діаметром 8 мм (для нижчих температур) і 25 мм (для більш високих температур), при цьому за одне випробування було виконано два повторення. На рис. 2 і 3 результати представлені у вигляді норми комплексних модулів (2) для температур 10 ° С, 22 ° С, 40 ° С і 70 ° С і для кута зсуву фаз (3).

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

$$\delta = \arctg(G''/G'), \quad (3)$$

Як функція частоти f .

Випробування комплексних модулів по відношенню до в'язкопружних властивостей матеріалів широко використовується і не може бути виключено, наприклад, при випробуванні матеріалів для бітумних дорожніх покриттів, див. [23]. Аналізуючи результати, представлені на рис. 2 і 3, ми бачимо, що за в'язкопружними властивостями різниця між 70/100 + 15% NAB і 35/50 бітумів практично відсутня. І навпаки, бітум 70/100 + 20% NAB має значно більш високі значення комплексного модуля в порівнянні з відповідними значеннями бітумів 35/50. Виходить, що навіть невелика різниця в кількості природного асфальту (5%) істотно змінює жорсткість. Ефект такої зміни аналогічний додаванню природного асфальту до бітуму 70/100.

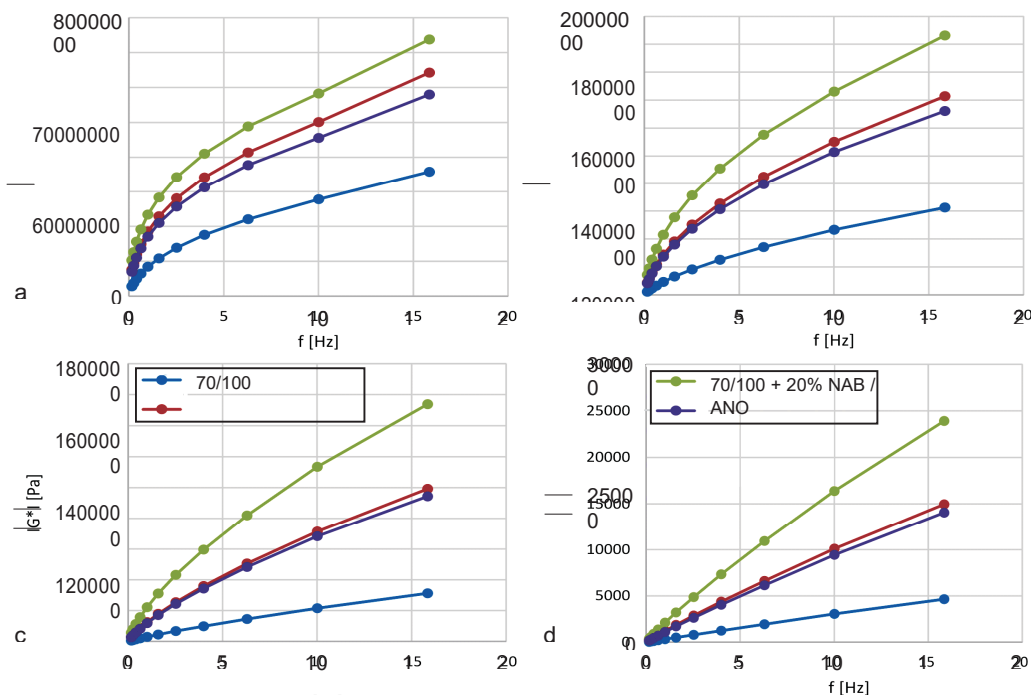


Рис. 2. Норма комплексного модуля зсуву $|G^*|$ як функція частоти f при температурах: а) 10°C, б) 22 °C, в) 40 °C, г) 70°C для аналізованих бітумів

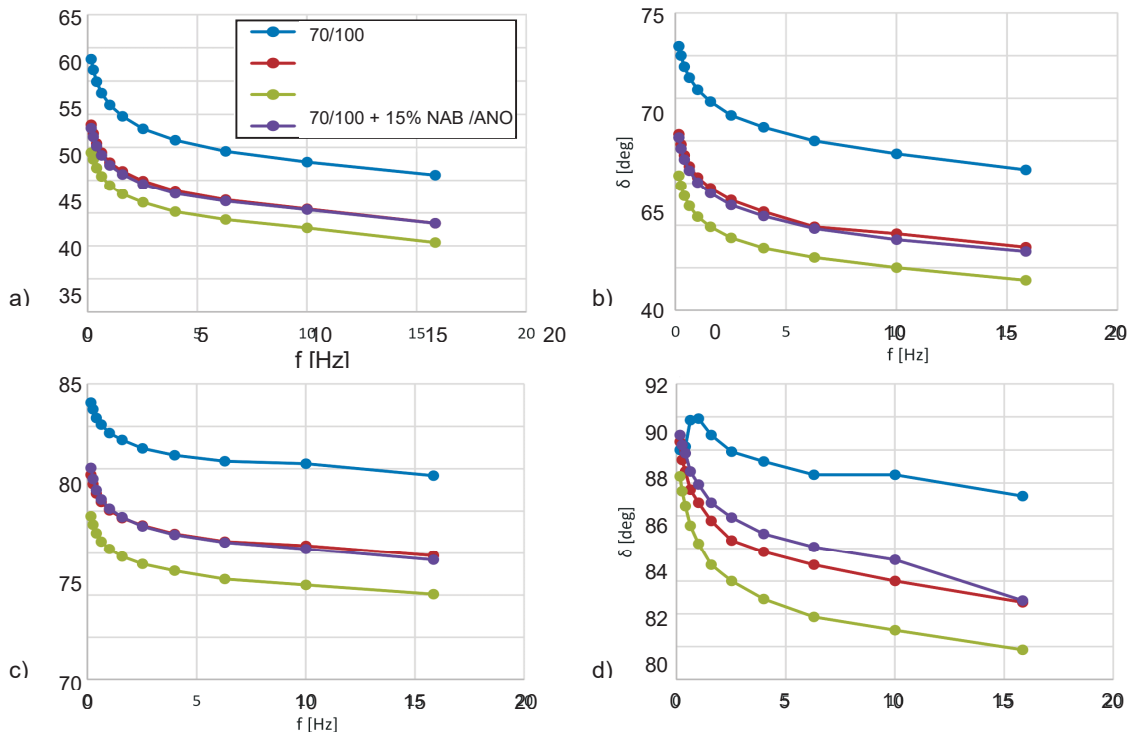


Рис. 3. Кут зсуву фази δ як функція частоти f при температурах T : а) 10°C, б) 22°C, в) 40°C, г) 70°C для аналізованих бітумів

3.2 MSCR ВИПРОБУВАННЯ³

В даному дослідженні випробування MSCR [14, 24, 25] розглядається як аналіз в'язкопружних-еластично-пластичних, а не тільки в'язкопружних властивостей. Випробування введене в оцінку властивостей бітумних в'язучих, так як отримані результати показали хорошу кореляцію з результатами тесту на відстеження сліду коліс, виконаних на бітумних сумішах, для яких застосовувалося це в'язуче [26, 27]. Воно проводилося відповідно до ASTM: D7405-10 з 10 повтореннями для статистичної обробки результатів [27]. На рис. 4 і 5 представлені результати статистичного аналізу

³MSCR (The multiple stress creep-recovery) – випробування на повзучість і відновлення в умовах впливу багаторазового навантаження.

даних, отриманих при випробуванні MSCR, які визначають очікувану деформацію (значення R100) при циклічному навантаженні в режимі напруги і величину напруги зсуву 100 Па при температурі 20 ° С і 70 ° С. У всіх проаналізованих випадках нульова гіпотеза про те, що розподіл аналізованої змінної не є нормою, була відкинута на 95-відсотковому довірчому інтервалі. Це виправдовує припущення про використання арифметичних засобів для подальшого аналізу. Аналогічні висновки можна зробити як для інших температур, так і для параметра R3200 (також і для всіх випробування нових значень температури). Результати не представлені на графіках через брак місця.

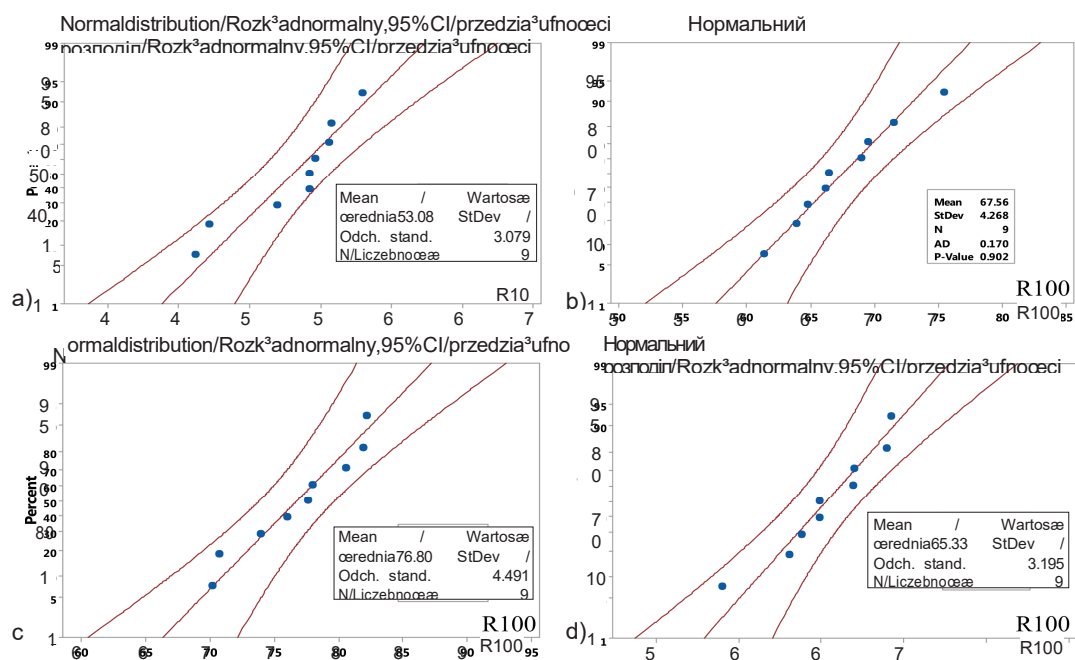
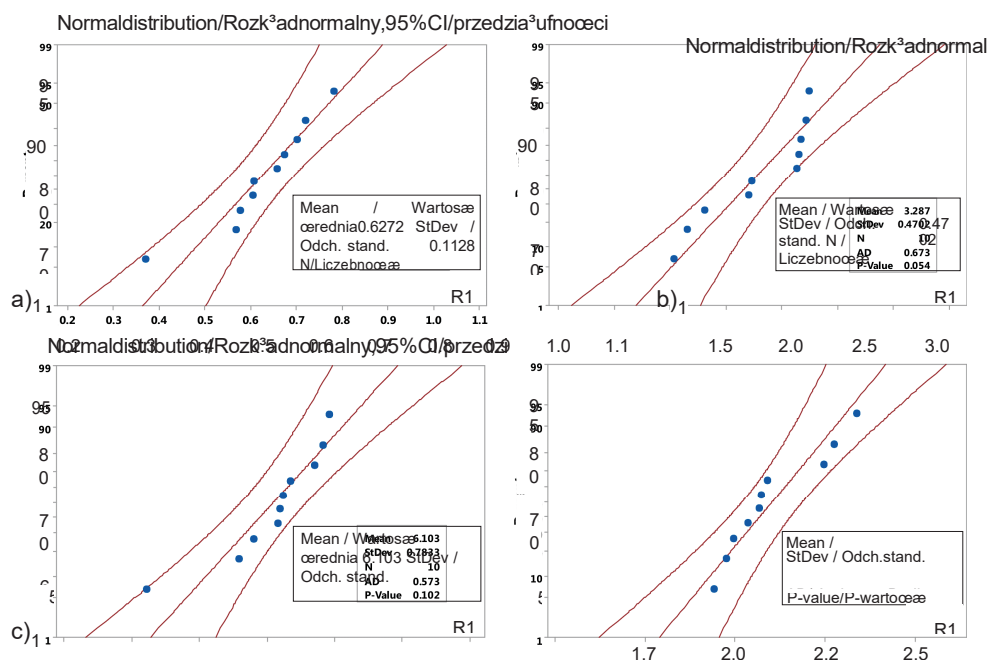


Рис.4. Аналіз нормативних значень змінної R100, отриманих при температурі 20°C в випробуванні MSCR для наступних бітумів: а) 70/100, б) 70/100 + 15% NAB, в) 70/100 + 20% NAB, г) 35/50

У таблиці 4 наведені результати випробуванняMSCR, тобто значення параметрів R100 і R3200, а також середнє значення даного параметра, його медіана і межі довірчого інтервалу 95%. Параметр R (R100 або R3200) може бути інтерпретований як пружне відновлення і наведено у відсотках [13]. У випробуваннях, проведених в рамках даного дослідження при 20°C і 40°C, він знаходиться на однаковому рівні, незалежно від рівня силового збудження. Тільки при 70 ° C R3200 стає значно (тобто в кілька разів) нижче, ніж R100 для тих же типів бітумів. Для температури 70 ° C і параметра R3200 значення параметра R не може бути визначено для бітуму 70/100. Для значень напруги 3200 Pa зразок не виявляв жорсткості в межах похибки вимірювання DSR. Порівнюючи результати, що визначають середнє значення, ми бачимо, що значення R100 і R3200, отримані для бітумів 70/100 + 15% NAB, більш ніж на десятки відсотків вище (краще), ніж значення, отримані для в'язучого 35/50. Найкращі результати отримані при використанні 70/100 + 20% NAB в'язучого (на кілька десятків відсотків вище, ніж для бітуму 35/50.) Результати випробування MSCR чітко підтверджують кращі реологічні властивості бітуму 70/100, модифікованого з 15% додаванням природного асфальту, в порівнянні з бітумом 35/50, що було б не так легко продемонструвати в стандартних експлуатаційних випробуваннях.



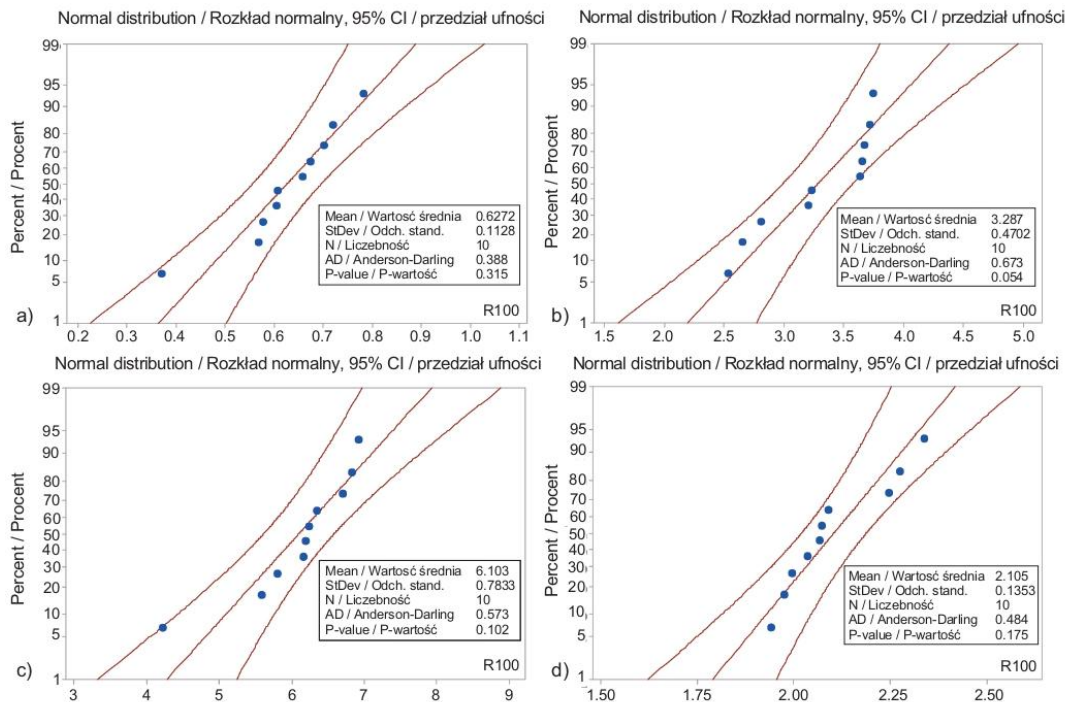


Рис. 5. Аналіз нормативних значень змінної R100, отриманої при температурі 70 ° С у випробуванні MSCR для наступних бітумів: а) 70/100, б) 70/100 + 15% NAB, в) 70/100 + 20% NAB, г) 35 / 50

Таблиця 4. Статистично виведені значення параметрів R100 і R3200 випробування MSCR для аналізованих бітумів при температурі 20 ° С, 40 ° С і 70 ° С.

Температура [°C]		Тип Бітуму							
		70/100		70/100 + 15% NAB		70/100 + 20% NAB		35/50	
		R100	R3200	R100	R3200	R100	R3200	R100	R3200
20	середнє арифметичне	53.08	52.66	67.56	69.50	76.80	75.52	65.33	64.61
	медіана	54.22	52.99	66.41	71.40	77.65	77.91	64.93	64.53
	квартиль / Q1	49.55	51.01	64.35	59.73	72.34	71.41	63.45	60.73

	квартиль / Q3	55.71	55.38	70.51	74.80	81.26	80.73	68.03	70.39
40	середнє арифметичне	13.09	9.51	35.02	32.90	43.68	42.88	30.09	28.68
	медіана	13.02	9.73	35.04	32.88	43.58	42.38	28.96	28.86
	квартиль / Q1	12.32	8.61	32.68	30.38	41.79	39.95	28.51	27.62
	квартиль / Q3	13.55	10.24	36.78	35.44	44.62	46.89	31.95	30.20
70	середнє арифметичне	0.63	—	3.29	0.36	6.10	0.86	2.11	0.30
	медіана	0.63	—	3.44	0.36	6.21	0.92	2.07	0.28
	квартиль / Q1	0.58	—	2.77	0.32	5.76	0.62	1.93	0.22
	квартиль / Q3	0.71	—	3.68	0.39	6.73	0.99	2.25	0.36

3.3. НОРМА КОМПЛЕКСНОГО МОДУЛЯ ЯК ФУНКЦІЯ ТЕМПЕРАТУРИ

Крім того, було проведено випробування з безперервним вимірюванням модуля в DSR при частоті 5 Гц і температурі від -5°C до 85°C зі швидкістю $0,25^{\circ}\text{C} / \text{хв}$. Швидкість була досить низькою, щоб виключити термодинамічні ефекти (квазіізотермічний випробування). Більш того, нижня межа температури досить низька, щоб дати нам деяку інформацію про низькотемпературні властивості матеріалу [28]. Випробування норми складного модуля як функції температури можна в загальних рисах трактувати як випробування фазового переходу [23]. Відомо, що в аналізованих температурних діапазонах немає чітких фазових переходів, як це показано на рис. 6а, 6б і 7а, що дають норми комплексного модуля зсуву, фазових зрушень і значення дійсної частини комплексного модуля як функції температури для обраних бітумів. За даними графіками можна зробити висновок, що в діапазоні температур від приблизно 20°C до приблизно 40°C аналізовані значення швидко змінюються. Тільки після аналізу відповідних діаграм для уявної частини комплексного модуля зсуву можна визначити значення температури T^* , відповідно до максимального

значення модуля (рис. 7б). Отримані значення T^* приведені в таблиці 5 і їх порівняння з результатами, які належать до модулів зсуву, дозволяють стверджувати, що додавання природного асфальту збільшує значення T^* при збереженні жорсткості в'язучого на рівні, порівнянному з жорсткістю в'язучого 35/50.

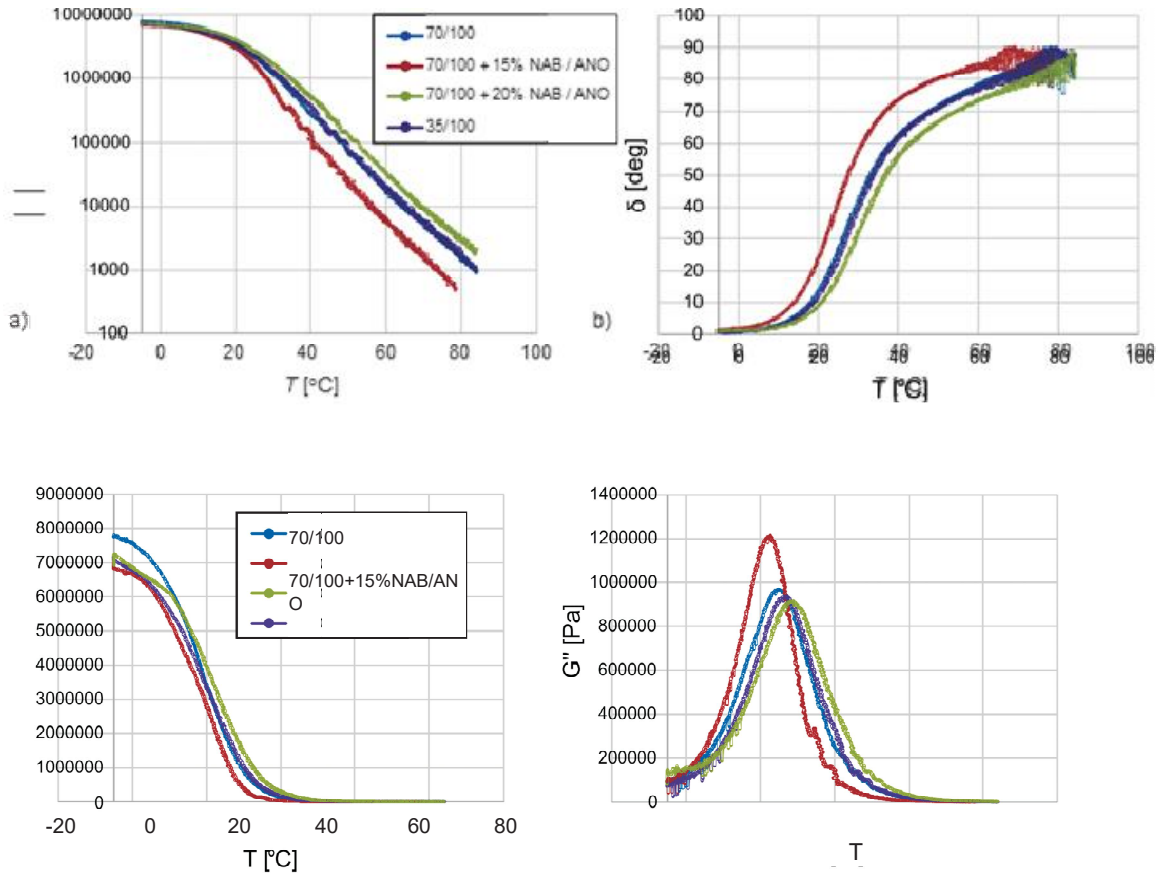


Рис. 6. а) Норма комплексного модуля зсуву $|G^*|$, б) Кут зсуву фази δ як функція частоти при температурах T для аналізованих бітумів

Рис. 7. а) Реальна частина G' , б) Уявна частина G'' комплексного модуля зсуву як функція температури для аналізованих бітумів

Таблиця 5. Температури, при яких функція $G''(T)$ приймає максимальні значення

Параметри	35/50	70/100	70/100 + 15% NAB	70/100 + 20% NAB
$T^* [^{\circ}\text{C}]$	24.87	22.65	26.94	28.82

$\frac{T^* - T_{35/50}^*}{T_{35/50}^*} 100\%$	0	-8.9	8.3	15.8
T^* - температура, при якій $G''(T)$ приймає максимальні значення; цю температуру можна розглядати як температуру фазового переходу [9].				

4. ВИСНОВКИ

Основні випробування, проведені в рамках даного дослідження, дозволяють зробити висновок про те, що додавання природного асфальту до бітумів для дорожніх покриттів дозволяє задовольнити вимоги до бітумів за стандартом PN-EN 12591. В залежності від потреб, природний асфальт може використовуватися для модифікації бітумів 50 / 70, 70/100, 100/150 та бітумів для дорожнього покриття з вищою пенетацією. Для отримання необхідної консистенції, оптимальний вміст природного асфальту має бути встановлено в кожному конкретному випадку шляхом випробування температури пенетрації і розм'якшення сумішей з різним вмістом природного асфальту (NA). На етапі визначення оптимального змісту природного асфальту, може бути корисним використовувати графіки для оцінки значень температури пенетрації і розм'якшення в сумішах двох бітумів різної консистенції, наприклад, за даними [29]. Це стандартна процедура і, як такі, пов'язані з нею рівняння і розрахунки тут не представлені. З огляду на значення параметрів, отриманих у випробуваннях для відповідних складових випробованих бітумних сумішей, було отримано краще наближення температури розм'якшення для суміші, що містить NAB (різниці менше 0,8 ° C), а в разі пенетрації ці різниці аналогічні для двох добавок, а саме NA і NAB. Бітум для дорожніх покриттів з пенетацією 35/50 можна отримати, додавши близько 10% NA до асфальту 50/70 або добавки NA 20% до 70/100 асфальту. Звичайно ж, до більш м'яких базових бітумів можна додавати більше природного асфальту (до 20%). Дуже м'які бітуми, такі як 160/220, не використовувалися у випробуваннях через їх

дуже обмежену доступність на ринку. Застосування суміші з природного асфальту та дорожнього бітуму при виробництві бітумних сумішей може підвищити їх стійкість до постійних деформацій, не впливаючи на їх низькотемпературні характеристики. Природні бітуми можуть успішно застосовуватися на польському ринку, відповідно до існуючих принципів і вимог до бітумів для дорожніх покриттів, зазначених в стандарті PN-EN 12591. Оптимальний вміст добавки повинен визначатися в кожному конкретному випадку в залежності від типу розрахункової бітумної суміші і від типу базового бітуму, який вона буде містити. Зверніть увагу, що при підборі бітумної суміші слід враховувати вміст мінералів, що вносяться природним асфальтом, близько 15%.

У базовому випробуванні було відзначено істотну відмінність тільки при оцінці міцності зчеплення з основними породами (в тому числі базальтом, доломітом, вапняком). В цьому випадку можна очікувати, що додавання природного асфальту (NA) значно поліпшить цей параметр, тоді як у разі кислих порід (таких як порфір, граніт, кварц) це навряд чи поліпшить, якщо взагалі поліпшить міцність зчеплення і в цілому збереже її тільки на рівні, характерному для асфальтів порівнянної консистенції.

Крім того, було встановлено, що оцінка бітумів за допомогою стандартних експлуатаційних випробувань не завжди достатня для повної характеристики матеріалу. З цієї причини в рамках даного дослідження були проведені випробування для визначення в'язкопружних властивостей бітумів, включаючи визначення комплексного модуля зсуву в широкому діапазоні частот і температур, визначення в'язкопружних пластичних властивостей, тобто випробування MSCR і випробування, еквівалентне випробуванню, що дозволяє визначити температури окремих фазових переходів. Слід зазначити, що не раніше, ніж після проведення випробувань MSCR і фазових переходів вдалося продемонструвати переваги бітумів, модифікованих природними асфальтами,

які при тому ж рівні жорсткості, що і еталонні бітуми, мали значно кращі значення реологічних параметрів R_{100} , R_{3200} і T^* .



MARCIN GAJEWSKI¹⁾
RENATA HORODECKA²⁾

RHEOLOGICAL PROPERTIES OF ROAD BITUMENS MODIFIED BY NATURAL ASPHALT

WŁAŚCIWOŚCI REOLOGICZNE ASFALTÓW DROGOWYCH ZMODYFIKOWANYCH ASFALTEM NATURALNYM

STRESZCZENIE. W pracy przedstawiono kompleksowe wyniki badań funkcjonalnych oraz niestandardowych badań reologicznych wybranych asfaltów drogowych zmodyfikowanych dodatkiem asfaltu naturalnego. Wykazano, że w przypadku normowych badań funkcjonalnych asfalty o istotnie różnych właściwościach reologicznych są klasyfikowane jednakowo. W takich sytuacjach konieczne są badania cech lepko-sprężystości (badania zespolonych modułów ścinania) oraz badania cech lepko-sprężysto-plastyczności (badania przy powtarzalnym impulsie naprężeniowym, tj. np. badanie MSCR). Dodatkowo przeprowadzono badanie, które pośrednio jest używane do wyznaczania tzw. wyraźnych przejść fazowych. W przypadku lepszycy asfaltowych przejścia fazowe nie są wyraźne, jednak temperatura odpowiadająca maksymalnej wartości części urojonej zespolonego modułu sztywności może być traktowana jako parametr istotny z punktu widzenia termodynamiki i reologii. Zalety modyfikacji lepszycy asfaltem naturalnym są wyraźnie widoczne w normowym badaniu przyczepności do kruszyw. Z kolei w przypadku badań niestandardowych dopiero badanie MSCR i badanie przejść fazowych pozwoliły na wykazanie zalet asfaltów drogowych modyfikowanych asfaltem naturalnym.

SŁOWA KLUCZOWE: asfalt naturalny, DSR, moduły zespolone, MSCR, przejścia fazowe, właściwości reologiczne.

ABSTRACT. The paper presents comprehensive results of the performance and non-standard rheological tests of chosen paving-grade bitumens modified by adding natural asphalt. It has been demonstrated that standard performance tests give the same classification rating to bitumens that have considerably different rheological properties. In such situations it is indispensable to test visco-elastic properties (complex shear modulus test) and visco-elastic-plastic properties (using tests with repeated stress pulse, such as MSCR). Additionally, a test used for indirect determination of so-called distinct phase transitions was carried out as part of this research. Although phase transitions are not distinct in the case of bitumen binders, the temperature corresponding to the maximum value of the imaginary part of the complex stiffness modulus can be treated as an important parameter from the point of view of thermodynamics and rheology. The benefits of modification of binders by addition of natural asphalts are clearly evident in the standard binder/aggregate bond strength test. Conversely, the respective non-standard tests failed to demonstrate the advantages of paving-grade bitumens modified with natural asphalt until MSCR and phase transition tests were carried out to this effect.

KEYWORDS: complex moduli, DSR (dynamic shear rheometer), MSCR (multiple stress creep recovery), natural/native asphalt, phase transition, rheological properties.

¹⁾ Instytut Badawczy Dróg i Mostów, ul. Instytutowa 1, 03-302 Warszawa; mgajewski@ibdim.edu.pl (✉)

²⁾ Instytut Badawczy Dróg i Mostów, ul. Instytutowa 1, 03-302 Warszawa; rhorodecka@ibdim.edu.pl

1. WSTĘP

Stosowanie dodatku asfaltu naturalnego do miękkich lepiszczy ma zarówno korzystny wpływ na jego cechy reologiczne [1-6] jak i na cechy powstałej na jego bazie mieszanki mineralno-asfaltowej (MMA) [7]. Dodatek asfaltu naturalnego może być traktowany na tej samej zasadzie jak inne dodatki poprawiające właściwości lepiszcza bądź powstałej z niego MMA [7-12]. Problematiczna jest jednak ocena tych właściwości przy zastosowaniu normowych metod badawczych [13-17]. Badania funkcjonalne tylko w niewielkim stopniu pozwalają na analizę wpływu domieszki na właściwości finalnego produktu. W artykule przedstawiono m.in. wyniki niestandardowych badań reologicznych, które zostały oznaczone w reometrze dynamicznego ścinania [18]. Ich zestawienie z wynikami badań funkcjonalnych pozwala na kompleksową ocenę właściwości otrzymywanego produktu.

Największe złoża asfaltu naturalnego znajdują się w Wenezueli, Albanii i Trynidadzie [3, 5]. Asfalty powstające w warunkach naturalnych występują w przyrodzie z reguły w sąsiedztwie złóż ropy naftowej w postaci stałej lub półstałej i dzielą się na dwa rodzaje: pochodzenia skalnego (np. asfalt albański) oraz pochodzenia jeziorowego (np. asfalt trynidadzki). Złoża bitumiczne zawierają od 55% do 98% czystego asfaltu, natomiast skały bitumiczne mają niską zawartość asfaltu i są z reguły skałami o porowatej strukturze – nasycenymi asfaltem w ilości od 10% do 15% (wapienie, dolomity, piaskowce). Badany asfalt naturalny pochodzi ze złoża Selenizza w pobliżu miejscowości Selenizza w Albanii. Jest pochodzenia skalnego i występuje w postaci stałej (żyły asfaltowe znajdujące się w skałach). Charakteryzuje się stosunkowo dużą zawartością lepiszcza > 80%, jak również zawiera bardzo drobne zanieczyszczenia mineralne (ponad 90% frakcji < 0,063 mm).

Celem artykułu jest analiza wyników badań laboratoryjnych asfaltów drogowych zmodyfikowanych asfaltem naturalnym i porównanie ich właściwości reologicznych w stosunku do asfaltów drogowych o zadanych wartościach penetracji i temperatury mięknienia. Do badań wybrano następujące materiały bazowe:

- asfalt naturalny – pochodzący z Albanii (AN),
- lepiszcze odzyskane z asfaltu naturalnego (ANO),
- asfalt drogowy 35/50 (porównawczy),
- asfalt drogowy 50/70 (wyjściowy),
- asfalt drogowy 70/100 (wyjściowy).

Na ich podstawie przygotowano następujące mieszaniny wymienionych wyżej składników:

1. INTRODUCTION

Adding natural asphalt to soft binders improves both their rheological properties [1-6] and the properties of the bituminous mixtures in which they are contained. Natural asphalt can be treated in the same way as other additives designed to improve the properties of base (virgin) bitumens or the final mixtures containing them [7-12]. However, evaluation of these properties with standard tests and determinations is problematic [13-17]. Performance tests enable evaluating the effect of an additive on the properties of the final product to a limited extent only. This paper presents i.a. the results of non-standard rheological tests obtained with a dynamic shear rheometer [18]. Putting them side by side with the results of the performance tests enables comprehensive evaluation of the properties of the obtained product.

The greatest deposits of natural asphalt are found in Venezuela, Albania and Trinidad [3, 5]. In nature the asphalt deposits, as a rule, accompany the deposits of crude oil, they occur in the solid or semi-solid form and are found in the form of rock asphalt (for example in the deposits in Albania) or lake asphalt (for example in the Asphalt Lake of Trinidad). The natural asphalt deposits contain between 55% and 98% of pure bitumen and natural asphalt rocks have a low content of bitumen and their generally porous structure is impregnated with between 10% and 15% of bitumen (limestone, dolomite, sandstone). The natural asphalt studied in this paper comes from the Selenizza deposit located near the town of Selenizza in Albania. It is found in rock, in a solid form (asphalt veins running through the rock). It features a relatively high, i.e. over 80% content of binder contaminated with very small mineral grains (over 90% of grains are below 0.063 mm in size).

The purpose of this study is to analyse the results of laboratory testing of paving-grade bitumens modified with natural asphalt, and to compare their rheological properties with paving-grade bitumens with reference values of penetration and softening point. The following base materials have been selected for this study:

- natural asphalt mined in Albania,
- asphalt binder recovered from natural asphalt,
- 35/50 paving-grade bitumen (reference),
- 50/70 paving-grade bitumen (base bitumen),
- 70/100 paving-grade bitumen (base bitumen).

The following bitumen mixes (blends) were obtained using the above listed constituents:

- asfalt 50/70 z dodatkiem 10%, 20% asfaltu naturalnego (AN),
- asfalt 70/100 z dodatkiem 10%, 20% i 30% asfaltu naturalnego (AN),
- asfalt 70/100 z dodatkiem 20% lepiszcza odzyskanego z asfaltu naturalnego (ANO),
- asfalt 70/100 z dodatkiem 15% lepiszcza odzyskanego z asfaltu naturalnego (ANO).

2. BADANIA CECH FUNKCJONALNYCH LEPISZCZY ASFALTOWYCH

2.1. SKŁAD I PODSTAWOWE WŁAŚCIWOŚCI ASFALTU NATURALNEGO I ASFALTÓW WYJŚCIOWYCH

W pierwszym etapie prac określony został skład asfaltu naturalnego (AN) w tym zawartość lepiszcza i materiałów mineralnych < 0,063 mm (Tabl. 1) oraz odzyskane zostało lepiszcze (ANO) z asfaltu naturalnego (AN) wg PN-EN 12697-3. Następnie wykonano podstawowe badania asfaltów wyjściowych 50/70 i 70/100, asfaltu naturalnego (AN) i lepiszcza odzyskanego z asfaltu naturalnego (ANO) w zakresie penetracji w temp. 25°C wg PN-EN 1426, temperatury mięknięcia wg PN-EN 1427, temperatury łamliwości wg Fraassa wg PN-EN 12593 (Tabl. 2). Gęstość asfaltu naturalnego oznaczona w temp. 25°C wg PN-EN 3838 wynosiła 1099 kg/m³. Na Rys. 1 przedstawiono asfalt naturalny w stanie oryginalnym oraz materiał mineralny pozostały po odzysku asfaltu.

Table 1. Composition of natural asphalt (NA)
Tablica 1. Skład asfaltu naturalnego (AN)

Mesh size Wymiar oczka sita # [mm]	Retained Odsiew [% (m/m)]	Passing Przesiew
5.0	–	100
2.0	0.1	99.9
0.5	0.9	99.0
0.125	2.8	96.2
0.063	3.9	92.3
≤ 0.063	92.3	–
Content of bitumen in NA [% (m/m)] Zawartość asfaltu w AN	84.75	
Mineral content in NA [% (m/m)] Zawartość części mineralnych w AN	15.25	

- 50/70 bitumen with addition of 10%, 20% of natural asphalt,
- 70/100 bitumen with addition of 10%, 20% and 30% of natural asphalt,
- 70/100 bitumen with addition of 20% of asphalt binder recovered from natural asphalt,
- 70/100 bitumen with addition of 15% of asphalt binder recovered from natural asphalt.

2. PERFORMANCE TESTS OF ASPHALT BINDERS

2.1. COMPOSITION AND BASIC PROPERTIES OF NATURAL ASPHALT AND BASE BITUMENS

The study began by determining the composition of natural asphalt (NA), including determination of the content of binder and mineral material of grain size below 0.063 mm (Table 1). Natural asphalt binder (NAB) was recovered from the natural asphalt (NA) according to PN-EN 12697-3. Next the basic tests were carried out on the 50/70 and 70/100 base bitumens, on the natural asphalt (NA) and on the recovered natural asphalt binder (NAB), namely: penetration at 25°C according to PN-EN 1426, softening point according to PN-EN 1427, and Fraass breaking point according to PN-EN 12593 (Table 2). The density of natural asphalt determined at 25°C according to PN-EN 3838 was about 1099 kg/m³. Fig. 1 shows natural asphalt in its natural state and the mineral matter after recovery of binder.

Table 2. The basic properties of 35/50, 50/70, 70/100 bitumens, natural asphalt (NA) and binder recovered from natural asphalt (NAB)
Tablica 2. Podstawowe właściwości asfaltów 35/50, 50/70, 70/100, asfaltu naturalnego (AN) oraz asfaltu odzyskanego z asfaltu naturalnego (ANO)

Property Właściwość	Bitumen type / Rodzaj asfaltu				
	35/50	50/70	70/100	NA	ANO
Penetration at 25°C, 0.1 mm Penetracja w 25°C, 0.1 mm	42	63	84	1	1
Softening point, ring and ball method Temperatura mięknięcia PiK [°C]	53.4	48.4	45.6	123.5	105.5
Fraas breaking point Temperatura łamliwości Fraassa [°C]	-18	-16	-19	+23	+22

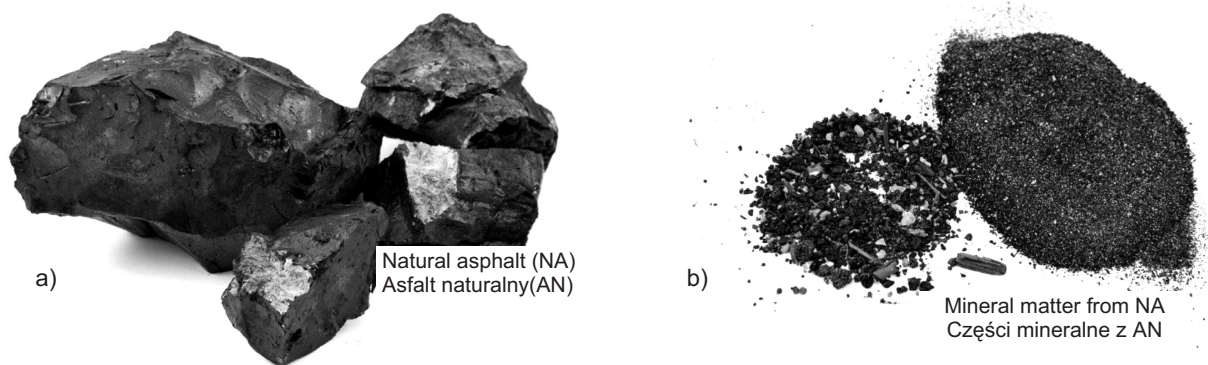


Fig. 1. a) Natural asphalt (NA), b) Mineral matter after bitumen recovery [4]
 Rys. 1. a) Asfalt naturalny (AN), b) Pozostałe po odzysku asfaltu części mineralne [4]

Zbadany asfalt naturalny zawierał około 15% części mineralnych o uziarnieniu do 2 mm, w tym bardzo dużą część tj. 92,3% stanowią bardzo drobne części mineralne $\leq 0,063$ mm (Rys. 1). Z uwagi na stosunkowo niską zawartość części mineralnych (bardzo drobnych) w asfalcie naturalnym, oznaczono podstawowe właściwości zarówno asfaltu naturalnego jak i lepiszcza odzyskanego z asfaltu naturalnego (pozbawionego części mineralnych). Zarówno asfalt naturalny jak i lepiszcze z niego odzyskane wykazały cechy asfaltu bardzo twardego (miały penetrację w temp. 25°C na poziomie $1 \times 0,1$ mm i charakteryzowały się bardzo wysoką temperaturą łamliwości 22-23°C). Oznaczona temperatura mięknięcia asfaltu naturalnego (123,5°C) jest wyraźnie wyższa niż w przypadku lepiszcza odzyskanego z AN (105,5°C). Natomiast gęstość asfaltu naturalnego AN (1099 kg/m^3) jest nieco wyższa od gęstości typowych asfaltów drogowych (około 1024 kg/m^3).

2.2. OKRESLENIE OPTYMALNEJ ZAWARTOŚCI I METODY WPROWADZANIA DODATKU ASFALTU NATURALNEGO DO ASFALTU WYJŚCIOWEGO

W celu optymalizacji zawartości dodatku AN przeprowadzone zostały próby wprowadzania asfaltu naturalnego do asfaltu drogowego 50/70 i 70/100. Na podstawie oceny konsystencji asfaltów przewidziano 10% i 20% dodatek tego asfaltu do asfaltu drogowego 50/70 oraz 10%, 20% i 30% dodatek do asfaltu drogowego 70/100. Dopracowana została laboratoryjna metoda wprowadzania dodatku asfaltu naturalnego do asfaltu wyjściowego, której głównym elementem była potrzeba wstępnego rozdrobnienia asfaltu naturalnego. Następnie przygotowane zostały mieszanki asfaltu drogowego 50/70 i 70/100 z asfaltem naturalnym w różnych proporcjach.

The studied natural asphalt contained ca. 15% mineral grains of up to 2 mm in size yet with a very large portion, namely 92.3% of very fine grains, i.e. below 0.063 mm in size (Fig. 1). Due to a relatively small content of minerals (very fine-grained) in the natural asphalt, the basic properties were determined both for the natural asphalt and for the asphalt binder recovered from it (having no mineral content). Both the natural asphalt and the asphalt binder recovered from it had characteristics of a very hard bitumen (penetration at 25°C of 1×0.1 mm and a very high Fraass breaking point of 22-23°C). The determined softening point of natural asphalt (123.5°C) is clearly higher than the value obtained for the asphalt binder recovered from NA (105.5°C). Conversely, the density of natural asphalt NA (1099 kg/m^3) is slightly higher than the densities of typical paving-grade bitumens (ca. 1024 kg/m^3).

2.2. DETERMINATION OF THE OPTIMUM CONTENT AND METHOD OF ADDING NATURAL ASPHALT TO THE BASE BITUMEN

With the purpose to determine the optimum contents of NA tests were carried out in which natural asphalt was added to two paving-grade bitumens: 50/70 and 70/100. Natural asphalt was added to the paving-grade bitumens 50/70 and 70/100 at the ratios of 10%, 20% in the case of the former one and 10%, 20%, 30% in the case of the latter one. These ratios were defined on the basis of consistency assessment. A laboratory procedure of adding natural asphalt to the base bitumen was refined, in which the key element was the requirement of initial fragmentation of natural asphalt. Further on, blends of 50/70 and 70/100 paving-grade bitumens with natural asphalt were prepared with different contents of ingredients.

Wykonane zostały próby wprowadzania asfaltu naturalnego do asfaltu drogowego 50/70 i 70/100, w których zastosowano 10% i 20% dodatek asfaltu naturalnego do asfaltu drogowego 50/70 oraz 10%, 20% i 30% dodatek do asfaltu drogowego 70/100. Przygotowane mieszanki asfaltu drogowego 50/70 i 70/100 z asfaltem naturalnym w różnych proporcjach zostały poddane badaniom w zakresie penetracji w temp. 25°C i temperatury mięknięcia PiK.

Wyniki badań potwierdzają zależność, że wraz ze wzrostem zawartości asfaltu naturalnego AN w stosunku do asfaltu drogowego uzyskujemy twardszy asfalt (obniża się penetracja w temp. 25°C, wzrasta temperatura mięknięcia). Na podstawie wykonanych badań można stwierdzić, że w celu uzyskania lepszego konsystencji 35/50 należy dodać około 10% AN do asfaltu 50/70 lub około 20% AN do asfaltu 70/100. Widoczna jest zasada, że zastosowanie bardziej miękkiego asfaltu bazowego pozwala na wprowadzenie większej ilości dodatku asfaltu naturalnego AN (nawet powyżej 20%). W zrealizowanych badaniach nie został zastosowany bardziej miękki asfalt np. 160/220 z uwagi na trudną dostępność na rynku w okresie realizacji pracy.

2.3. BADANIA I OCENA ZGODNOŚCI WŁAŚCIWOŚCI ASFALTU Z DODATKIEM ASFALTU NATURALNEGO Z WYMAGANIAMI PN-EN 12591

Na podstawie analizy wstępnych wyników badań mieszanek asfaltu naturalnego z asfaltami 50/70 i 70/100 do wykonania pełnych badań wytypowano wariant z możliwie największą zawartością lepiszcza odzyskanego z asfaltu naturalnego (o składzie 80% asfaltu drogowego 70/100 i 20% lepiszcza odzyskanego z asfaltu naturalnego (ANO). Oczekiwano uzyskanie asfaltu o parametrach spełniających wymagania wobec asfaltu 35/50 lub 20/30 wg PN-EN 12591. Zakres badań obejmował oznaczenie:

- penetracji w temp. 25°C przed i po RTFOT wg PN-EN 1426:2015,
- temperatury mięknięcia PiK przed i po RTFOT wg PN-EN 1427,
- temperatury łamliwości Fraassa wg PN-EN 12593,
- temperatury zapłonu wg PN-EN ISO 2592,
- zmiany masy po odparowaniu w cienkiej warstwie RTFOT wg PN-EN 12607-1,
- lepkości kinematycznej w temp. 135°C wg PN-EN 12595,
- lepkości dynamicznej w temp. 60°C wg ASTM D 4402-87 lub PN-EN 12596,

Introduction of natural asphalt to 50/70 and 70/100 paving-grade bitumens was tested by adding the amounts of 10% and 20% to 50/70 bitumen and 10%, 20%, 30% to 70/100 bitumen. The blends of 50/70 and 70/100 paving-grade bitumens with natural asphalt added at different proportions were subjected to the penetration test at 25°C and softening point test with ring and ball method.

The results confirm hardening of asphalt with an increase in the content of natural asphalt NA in relation to the paving-grade bitumen content, as indicated by a lower penetration at 25°C and a higher softening point. According to the test results, in order to obtain bitumen of 35/50 consistency we should add ca. 10% of NA to 50/70 bitumen or ca. 20% of NA to 70/100 bitumen. It can be seen that softer base bitumens can receive more natural asphalt (as much as over 20%). Softer bitumens, such as 160/220 were not used in the tests due to their very limited availability in the market at the time of the research.

2.3. TESTING AND CONFORMITY ASSESSMENT OF THE PROPERTIES OF ASPHALT CONTAINING NATURAL ASPHALT WITH THE REQUIREMENTS OF PN-EN 12591

The blend containing 80% of 70/100 paving-grade bitumen and 20% of recovered natural asphalt binder (NAB), i.e. the maximum possible amount, was chosen for further testing on the basis of the initial results of testing the blends of natural asphalt with 50/70 and 70/100 base bitumens. The objective was to obtain a bitumen whose parameters meet the requirements specified in PN-EN 12591 for asphalts 35/50 or 20/30. The scope of the tests included the following determinations:

- penetration at 25 C before and after RTFOT according to PN-EN 1426,
- softening point tested with the ring and ball method according to PN-EN 1427,
- Fraass breaking point according to PN-EN 12593,
- flash point according to PN-EN ISO 2592,
- weight loss after RTFOT according to PN-EN 12607-1,
- kinematic viscosity at 135°C according to PN-EN 12595,
- dynamic (absolute) viscosity at 60°C according to ASTM D 4402-87 or PN-EN 12596,
- solubility according to PN-EN 12592,

– zawartości części rozpuszczalnych wg PN-EN 12592, a ich wyniki zamieszczono w Tabl. 3. Oceny zgodności właściwości asfaltu drogowego 70/100 z 20% dodatkiem lepiszcza odzyskanego z asfaltu naturalnego ANO z wymaganiami PN-EN 12591:2010 dokonano, porównując wyniki badań do wymagań wobec asfaltu 35/50, 20/30 i 30/45 (Tabl. 3).

the results of which are presented in Table 3. The evaluation of the conformity of 70/100 paving-grade bitumen containing 20% of recovered natural asphalt binder (NAB) with the requirements of PN-EN 12591:2010 was carried out by comparing the test results with the requirements defined for 35/50, 20/30 and 30/45 bitumens (Table 3).

Table 3. Test results related to the requirements of PN-EN 12591
Tablica 3. Wyniki badań w odniesieniu do wymagań wg PN-EN 12591

Property Właściwość	Bitumen type / Rodzaj asfaltu					
	Test results / Wyniki badań			Requirements for bitumens specified in PN-EN 12591 Wymagania wobec asfaltu wg PN-EN 12591		
	70/100	70/100+20% NAB / ANO	70/100+15% NAB / ANO	30/45 ^{*)}	20/30	35/50
Penetration at 25°C [0.1 mm] Penetracja w 25°C	84	33	39	30-45	20-30	35-50
Softening point, ring and ball method [°C] Temperatura mięknięcia PiK	45.6	57.2	53.8	52-60	55-63	50-58
Fraas breaking point [°C] Temperatura łamliwości Fraassa	-19	-14	-15	≤ -5	NR / BW ^{**)}	≤ -5
Kinematic viscosity at 135°C [mm ² /s] Lepkość kinematyczna w 135°C	373.45	772.20	–	≥ 400	≥ 530	≥ 370
Dynamic viscosity at 60°C [Pa · s] Lepkość dynamiczna w 60°C	170.89	1165.00	–	≥ 260	≥ 440	≥ 225
Cleveland flash point [°C] Temperatura zapłonu Clevelanda	350	340	–	≥ 240	≥ 240	≥ 240
Solubility [% (m/m)] Rozpuszczalność	99.89	99.90	–	(≥ 99.0)	(≥ 99.0)	≥ 99.0
After RTFOT ageing / Po starzeniu RTFOT						
Ageing resistance/ loss of weight [% (m/m)] Odporność na starzenie / zmiana masy	0.045	-0.34	–	≤ 0.5	≤ 0.5	≤ 0.5
Penetration at 25°C [0.1 mm] Penetracja w 25°C	53	23	–	–	–	–
Softening point, ring and ball method [°C] Temperatura mięknięcia PiK	50.8	64	–	–	–	–
Retained penetration at 25°C after RTFOT [%] Pozostała penetracja po RTFOT	63.1	69.7	–	≥ 53	(≥ 55)	≥ 53
Change of softening point after RTFOT - increase [°C] Zmiana temperatury mięknięcia po RTFOT - wzrost	5.2	6.8	–	≤ 8	≤ 8	≤ 8 (≤ 8)
Plasticity interval (T _{R&B} -T _{Fraass}) [°C] Zakres plastyczności (T _{PIK} -T _{Fraass})	64.6	71.2	–	–	–	–

^{*)} requirements as per PN-EN 12591 (Table 1A, B) for 30/45 bitumen not included in the National Annex (Table NA 1A, B)
wymagania wg PN-EN 12591 (tablica 1A,B) wobec asfaltu 30/45, który nie jest uwzględniony w załączniku krajowym (tablica NA 1A, B)

^{**) NR / BW - No Requirements / Brak Wymagań}

Do badań celowo został wybrany wariant z możliwie największą zawartością asfaltu naturalnego AN (20%), który przy badaniach wstępnych wskazywał na cechy zbliżone do typowego asfaltu 35/50. Jednocześnie na podstawie badanego wariantu można, stwierdzić, że do asfaltu 70/100 najkorzystniejsze jest zastosowanie od 10% do 20% AN. Przy założeniu, że we wstępnych próbach stosowano AN (tj. asfalt z częściami mineralnymi, który powinien być twardszy) oczekiwane było, że zastosowanie 20% ANO do asfaltu 70/100 pozwoli uzyskać lepiszcze o konsystencji asfaltu drogowego 35/50 (Pen25 od 35 do $50 \times 0,1\text{mm}$). Ostatecznie uzyskano nieco twardszy asfalt (Pen25 = $33 \times 0,1\text{mm}$) o dobrych właściwościach, który spełnia wymagania wobec asfaltu 30/45 (asfalt ten wg załącznika krajowego NA zgodnie z PN-EN 12591 nie jest przewidziany do stosowania na rynku polskim).

Badana mieszanka asfaltu 70/100 z zastosowaniem 20% ANO z wyjątkiem penetracji spełnia wszystkie wymagania PN-EN 12591 dla asfaltu drogowego 35/50. Zastosowanie nieco mniejszej zawartości AN (od 15% do 20%) powinno pozwolić na uzyskanie asfaltu o konsystencji asfaltu 35/50. Lepkość dynamiczna oznaczona w temperaturze 60°C przyjmuje bardzo wysokie wartości, natomiast lepkość kinematyczna oznaczona w temperaturze 135°C przyjmuje wartości tylko nieco wyższe ($772\text{ mm}^2/\text{s}$) niż dla typowego asfaltu 35/50 ($748\text{ mm}^2/\text{s}$ wg danych z literatury [19]). Oceniając wyniki lepkości można przypuszczać, że temperatury technologiczne mogą być zbliżone lub nieznacznie wyższe w odniesieniu do asfaltu 35/50. W celu dokładnego ustalenia należałoby wykonać badania lepkości dynamicznej w różnych temperaturach i wyznaczyć temperatury technologiczne.

2.4. BADANIA PRZYZCZEPNOŚCI DO KRUSZYW

Przyczepność asfaltu do kruszywa została oznaczona wg PN-EN 12697-11 jako „Metoda obracanej butelki” dla asfaltu wyjściowego (70/100), porównawczego (35/50) oraz asfaltu wyjściowego z dodatkiem lepiszcza odzyskanego z asfaltu naturalnego (70/100 + 15% ANO) przy uwzględnieniu dwóch kruszyw (bazalt, porfir).

W przypadku bazaltu dodatek ANO pozwala uzyskać wyraźnie wyższą przyczepność tj. o 15% wyższą w odniesieniu do asfaltu wyjściowego 70/100 i o 10% wyższą w odniesieniu do asfaltu porównawczego 35/50 przy ocenie po 6 godzinach oraz jeszcze wyraźniejszą różnicę po 24 godzinach odpowiednio w odniesieniu do asfaltu wyjściowego o 35% i porównawczego o 25%. Jak również wykazuje zdecydowanie mniejszy spadek utraty przyczepności po 24 godzinach

The blend with the maximum possible content of natural asphalt (20%), which in the preliminary tests exhibited features close to a typical 35/50 bitumen, was purposefully chosen for testing. Moreover, on the basis of the tested blend variant we can state that in the case of 70/100 bitumen the most favourable is addition of between 10% and 20% of natural asphalt (NA). Assuming use of natural asphalt (expected to be harder due to mineral content) in the preliminary tests, it was expected that addition of 20% NAB to 70/100 bitumen should produce binder having consistency parameters of 35/50 paving-grade bitumen (Pen25 from 35 to $50 \times 0.1\text{mm}$). The finally obtained bitumen was slightly harder (Pen25 = $33 \times 0.1\text{mm}$), with good properties and meeting the requirements defined for 30/45 bitumen (this bitumen, according to the National Annex to PN-EN 12591 is not intended to be used on the Polish market).

The tested blend of 70/100 bitumen, containing 20% NAB, meets all the requirements defined for the 35/50 paving-grade bitumen in PN-EN 12591, except for penetration. With a slightly reduced amount of NA (from 15% to 20%) the blend should acquire the consistency of the 35/50 bitumen. The dynamic viscosity at 60°C is very high while kinematic viscosity at 135°C is only slightly higher ($772\text{ mm}^2/\text{s}$) than the value of a typical 35/50 bitumen ($748\text{ mm}^2/\text{s}$ according to the literature data given in [19]). Analysing the viscosity data we can expect similar or slightly higher production temperatures, as compared to the 35/50 bitumen. For accurate determination, dynamic viscosity should be tested at different temperatures and the production temperatures should be specified on this basis.

2.4. TESTING ASPHALT-AGGREGATE BOND STRENGTH

The asphalt-aggregate bond strength was determined according to PN-EN 12697-11 with the rolling bottle method for the base bitumen (70/100), reference bitumen (35/50) and base bitumen with an addition of recovered natural asphalt binder (70/100 + 15% NAB) and with two aggregate types: basalt and porphyry.

In the case of basalt, addition of NAB improves the bond strength considerably, i.e. by 15% in relation to the 70/100 base bitumen and by 10% in relation to the 35/50 reference bitumen, determined after 6 hours. After 24 hours this difference has even increased to 35% and 25% in relation the base and reference bitumens respectively. Moreover, the mixture exhibits much lower loss of bond strength after 24 hours of rolling, i.e.: -65% for 35/50 bitumen, -70%

obracania butelki, tj. asfalt 35/50 (-65%), asfalt 70/100 (-70%) i asfalt 70/100 + 15% ANO (-55%).

W przypadku porfiru w ocenie po 6h uzyskano wyniki na znacznie niższym poziomie, gdzie wyniki przyczepności asfaltu porównawczego 35/50 i asfaltu z dodatkiem ANO były identyczne oraz były o 10% wyższe w odniesieniu do asfaltu wyjściowego 70/100, natomiast po 24 godzinach wszystkie badane warianty wykazały brak przyczepności. Tak więc w przypadku skał o odczynie zasadowym (np. bazalt, dolomit, wapień) można liczyć na istotną poprawę przyczepności po zastosowaniu AN, natomiast w przypadku skał o odczynie kwaśnym (np. porfir, granit, kwarc) dodatek AN raczej nie wpłynie na poprawę przyczepności a jedynie pozwoli zachować typowy poziom identyczny z asfaltami o porównywalnej konsystencji.

3. BADANIA REOLOGICZNE W REOMETRZE DSR

3.1. MODUŁY ZESPOLONE

Do badań reologicznych przyjęto wariant mieszanki asfaltu 70/100 z dodatkiem 15% i 20% asfaltu naturalnego pozbawionego części mineralnych z uwagi na podstawowe właściwości zbliżone do typowego asfaltu 35/50. Tym samym porównanie zostało dokonane w aspekcie wpływu dodatku ANO na właściwości asfaltu wyjściowego (70/100) oraz w odniesieniu do asfaltu porównawczego (35/50) o zbliżonej konsystencji.

Korzystając z reometru dynamicznego ścinania (DSR Haake Mars II) wyznaczono zespolone moduły sztywności [20-22]:

tj. zespolony moduł ścinania Kirchhoffa, w szerokim zakresie częstotliwości (tj. od 0,16 Hz do 15,85 Hz) i szerokim zakresie temperatur od 10°C do 82°C. We wzorze (1) G' oznacza część rzeczywistą, G'' część urojoną zespolonego modułu ścinania zaś $i = \sqrt{-1}$. Badania przeprowadzono przy wymuszeniu odkształceniowym przy wartości odkształcenia ścinającego na poziomie 1% zakładając, że założenie o liniowości właściwości lepko-sprężystych jest spełnione. W zależności od temperatury badania przeprowadzano na próbkach walcowych o średnicy 8 mm (niższe wartości temperatury) albo 25 mm (wyższe wartości temperatury) wykonując po dwa powtórzenia każdego z testów. Na Rys. 2 i 3 przedstawiono wyniki w formie wykresów zespolonego modułu sztywności (2) dla temperatury o wartości 10°C, 22°C, 40°C i 70°C

i kąta przesunięcia fazowego (3)

for 70/100 bitumen and -55% for 70/100 + 15% NAB asphalt.

In the case of porphyry, the results after 6 hours were much lower, with identical values obtained for the 35/50 reference bitumen and asphalt with addition of NAB, by 10% higher than the value obtained for the 70/100 base bitumen. After 24 hours a complete lack of bond was determined for all the tested variants. Thus, for basic rocks (such as basalt, dolomite, limestone), addition of natural asphalt (NA) can be expected to considerably improve the bond strength, while for acidic rocks (such as porphyry, granite, quartz) it will hardly, if at all, improve this parameter and generally only maintain it at a level typical of asphalts of a comparable consistency.

3. RHEOLOGICAL TESTS IN THE DYNAMIC SHEAR RHEOMETER (DSR)

3.1. COMPLEX MODULI

The variant chosen for rheological tests were blends made of 70/100 base bitumen with addition of 15% and 20% of natural asphalt without mineral matter due to their basic characteristics similar to a typical 35/50 bitumen. In this way, the comparison was performed in terms of the effect of NAB addition on the properties of base bitumen (70/100) and in relation to reference bitumen (35/50) of similar consistency.

A dynamic shear rheometer (DSR Haake Mars II) was used to determine the complex stiffness modulus [20-22]:

$$G^* = G' + iG'', \quad (1)$$

i.e. the complex shear modulus over a wide frequency range (0.16-15.85 Hz) and a wide temperature range, i.e. from 10°C up to 82°C. In equation (1) G' represents the real part of the shear modulus, G'' represents the imaginary part and $i = \sqrt{-1}$. Strain excitation was used in the tests with the shear strain of approximately 1%, based on the assumption that the assumed linearity of visco-elastic properties holds true. Cylindrical specimens were used in the test of 8 mm in diameter (for lower temperatures) and 25 mm in diameter (for higher temperatures), with two repetitions done per one test. Figs. 2 and 3 present the results as the norm of complex moduli (2) for the temperatures of 10°C, 22°C, 40°C, and 70°C

$$|G^*| = \sqrt{(G')^2 + (G'')^2}, \quad (2)$$

and for the phase shift angle (3)

$$\delta = \arctg(G''/G'), \quad (3)$$

w funkcji częstotliwości f .

Badanie modułów zespolonych jako badanie cech lepko-sprężystych materiałów jest szeroko rozpowszechnione i nie można go uniknąć w przypadku badań asfaltowych materiałów drogowych, np. [23]. Analizując wyniki zaprezentowane na Rys. 2 i 3 widać, że lepiszcze 70/100 + 15% ANO jest niemal nierozróżnialne od lepiszcza 35/50 ze względu na swoje cechy lepko-sprężyste. Z kolei lepiszcze 70/100 + 20% ANO ma wyraźnie wyższe wartości normy zespolonego modułu sztywności w stosunku do analogicznych wartości w przypadku lepiszcza 35/50. Okazuje się, że nieznaczna różnica w przypadku dodatku asfaltu naturalnego (5%) istotnie zmienia wartości sztywności. Ta zmiana ma podobny wpływ jak dodatek 15% asfaltu naturalnego do asfaltu 70/100.

as a function of frequency f .

Testing complex moduli in relation to the visco-elastic properties of materials is widely used and cannot be avoided in the case of testing bituminous road paving materials, for example see [23]. Analysing the results presented in Figs. 2 and 3 we see that there is hardly any difference between 70/100 + 15% NAB and 35/50 bitumens in terms of visco-elastic properties. Conversely, 70/100 + 20% NAB bitumen exhibits significantly higher values of complex modulus in relation to the corresponding values of 35/50 bitumen. It turns out that even a slight difference in the amount of natural asphalt (5%) significantly changes the stiffness. The effect of such change is similar to addition of natural asphalt to the 70/100 bitumen.

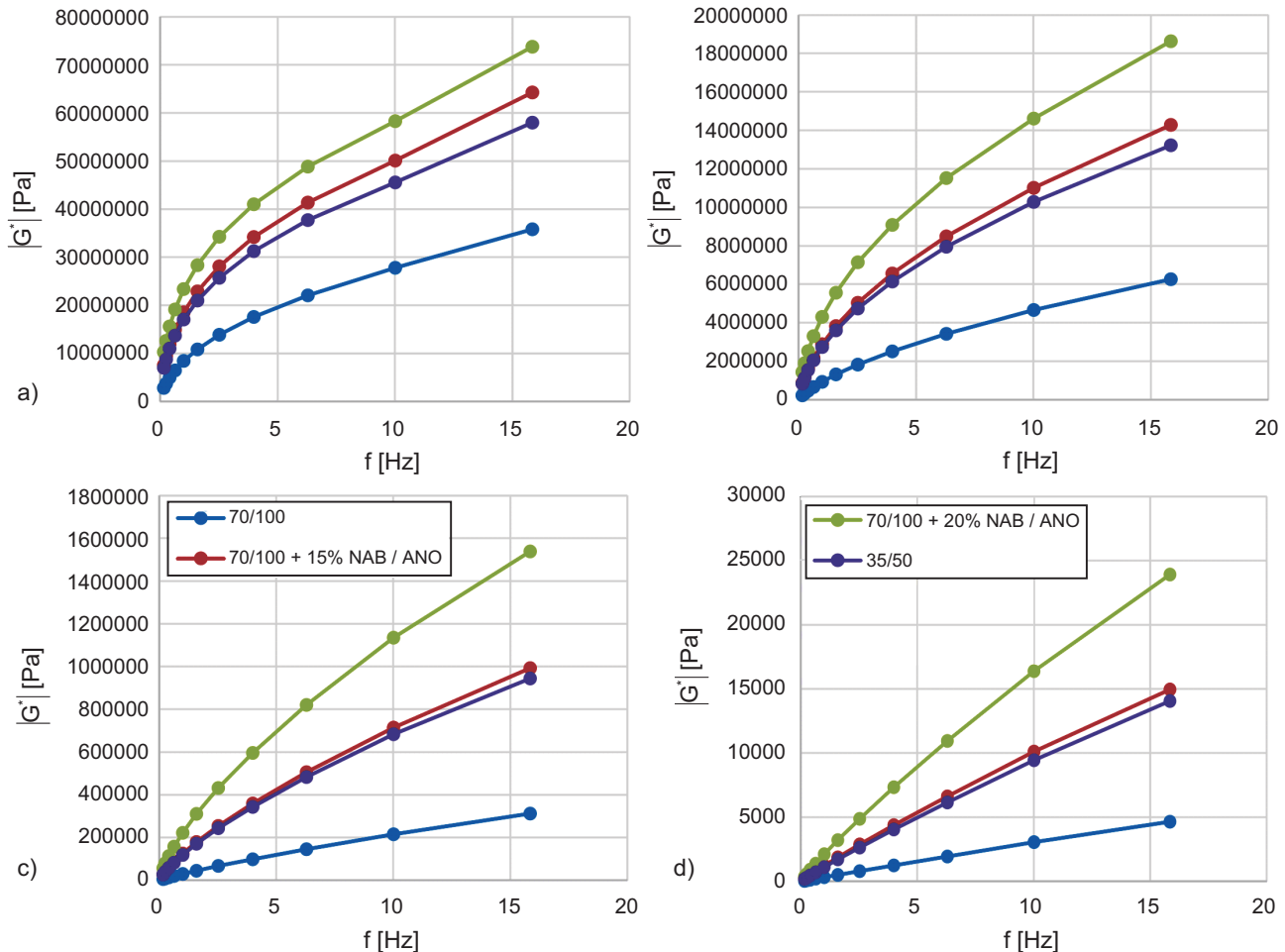


Fig. 2. Norm of complex shear modulus $|G^*|$ as a function of frequency f at the temperatures of: a) 10°C, b) 22°C, c) 40°C, d) 70°C for the analysed bitumens

Rys. 2. Norma zespolonego modułu ścinania $|G^*|$ w funkcji częstotliwości f w temperaturze: a) 10°C, b) 22°C, c) 40°C, d) 70°C w przypadku analizowanych asfaltów

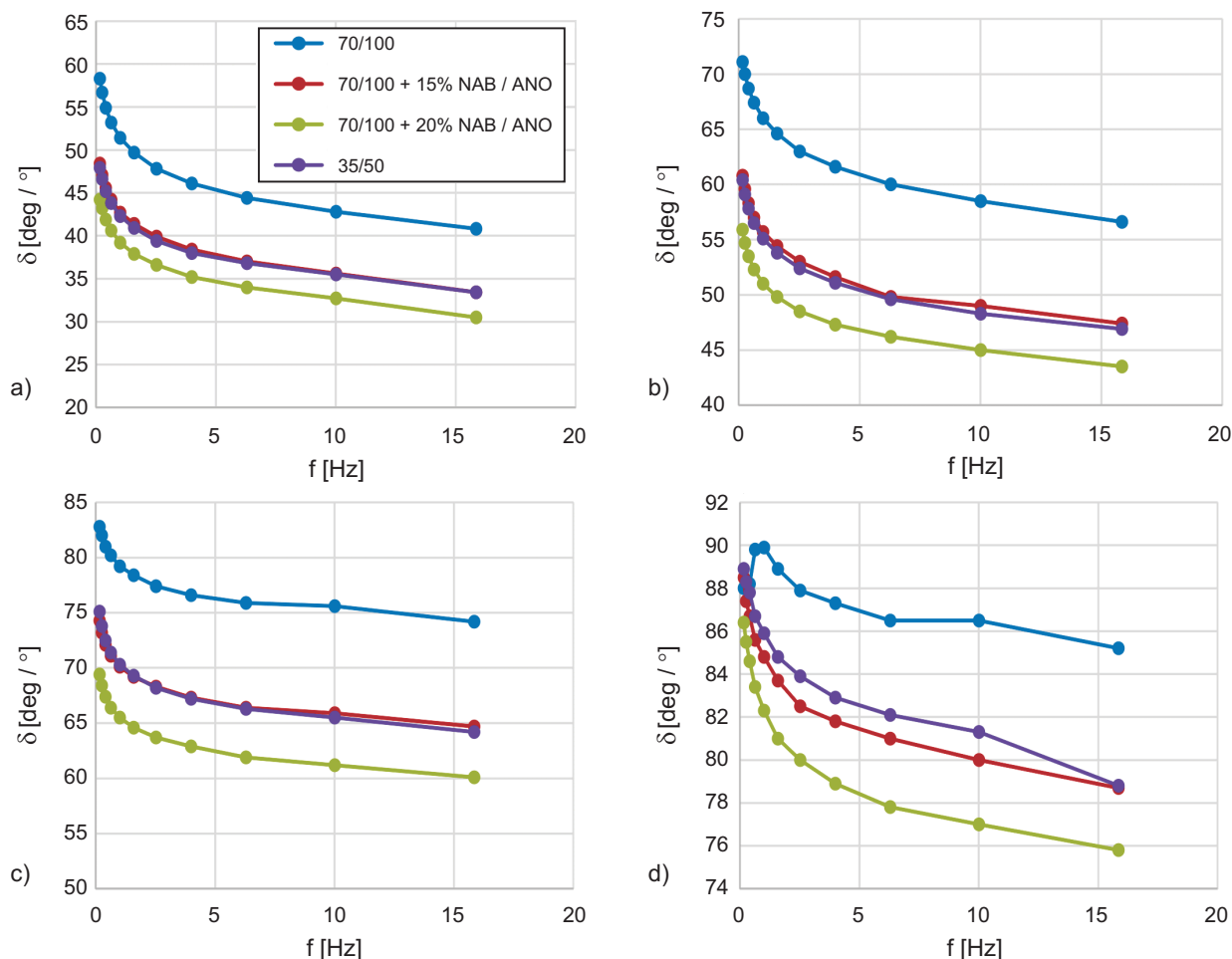


Fig. 3. Phase shift angle δ as a function of frequency f at the temperatures T : a) 10°C, b) 22°C, c) 40°C, d) 70°C for the analysed bitumens

Rys. 3. Kąt przesunięcia fazowego δ w funkcji częstotliwości f w temperaturze T : a) 10°C, b) 22°C, c) 40°C, d) 70°C w przypadku analizowanych asfaltów

3.2. BADANIE MSCR

W pracy badanie MSCR [14, 24, 25] jest traktowane jako analiza cech lepko-sprężysto-plastycznych, a nie tylko lepko-sprężystych. Badanie to wprowadzono do oceny właściwości lepiszczy asfaltowych, gdyż jego wynik jest dobrze skorelowany z wynikami badania koleinowania przeprowadzanymi na mieszankach mineralno-asfaltowych wykonanych z zastosowaniem ocenianego lepiszcza [26, 27]. Przeprowadzono je zgodnie z instrukcją ASTM: D7405-10 powtarzając je 10-krotnie w celu jego obróbki statystycznej [27]. Na Rys. 4 i 5 przedstawiono wyniki analizy statystycznej danych uzyskanych w teście MSCR, określających odkształcenie odwracalne (parametr R100) w warunkach cyklicznego obciążenia w trybie naprężeniowym przy wartości naprężenia ścinania równej 100 Pa odpowiednio

3.2. MSCR TEST

In this research the MSCR test [14, 24, 25] is treated as an analysis of visco-elastic-plastic properties rather than visco-elastic properties only. The test was introduced in the evaluation of the properties of bituminous binders because the results it yielded showed good correlation with the results of wheel tracking tests performed on the bituminous mixtures for which these binder were used [26, 27]. It was carried out according to the ASTM: D7405-10 with 10 repetitions to enable statistical processing of results [27]. Figs. 4 and 5 present the results of a statistical analysis of the data obtained in MSCR test which define the recoverable deformation (R100 value) at cyclic loading in stress mode and 100 Pa shear stress value at the temperatures of 20°C and 70°C. In all the analysed cases the null hypothesis stating

w temperaturze 20°C i 70°C. We wszystkich analizowanych przypadkach hipoteza zerowa, tj. twierdzenie że rozkład analizowanej zmiennej nie jest normalny, została zaprzeczona przy poziomie ufności 95%. Można przyjąć zatem, że założenie o posługiwaniu się w dalszej analizie średnimi arytmetycznymi jest uprawnione. Analogiczne wnioski można wyciągnąć w przypadku pozostałych wartości temperatury, a także w przypadku parametru R3200 (również dla wszystkich wartości temperatury, w której przeprowadzono badania). Ze względu na ograniczenia objętościowe artykułu wyników tych analiz nie zaprezentowano w formie wykresów.

that the distribution of the analysed variable is not normal was rejected at 95% confidence level. This justifies the assumption to use arithmetic means for the further analysis. Similar conclusions can be drawn for the remaining temperatures and for the R3200 parameter alike (also for all the test temperature values). The results are not presented on charts due to space limitations.

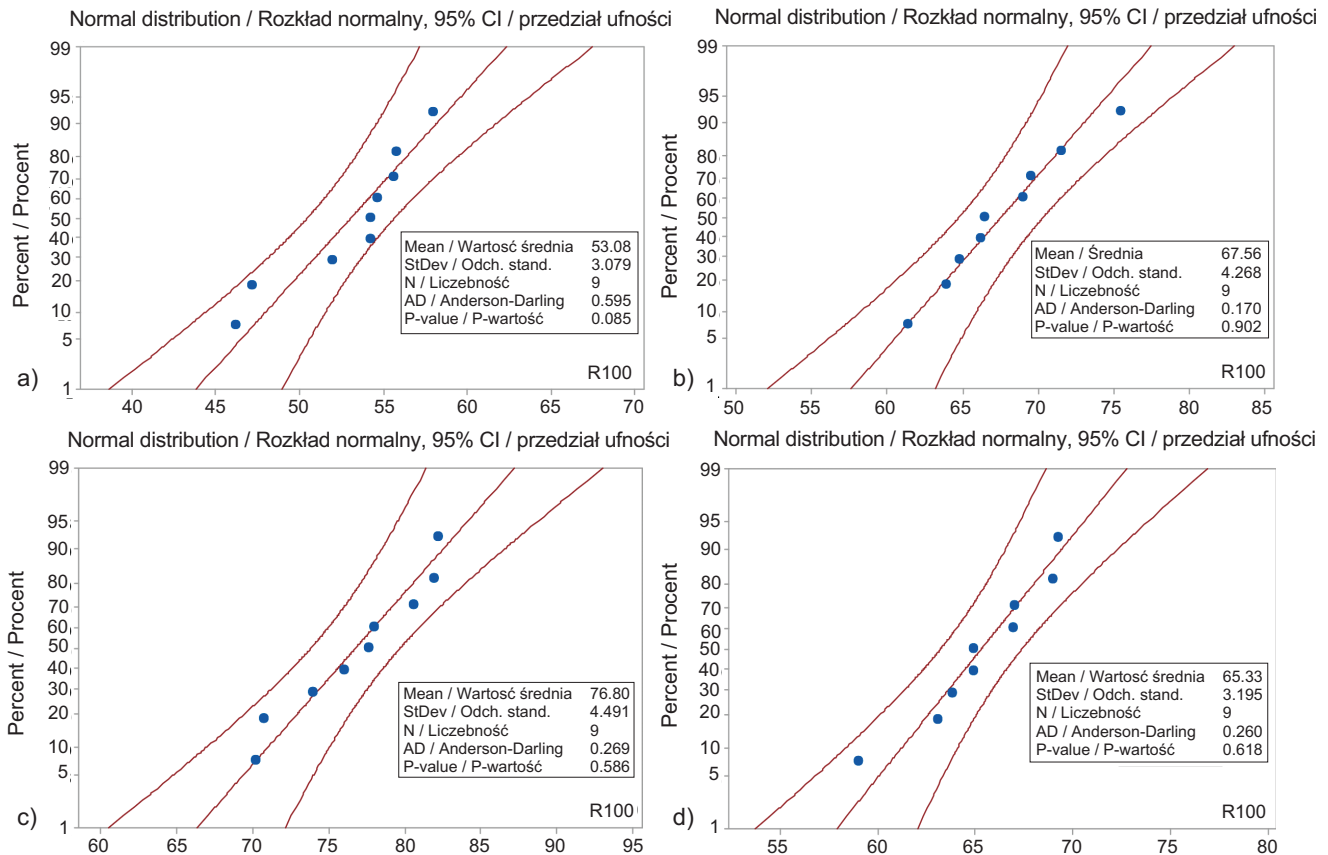


Fig. 4. Analysis of normality of R100 variable obtained at the temperature of 20°C in the MSCR test for the following bitumens: a) 70/100, b) 70/100 + 15% NAB, c) 70/100 + 20% NAB, d) 35/50

Rys. 4. Analiza normalności zmiennej R100 uzyskanej w temperaturze 20°C w teście MSCR dla asfaltu: a) 70/100, b) 70/100 + 15% ANO, c) 70/100 + 20% ANO, d) 35/50

W Tabl. 4 zamieszczono wyniki badania MSCR tj. parametry R100 i R3200 oraz wartość średnią danego parametru, jego medianę oraz granicę 95% przedziału ufności. Parametr R (R100 albo R3200) może być interpretowany jako nawrót sprężysty i podaje się go w procentach [13]. Parametr ten w przypadku przeprowadzonych badań zarówno w temperaturach 20°C jak i 40°C utrzymuje się dla tych samych rodzajów asfaltów na zbliżonym poziomie

Table 4 gives the MSCR test results, i.e. the values of R100 and R3200 parameters and the mean value of a given parameter, its median and the limits of 95% confidence interval. The R parameter (R100 or R3200) can be interpreted as elastic recovery and is given in percent [13]. In the tests carried out as part of this research at both 20°C and 40°C it is at a similar level, irrespective of the force excitation level. Only at 70°C R3200 becomes much (i.e.

niezależnie od wartości wymuszenia naprężeniowego. Dopiero w temperaturze 70°C R3200 ma dla tych samych typów asfaltów zdecydowanie niższą wartość niż R100 (różnica kilkukrotna). W przypadku temperatury 70°C i parametru R3200 nie można było wyznaczyć parametru R dla lepiszcza 70/100. Przy wartości naprężenia na poziomie 3200 Pa próbka nie wykazywała żadnej sztywności w zakresie błędu pomiarowego reometru DSR. Porównując między sobą wyniki określające wartość średnią można zauważyć, że parametry R100 i R3200 w przypadku asfaltu 70/100 + 15% ANO są o kilkanaście procent wyższe (lepsze) niż otrzymane dla lepiszcza 35/50. W przypadku zastosowania lepiszcza 70/100 + 20% ANO uzyskano najlepsze wyniki i są one nawet o kilkadziesiąt procent wyższe od uzyskanych dla asfaltu 35/50. Wyniki badania MSCR wyraźnie potwierdzają lepsze właściwości reologiczne asfaltu 70/100 zmodyfikowanego 15% asfaltem naturalnym niż asfaltu 35/50, co nie jest takie łatwe do wykazania w przypadku prowadzenia funkcjonalnych badań standardowych.

a few times) lower than R100 for the same bitumen types. For the temperature of 70°C and parameter R3200 the parameter value of R could not be determined for 70/100 bitumen. For the stress values of 3200 Pa the specimen did not exhibit any stiffness within the DSR measurement error. Comparing the results defining the mean value we see that the values of R100 and R3200 obtained for 70/100 + 15% NAB bitumen are by over a dozen percent higher (better) than the values obtained for the 35/50 binder. The best results were obtained with 70/100 + 20% NAB binder (by a few dozen percent higher than the results obtained for the 35/50 bitumen). The MSCR results clearly confirm better rheological properties of the 70/100 bitumen modified with 15% addition of natural asphalt as compared to the 35/50 bitumen which would not be as easy to demonstrate in standard performance tests.

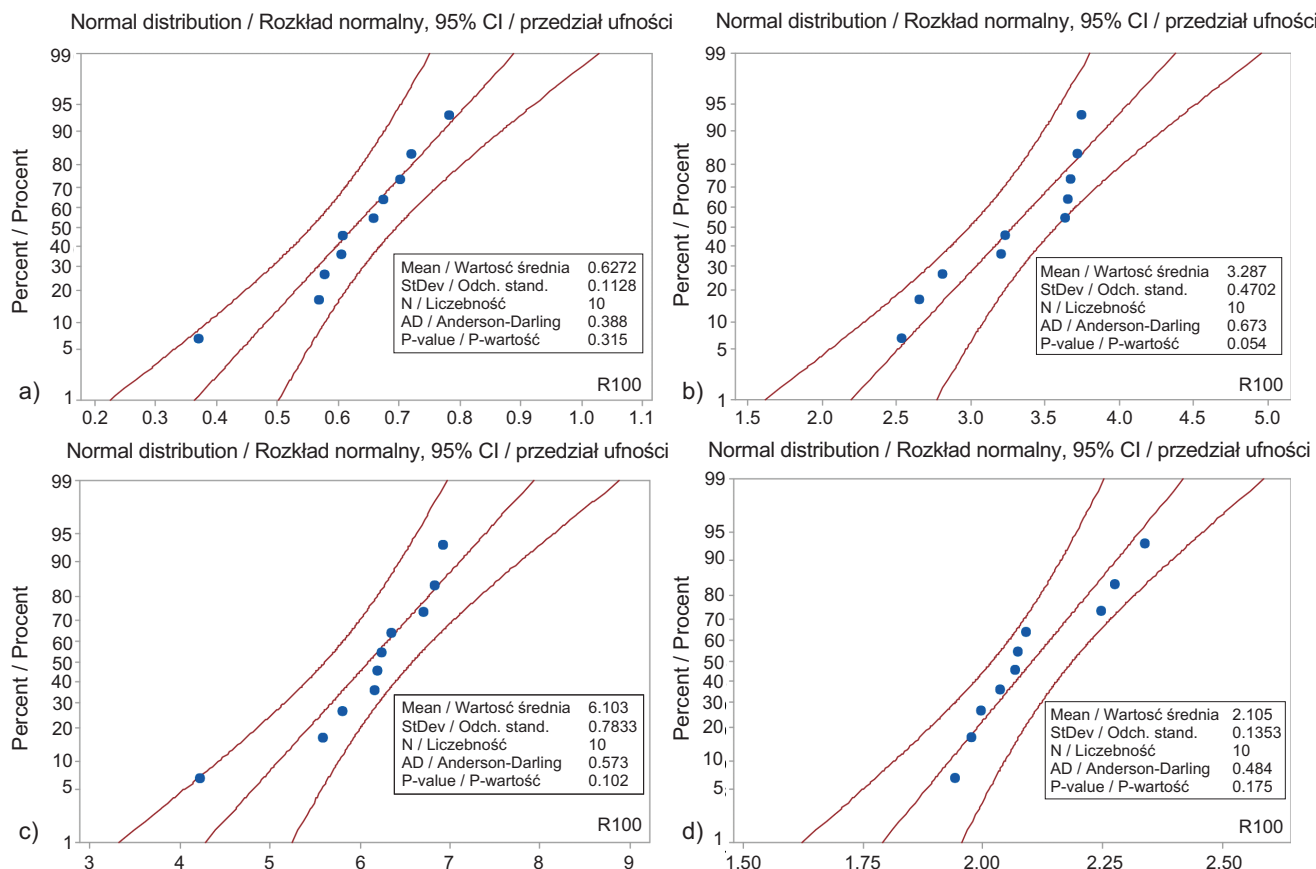


Fig. 5. Analysis of normality of R100 variable obtained at the temperature of 70°C in the MSCR test for the following bitumens:

a) 70/100, b) 70/100 + 15% NAB, c) 70/100 + 20% NAB, d) 35/50

Rys. 5. Analiza normalności zmiennej R100 uzyskanej w temperaturze 70°C w teście MSCR dla asfaltu: a) 70/100,

b) 70/100 + 15% ANO, c) 70/100 + 20% ANO, d) 35/50

Table 4. Statistically derived values of R100 and R3200 parameters of MSCR test for the analysed bitumens at the temperatures of 20°C, 40°C and 70°C

Tablica 4. Opracowana statystycznie wartość parametrów R100 i R3200 testu MSCR w przypadku analizowanych asfaltów w temperaturach 20°C, 40°C i 70°C

Temperature [°C] Temperatura		Bitumen type / Rodzaj asfaltu							
		70/100		70/100 + 15% NAB / ANO		70/100 + 20% NAB / ANO		35/50	
		R100	R3200	R100	R3200	R100	R3200	R100	R3200
20	mean / średnia	53.08	52.66	67.56	69.50	76.80	75.52	65.33	64.61
	median / mediana	54.22	52.99	66.41	71.40	77.65	77.91	64.93	64.53
	quartile / kwartył Q1	49.55	51.01	64.35	59.73	72.34	71.41	63.45	60.73
	quartile / kwartył Q3	55.71	55.38	70.51	74.80	81.26	80.73	68.03	70.39
40	mean / średnia	13.09	9.51	35.02	32.90	43.68	42.88	30.09	28.68
	median / mediana	13.02	9.73	35.04	32.88	43.58	42.38	28.96	28.86
	quartile / kwartył Q1	12.32	8.61	32.68	30.38	41.79	39.95	28.51	27.62
	quartile / kwartył Q3	13.55	10.24	36.78	35.44	44.62	46.89	31.95	30.20
70	mean / średnia	0.63	–	3.29	0.36	6.10	0.86	2.11	0.30
	median / mediana	0.63	–	3.44	0.36	6.21	0.92	2.07	0.28
	quartile / kwartył Q1	0.58	–	2.77	0.32	5.76	0.62	1.93	0.22
	quartile / kwartył Q3	0.71	–	3.68	0.39	6.73	0.99	2.25	0.36

3.3. NORMA MODUŁU ZESPOLONEGO W FUNKCJI TEMPERATURY

Dodatkowo w reometrze dynamicznego ścinania przeprowadzono badanie z pomiarem ciągłym modułu przy częstotliwości 5 Hz i temperaturach zmieniających się od -5°C do 85°C z prędkością 0,25°C/min. Prędkość badania jest na tyle niska, że efekty termodynamiczne mogą być pominięte (badanie quasi izotermiczne). Dodatkowo można stwierdzić, że dolna granica temperatury jest na tyle niska, że w pewnym stopniu pozwala ocenić cechy materiału w niskiej temperaturze [28]. Badania normy modułu w funkcji temperatury można traktować w ogólności jako badanie przejść fazowych [23]. Wiadomo, że w przypadku lepiszczy wyraźne przejścia fazowe w zakresie analizowanych wartości temperatury nie zachodzą, co zilustrowano na Rys. 6a, 6b i 7a, gdzie zaprezentowano dla wybranych asfaltów odpowiednio: normę zespolonego modułu ścinania, kąt przesunięcia fazowego oraz część rzeczywistą zespolonego modułu ścinania w funkcji temperatury. Na podstawie tych wykresów stwierdzić można, że w zakresie temperatury od około 20°C do około 40°C zachodzą gwałtowne zmiany wartości analizowanych wielkości. Dopiero analiza analogicznych wykresów odnośnie części urojonej zespolonego modułu ścinania pozwala określić wartości temperatury T^* odpowiadające wartości maksymalnej modułu (Rys. 7b).

3.3. NORM OF THE COMPLEX MODULUS AS A FUNCTION OF TEMPERATURE

Additionally, a test with a continuous measurement of the modulus was conducted in DSR at 5 Hz frequency and temperatures ranging from -5°C to 85°C at a rate of 0.25°C/min. The rate was low enough to leave out thermodynamic effects (quasi-isothermic test). Moreover, the lower temperature limit is low enough to provide us with some information on the low-temperature properties of the material [28]. Testing the norm of the composite modulus as a function of temperature can be treated, in general terms, as testing of phase transition [23]. It is known that in the analysed temperature ranges there are no clear phase transitions, as it is illustrated in Figs. 6a, 6b and 7a giving the norms of complex shear modulus, phase shifts and values of the real part of the complex modulus as a function of temperature for the selected bitumens. From these charts we can figure out that in the temperature range from ca. 20°C to ca. 40°C the analysed values change rapidly. Only after analysing the corresponding diagrams for the imaginary part of the complex shear modulus we can determine the values of temperature T^* corresponding to the maximum value of the modulus (Fig. 7b). The obtained values T^* are compiled in Table 5 and their comparison with the results related to the shear

Otrzymane wartości T^* zestawiono w Tabl. 5, a ich porównanie z wynikami dotyczącymi modułów ścinania pozwala stwierdzić, że dodatek asfaltu naturalnego podnosi wartość T^* przy zachowaniu sztywności na poziomie porównywalnym z asfaltem 35/50.

moduli allow us to state that addition of natural asphalt increases the value of T^* while maintaining the stiffness of the binder at a level comparable to that of the 35/50 binder.

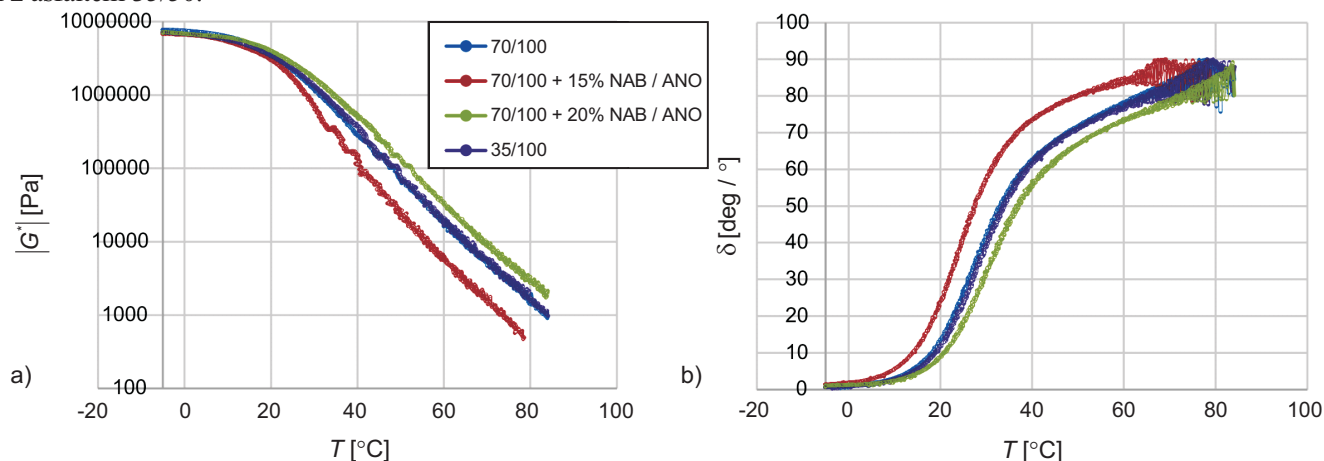


Fig. 6. a) Norm of complex shear modulus $|G^*|$, b) Phase shift angle δ as a function of frequency at the temperatures T for the analysed bitumens

Rys. 6. a) Norma zespolonego modułu ścinania $|G^*|$, b) Kąt przesunięcia fazowego δ w funkcji temperatury T w przypadku analizowanych asfaltów

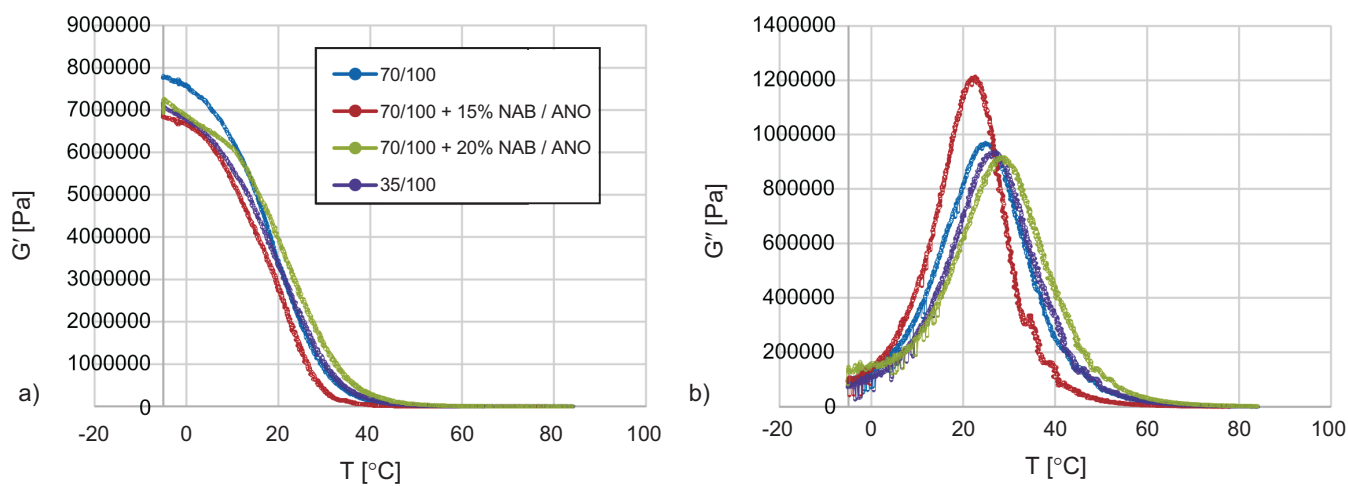


Fig. 7. a) Real part G' , b) Imaginary part G'' of the complex shear modulus as a function of temperature for the analysed bitumens

Rys. 7. a) Część rzeczywista G' , b) Część urojona G'' zespolonego modułu ścinania w funkcji temperatury w przypadku analizowanych asfaltów

Table 5. Temperatures at which the function $G''(T)$ takes maximum values

Tablica 5. Wartości temperatury, przy których funkcja $G''(T)$ osiąga maksimum

Parameter / Parametr	35/50	70/100	70/100 + 15% NAB / ANO	70/100 + 20% NAB / ANO
$T^* [^{\circ}\text{C}]$	24.87	22.65	26.94	28.82
$\frac{T^* - T_{35/50}^*}{T_{35/50}^*} 100\%$	0	-8.9	8.3	15.8

T^* - temperature at which $G''(T)$ takes maximum values; this temperature can be treated as the phase transition temperature [9]

T^* - temperatura, przy której $G''(T)$ osiąga maksimum; temperatura ta może być traktowana jako temperatura przejścia fazowego [9]

4. WNIOSKI

Na podstawie przeprowadzonych badań podstawowych można stwierdzić, że zastosowanie dodatku asfaltu naturalnego do asfaltu drogowego pozwala spełnić wymagania wobec asfaltów wg PN-EN 12591. W zależności od potrzeb asfalt naturalny można stosować do asfaltów drogowych klasy minimum 50/70, 70/100, 100/150 i wyższych. Celem uzyskania oczekiwanej konsystencji należy indywidualnie ustalić optymalną zawartość asfaltu naturalnego poprzez zbadanie penetracji i temperatury mięknięcia przy zastosowaniu różnej zawartości asfaltów naturalnych AN. Na etapie ustalenia optymalnej zawartości AN przydatne może być wykorzystanie wykresów szacowania penetracji i temperatury mięknięcia w mieszance dwóch asfaltów o różnej konsystencji np. wg [29]. Postępowanie tego typu jest standardowe, w związku z powyższym w artykule nie przedstawiono wzorów i obliczeń. Uwzględniając uzyskane z badań wartości parametrów w przypadku poszczególnych składników mieszanin lepsze przybliżenie w zakresie temperatury mięknięcia uzyskuje się dla mieszaniny z ANO (różnice mniejsze od 0,8°C), natomiast w przypadku penetracji różnice te są podobne dla mieszanin z obu rodzajami dodatków, tj. AN i ANO. W celu uzyskania asfaltu 35/50 należy dodać około 10% AN do asfaltu 50/70 lub około 20% AN do asfaltu 70/100. Z pewnością zastosowanie bardziej miękkiego asfaltu bazowego pozwoliłoby na wprowadzenie większej ilości AN (powyżej 20%). W przeprowadzonych badaniach nie został zastosowany bardzo miękki asfalt z uwagi na jego trudną dostępność na rynku. Zastosowanie mieszanki asfaltu naturalnego i asfaltu drogowego w MMA może wpłynąć na poprawę odporności na odkształcenia trwale przy jednoczesnym zachowaniu odpowiednich cech niskotemperaturowych. Asfalt naturalny może być z powodzeniem stosowany na rynku polskim zgodnie z istniejącymi zasadami przy spełnieniu wymagań wobec asfaltu drogowego według PN-EN 12591. Optymalną zawartość dodatku należy ustalić indywidualnie w zależności od rodzaju projektowanej mieszanki mineralno-asfaltowej i przewidzianego w niej rodzaju asfaltu. Należy również pamiętać, że przy projektowaniu mieszanki mineralno-asfaltowej MMA należy uwzględnić około 15% zawartość części mineralnych pochodzących z asfaltu naturalnego AN.

W badaniach podstawowych istotną różnicę odnotowano jedynie w przypadku oceny przyczepności skał o odczynie zasadowym (np. bazalt, dolomit, wapień). Można liczyć na wyraźną poprawę przyczepności po zastosowaniu AN, natomiast w przypadku skał o odczynie kwaśnym (np. porfir, granit, kwarc) dodatek AN raczej nie wpłynie pozytywnie

4. CONCLUSIONS

The basic tests conducted as part of this research allow us to conclude that addition of natural asphalt to paving-grade bitumens enables meeting the requirements given for bitumens acc. to PN-EN 12591. Depending on the needs, natural asphalt can be used to modify 50/70, 70/100, 100/150 and higher penetration grade paving-grade bitumens. In order to obtain the desired consistency, the optimum content of natural asphalt should be established on case-by-case basis by testing the penetration and softening point of blends with different contents of natural asphalt (NA). At the stage of determining the optimum content of natural asphalt it may be useful to use the charts for estimating the penetration and softening point values in blends of two bitumens of different consistencies, for example according to [29]. This is a standard procedure and, as such, the associated equations and calculations are not presented herein. Considering the values of parameters obtained in the tests for the respective ingredients of the tested bitumen blends, better approximation of the softening point was obtained for the blend containing NAB (differences smaller than 0.8°C) and in the case of penetration these differences are similar for the two additives, namely NA and NAB. The 35/50 penetration grade bitumen can be obtained by adding ca. 10% of NA to 50/70 asphalt or ca. 20% of NA to 70/100 asphalt. For sure a greater amount of natural asphalt (as much as over 20%) can be added to softer base bitumen. Very soft bitumens, such as 160/220 were not used in the tests due to their very limited availability on the market. The application of a blend of natural asphalt and paving-grade bitumen in the production of bituminous mixtures can improve their resistance to permanent deformation without affecting their low-temperature performance. Natural bitumen can be successfully used on the Polish market, in accordance with the existing principles and meeting the requirements for paving-grade bitumens specified in PN-EN 12591. The optimum content of additive should be determined on a case-by-case basis, depending on the type of the designed bituminous mixture and on the type of the base bitumen it will contain. Note that ca. 15% mineral content brought in by the natural asphalt should be taken into account in the bituminous mixture design.

In the basic test a significant difference was noted only in evaluation of the bond strength to basic rocks (including basalt, dolomite, limestone). In this case, addition of natural asphalt (NA) can be expected to considerably improve

w tym zakresie, a jedynie pozwoli zachować typowy poziom przyczepności, identyczny jak w przypadku z asfaltów o porównywalnej konsystencji.

Dodatkowo stwierdzono, że ocena asfaltów na podstawie funkcjonalnych badań normowych nie zawsze pozwala odpowiednio scharakteryzować dany materiał. Dlatego przeprowadzono badania pozwalające na określenie jego cech lepko-sprężystych tj. wyznaczono zespolone moduły ścinania w szerokim zakresie częstotliwości i temperatury, cech lepko-sprężysto-plastycznych tj. badanie MSCR oraz badanie analogiczne do badania pozwalającego na określenie temperatury wyraźnych przejść fazowych. Należy podkreślić, że dopiero badania MSCR i przejść fazowych pozwoliły na wykazanie zalet asfaltów modyfikowanych asfaltami naturalnymi, które przy tym samym, co asfalt porównawczy poziomie sztywności wykazywały istotnie lepsze wartości parametrów reologicznych R100, R3200 oraz T^* .

BIBLIOGRAFIA / REFERENCES

- [1] Ameri M., Mansourian A., Ashani S., Yadollahi G.: Technical study on the Iranian Gilsonite as an additive for modification of asphalt binders used in pavement. *Construction and Building Materials*, **25**, 2011, 1379-1387
- [2] Ameri M., Mansourian A., Sheikhmotevali A.: Investigating effects of ethylene vinyl acetate and gilsonite modifiers upon performance of base bitumen using Superpave tests methodology. *Construction and Building Materials*, **36**, 2012, 1001-1007
- [3] Bilski M.: Właściwości reologiczne asfaltów drogowych modyfikowanych dodatkiem asfaltów naturalnych z uwzględnieniem wpływu starzenia. Rozprawa doktorska, Politechnika Poznańska, Wydział Budownictwa i Inżynierii Środowiska, Instytut Inżynierii Ładowej, Poznań, 2017, 289p
- [4] Cholewińska M., Iwański M.: Modification of petroleum road asphalt 50/70 with natural asphalt Gilsonite. *Structure & Environment*, **2**, 3, 2011, 5-10
- [5] Danowski M.: Nawierzchnie z dodatkiem asfaltu naturalnego Trynidad. *Nawierzchnie asfaltowe*, **2**, 2009, 7-13
- [6] Grabowski W., Słowik M.: Nawierzchnie asfaltowe z dodatkiem asfaltu naturalnego Trinidad Epuré. *Przegląd Budowlany*, **83**, 9, 2012, 20-23
- [7] Babagoli R., Hasaninia M., Namazi N.M.: Laboratory evaluation of the effect of Gilsonite on the performance of stone matrix asphalt mixtures. *Road Materials and Pavement Design*, **16**, 4, 2015, 889-906
- [8] Król J., Radziszewski P., Kowalski K., Świeżewski P.: Właściwości niskotemperaturowe lepiszczy asfaltowych z dodatkiem parafin nowej generacji. *Zeszyty Naukowe Politechniki Rzeszowskiej: nr 283, Budownictwo i Inżynieria Środowiska*, **59**, 3/12/III, 2012, 265-271
- [9] Somé S.C., Pavoine A., Chailleux E.: Evaluation of the potential use of waste sunflower and rapeseed oils-modified natural asphalt as binders for asphalt pavement design. *International Journal of Pavement Research and Technology*, **9**, 2016, 368-375
- [10] Themeli A., Chailleux E., Farcas F., Chazallon C., Migault B., Didelet G.: Ageing performances of asphaltite modified asphalts; Comparisons with equivalent petroleum asphalts. *Materiały konferencyjne: 8th RILEM International Symposium on Testing and Characterization of Sustainable and Innovative Bituminous Materials*, 2015, 89-102
- [11] Yasar E.: Obtaining of modified asphalt with optimum quality through mixing of natural asphalt (gilsonite), asphalt and thinner oil. *Geomech. Geophys. Geo-energy Geo-resour.*, **1**, 2015, 103-107
- [12] Yilmaz M., Ertugrul Çelöglu M.: Effects of SBS and different natural asphalts on the properties of bituminous binders and mixtures. *Construction and Building Materials*, **44**, 2013, 533-540
- [13] Błażejowski K., Olszacki J., Peciakowski H.: *Poradnik asfaltowy*. ORLEN Asfalt, Płock, 2014, 144p

this parameter, while in the case of acidic rocks (such as porphyry, granite, quartz) it will hardly, if at all, improve the bond strength and generally only maintain it at a level typical of asphalts of a comparable consistency.

Furthermore, it has been found out that assessment of bitumens with standard performance tests is not always sufficient to fully characterise the material. For this reason, tests to determine the visco-elastic properties of bitumens were carried out as part of this research, including determination of the complex shear modulus over a wide frequency and temperature ranges, determination of visco-elastic-plastic properties, i.e. MSCR test and test equivalent to the test enabling determination of the temperatures of distinct phase transitions. It should be pointed out that no sooner than after carrying out the MSCR and phase transition tests we were able to demonstrate the advantages of bitumens modified by natural asphalts which at the same level of stiffness as the reference bitumen had significantly better values of rheological parameters R100, R3200, and T^* .

- [14] *Król J., Matraszek K.*: Właściwości wysokotemperaturowe lepiszczy asfaltowych w badaniu cyklicznego pełzania z odprężeniem (MSCR). *Drogownictwo*, 10, 2012, 321-324
- [15] *Pilat J., Radziszewski P.*: Nawierzchnie asfaltowe. Wydawnictwa Komunikacji i Łączności, Warszawa, 2010, 544p
- [16] *Soenen H., Besamusca J., Fischer H., Poulikakos L., Planche J., Das P.*, et al.: Laboratory investigation of asphalt based on round robin DSC and AFM tests. *Materials and Structures*, 47, 7, 2014, 1205-1220
- [17] *Styk S., Błażejowski K.*: Technologia warstw asfaltowych. Wydawnictwa Komunikacji i Łączności, Warszawa, 2014, 408p
- [18] *Mezger T.G.*: The Rheology - Handbook, For users of rotational and oscillatory rheometers. Vincentz Verlag, Hannover, 2002, 432p
- [19] *Błażejowski K., Wójcik-Wiśniewska M.*: Poradnik asfaltowy. ORLEN Asphalt, Płock, 2016, 147p
- [20] *Barnes H.A., Hutton J.F., Walters K.*: An Introduction to Rheology. Rheology Series, Elsevier, 3, 1989, 200p
- [21] *Jemioło S., Gajewski M.*: Modele konstytutywne do opisu zachowania się asfaltów i mas mineralno-asfaltowych w drogowo-lotniskowych nawierzchniach komunikacyjnych. *Theoretical Foundations of Civil Engineering*, Polish-Ukrainian Transactions, W. Szcześniak [ed], Oficyna Wydawnicza PW, 2002, Warszawa, 939-960
- [22] *Ward J.M.*: Mechaniczne własności polimerów jako tworzyw konstrukcyjnych. PWN, Warszawa, 1975, 374p
- [23] *Gajewski M.*: Comparison of rheological properties of chosen elastomers used in production of bridge bearings. *Roads and Bridges - Drogi i Mosty*, 16, 1, 2017, 47-64
- [24] *D'Angelo J., Kluttz R., Dongré R., Stephens K., Zanzotto L.*: Revision of the Superpave High Temperature Binder Specification: The Multiple Stress Creep Recovery Test. *Journal of the Association of Asphalt Paving Technologists*, 76, 2007, 123-157
- [25] *Zoorob S.E., Castro-Gomez J.P., Pereira Oliveira L.A., O'Connell J.*: Investigating the Multiple Stress Creep Recovery Asphalt Characterization Test. *Construction and Building Materials*, 30, 2012, 734-745
- [26] *Gajewski M., Wróbel A., Jemioło S., Sybilski D.*: Ocena wybranych lepiszczy asfaltowych pod względem ich odporności na deformacje trwałe. *Logistyka*, 6, 2009, cd, 1-10
- [27] *Gajewski M., Bańkowski W., Sybilski D.*: The influence of binder rheological properties on asphalt mixture permanent deformation. *The Baltic Journal of Road and Bridge Engineering*, 10, 1, 2015, 54-60
- [28] *Pszczółka M.*: Spękania niskotemperaturowe warstw asfaltowych nawierzchni. *Roads and Bridges - Drogi i Mosty*, 5, 3, 2006, 76-110
- [29] *Read J., Whiteoak D.*: The Shell Asphalt Handbook. Wyd. 5, Thomas Telford Publishing, Londyn, 2003, 464p