

MAREK IWAŃSKI¹
MAŁGORZATA CHOLEWIŃSKA²
ALEKSANDRA GORECZNA³

Kielce University of Technology

¹ e-mail: iwanski@tu.kielce.pl

² e-mail: m.cholewinska@tu.kielce.pl

³ e-mail: a.boszczyk@tu.kielce.pl

INFLUENCE OF AGING ON THE PROPERTIES OF F-T WAX MODIFIED ROADWAY BITUMEN

WPŁYW STARZENIA NA WŁAŚCIWOŚCI ASFALTÓW DROGOWYCH MODYFIKOWANYCH WOSKIEM SYNTETYCZNYM F-T

Abstract

This study aimed at evaluating the impact of short-term and long-term aging on the properties of road bitumen modified with low-viscosity agents. Two types of road bitumen were used as reference binders: 35/50 and PMB 45/80-65. The modifier, Fischer-Tropsch synthetic wax, was added in 1.5%, 2.0%, 2.5% and 3% increments. The testing programme included the indication of the penetration at 25 °C, the Ring and Ball Softening Point and the Fraass Breaking Point. These properties were determined in three phases: prior to aging, after the bitumen had been aged in the short-term aging test, RTFOT, and after the bitumen had been aged in the long-term aging test, PAV. Modification of the bitumen made it stiffer thus increasing the resistance of the bituminous mixture to permanent deformation. The results show that both short-term and long-term aging contributed to increased hardness and brittleness of the binder.

Keywords: synthetic wax, short-term aging, long-term aging, RTFOT, PAV.

Streszczenie

Przedmiotem badań i analiz przedstawionych w publikacji jest ocena wpływu starzenia krótko- i długoterminowego na właściwości asfaltów drogowych modyfikowanych środkiem niskowiskozowym. Jako lepszycza referencyjne wykorzystano dwa asfalty drogowe: 35/50 oraz PMB 45/80-65. Modyfikator w postaci wosku syntetycznego Fischera-Tropscha dodawano w ilości 1,5%, 2,0%, 2,5% oraz 3%. Zakres badań obejmował: penetrację w temperaturze 25 °C, temperaturę mięknięcia według metody „pierścień i kula” oraz temperaturę łamliwości według Fraassa. Na podstawie powyższych parametrów obliczono wartość indeksu penetracji IP oraz temperaturowy zakres plastyczności TZP. Wszystkie właściwości określono w trzech etapach: przed starzeniem, po starzeniu krótkoterminowym według metody RTFOT oraz po starzeniu długoterminowym według metody PAV. Modyfikacja asfaltu woskiem syntetycznym spowodowała usztywnienie lepszycza, tym samym zwiększając odporność mieszanki mineralno-asfaltowej na deformacje trwałe. Uzyskane wyniki badań pokazują, że zarówno starzenie krótko-, jak i długoterminowe spowodowało zwiększenie twardości i kruchości lepszycza.

Słowa kluczowe: wosk syntetyczny, starzenie krótkoterminowe, starzenie długoterminowe, RTFOT, PAV.

1. Introduction

Dynamic development of road infrastructure calls for the design and implementation of technologies that will minimize environmental effects of technology processes. The reduction in bitumen fumes during HMA (Hot Mix Asphalt) production

1. Wprowadzenie

Dynamiczny rozwój infrastruktury drogowej determinuje konieczność wdrażania technologii mających na celu minimalizowanie skutków oddziaływania procesów technologicznych na środowisko. Istotnym jest zmniejszenie emisji szkodliwych substan-

and placement is a good case in point. As the reduced production phase temperature significantly decreases energy consumption, the recently introduced technologies allow the producers to lower (approximately 20-40°C than HMA [1]) the temperatures at which bituminous mixtures are mixed, placed and compacted while maintaining identical physical and mechanical properties [2]. These technologies are known as WMA (Warm Mix Asphalt).

The technology involves increasing the workability of the mix by heating its components to the temperature considerably lower than that used in conventional technologies. This effect can be obtained by:

- adding viscosity-lowering agents, such as Sasobit, Asphaltan B, Cace BASE RT, Zeolit, to the binder;
- foaming in the presence of water [3].

The use of modified binders has a direct influence on the improvement of bituminous mixture characteristics by generating higher resistance to permanent deformation and increasing fatigue life [4]. Additionally, in case of modification of the binder with synthetic wax the stiffness modulus increases and the phase angle decreases, which will result in better stress distribution in the roadway construction made of MMA and lower tensile strains in the bottom of the bitumen layers. Durability of road pavements is greatly dependent on aging processes, which lower the values of bitumen physical (e.g. adhesion bitumen to aggregate) and rheological (e.g. bitumen viscosity) parameters [5, 6]. Lower bitumen parameters lead to the lower quality of the bituminous layer and pavement structure [7].

The progress of oxidation-related changes in the composition and structure of the bitumen over time, resulting in its hardening and brittleness, is called aging [8]. The aging of bitumen binders can be divided in two phases [9]:

- short-term aging, which occurs during mixing, storage and laying processes. A thin film of the bitumen that covers the aggregate grains is subjected to a short-term action of high temperature (about 160-180°C) and oxygen molecules from the air. As a result, oil fractions evaporate and bitumen compounds oxidise;
- long-term aging, which occurs during service life of the pavement, is mostly dependent on weather conditions (i.e. reaction of binder components with oxygen – oxidation of bitumen and absorption of infrared radiation) and such

cji uwalnianych podczas produkcji oraz wbudowywania mieszanki mineralno-asfaltowej wytwarzanej w wysokich temperaturach w technologii na gorąco – HMA. Dlatego też w ostatnich latach zaczęto wdrażać technologie umożliwiające wytworzenie, wbudowanie i zagęszczenie mieszanki w temperaturze niższej nawet o 20-40°C niż HMA [1], przy zachowaniu identycznych parametrów fizykomechanicznych [2]. Są to tak zwane technologie na ciepło – WMA.

Zasada ich produkcji polega na uzyskaniu odpowiedniej urabialności mieszanki, podgrzewając jej składniki do znacznie niższej temperatury otoczenia niż w dotychczas stosowanych technologiach. Efekt ten możemy uzyskać poprzez:

- dodanie do lepiszcza środków obniżających lepkość asfaltu, tj.: Sasobit, Asphaltan B, Cace BASE RT, Zeolit,
- uzyskanie spienienia asfaltu w obecności wody [3].

Stosowanie lepiszczy modyfikowanych polimerami wpływa na poprawę właściwości mieszanek mineralno-asfaltowych, zwiększając odporność na odkształcenia trwałe oraz ich trwałość zmęczeniową [4]. Dodatkowo w przypadku modyfikacji lepiszcza woskiem syntetycznym obserwuje się wzrost modułu sztywności i zmniejszenie kąta przesunięcia fazowego, co będzie przekładać się na lepszy rozkład naprężeń w konstrukcji jezdni wykonanej z MMA oraz mniejsze odkształcenia rozciągające na spodzie warstw asfaltowych. Trwałość nawierzchni asfaltowych w dużym stopniu zależy także od przebiegu procesów starzeniowych, w trakcie których następuje obniżenie wartości parametrów fizykochemicznych (m.in. adhezji asfaltu do kruszywa) i reologicznych asfaltu (m.in. lepkości lepiszcza) [5, 6]. Skutkuje to obniżeniem jakości wykonywanej warstwy asfaltowej i konstrukcji nawierzchni [7].

Postępujące zmiany na skutek utleniania asfaltu, jakie zachodzą w składzie i strukturze asfaltu w czasie, prowadząc do zwiększenia jego twardości i kruchości, nazywamy starzeniem [8]. Starzenie lepiszczy asfaltowych można podzielić na dwa zasadnicze etapy [9]:

- starzenie technologiczne (krótkoterminowe), które obejmuje proces magazynowania, produkcji oraz wbudowywania mieszanki mineralno-asfaltowej. Zachodzi ono szczególnie podczas produkcji, wówczas gdy cienka warstwa asfaltu znajdująca się na ziarnach kruszywa poddawana jest krótkotrwałemu działaniu wysokiej temperatury (ok. 160-180°C) i tlenu z powietrza. Następuje wtedy odparowanie frakcji olejowych i szybkie utlenianie związków asfaltu;
- starzenie eksploatacyjne (długoterminowe) obejmujące okres eksploatacji nawierzchni, na który

factors as water, chemical de-icing agents and precipitation-related pollutants. This process changes the properties of the binder and bituminous mixture gradually and slowly [8, 10, 11, 12].

This paper presents the results of the laboratory tests performed by the authors on F-T synthetic wax modified road bitumen, 35/50 and PMB 45/80-65, short-term aged according to the RTFOT and long-term aged according to the PAV test.

2. Materials

Two types of common road bitumen were used in the tests to produce low-temperature binders: bitumen 35/50 (to the binder course and the base course) and polymer-modified bitumen PMB 45/80-65 (to surface course). The amount of the binder was sufficient to perform all laboratory tests. The choice of the bitumen was such that the balance between the aging rate of the reference bitumen and the changes occurring in the modifiers during aging could be attained [13]. Due to the fact that both bitumens are characterized by high levels of asphaltene, the interaction between the bitumen conversion reactions and the modifier additive will be small. In addition, every change of the amount of modifier will cause a relatively rapid change in tested bitumen properties [13].

Synthetic wax (granulated) obtained from the Fischer-Tropsch synthesis reaction was used as a modifier. This specific wax differs from natural paraffin waxes and thus affects the neat bitumen in a different way. This is because hydrocarbon chains in the synthetic wax have 40 to 100 carbon atoms [14, 15]. In view of the high melting temperature (about 98°C), synthetic wax has an effect on bitumen rheological properties and increases its dynamic viscosity at less than 100°C. Above 100°C, the Fischer-Tropsch synthetic wax considerably reduces bitumen viscosity thus making it possible to reduce the temperature of bituminous mixture compaction by about 20-30°C [3].

3. Methods

Two types of road bitumen, 35/50 and PMB 45/80-65, were modified with 1.5% to 3.0% F-T synthetic wax added with a step of 0.5%. Preparation of the test material involved making 800 g bitumen samples for each wax content value. The samples were heated to at least 145°C depending on the predicted softening temperature with the specified modifier content. The temperature was maintained for 30 min after which

wpływ mają przede wszystkim warunki klimatyczne (tzn. reakcja składników asfaltu z tlenem – utlenianie asfaltu oraz absorpcja promieniowania podczerwonego), jak i oddziaływanie czynników z otoczenia, takich jak: woda i środki chemiczne używane do odładzania dróg. Proces ten przebiega powoli, z małą intensywnością [8, 10, 11, 12].

W opracowaniu zostały przedstawione wyniki własnych badań laboratoryjnych wykonanych na asfaltach 35/50 i PMB 45/80-65, zmodyfikowanych woskiem syntetycznym Fischera-Tropscha, poddanych starzeniu technologicznemu wg metody RTFOT oraz starzeniu eksploatacyjnemu wg metody PAV.

2. Materiały

W badaniach jako materiały wyjściowe użyto dwóch powszechnie stosowanych w drogownictwie rodzajów asfaltów: 35/50 (do warstwy wiążącej i podbudowy) oraz asfalt modyfikowany polimerami PMB 45/80-65 (do warstwy ścieralnej). Zmagazynowana ilość lepiszcza pozwoliła na wykonanie wszystkich badań laboratoryjnych. Wybór asfaltu związany był z uzyskaniem balansu pomiędzy tempem starzenia asfaltu referencyjnego oraz zmianami zachodzącymi w trakcie starzenia w dodawanych modyfikatorach [13]. Z faktu, że oba asfalty odznaczają się dużą ilością asfaltenów, to interakcja pomiędzy reakcjami konwersji w asfalcie i dodanym modyfikatorem będzie mała. Ponadto każda zmiana ilości modyfikatora wywoła stosunkowo szybką zmianę w trakcie oznaczenia danej cechy asfaltu [13].

Jako modyfikator zastosowano wosk syntetyczny (w postaci granulatu) uzyskiwany w procesie syntezy Fischera-Tropscha. Wosk ten charakteryzuje się specyficzną budową różniącą się od naturalnych wosków parafinowych, w związku z czym odmiennie oddziałuje na asfalt bazowy. Dzieje się tak, ponieważ łańcuchy węglowodorowe zawarte w wosku syntetycznym posiadają od około 40 do 100 atomów węgla [14, 15]. Wosk F-T ze względu na wysoką temperaturę topnienia (około 98°C), w temperaturze poniżej 100°C wpływa na właściwości reologiczne asfaltu, a także zwiększa jego lepkość dynamiczną. Natomiast w temperaturze powyżej 100°C znacząco obniża lepkość asfaltu, przez co daje sposobność obniżenia temperatury zagęszczania mieszanki mineralno-asfaltowej o ok. 20-30°C [3].

3. Metodyka badawcza

Asfalty drogowe 35/50 oraz PMB 45/80-65 poddać modyfikacji woskiem Fischera-Tropscha w ilości od 1,5% do 3,0%, z krokiem co 0,5%. Przygotowanie materiału badawczego obejmowało wydzielenie próbek asfaltu w ilości 800 g dla każdej zawartości

the bitumen was mixed with the modifier in a mixer at 300 rpm and at constant temperature. Having obtained homogeneity, the samples were assessed in terms of quality according to EN 12594.

To evaluate the effect of the modifier on the properties of the bitumens, 35/50 and PMB 45/80-65, after the aging process the following parameters were determined:

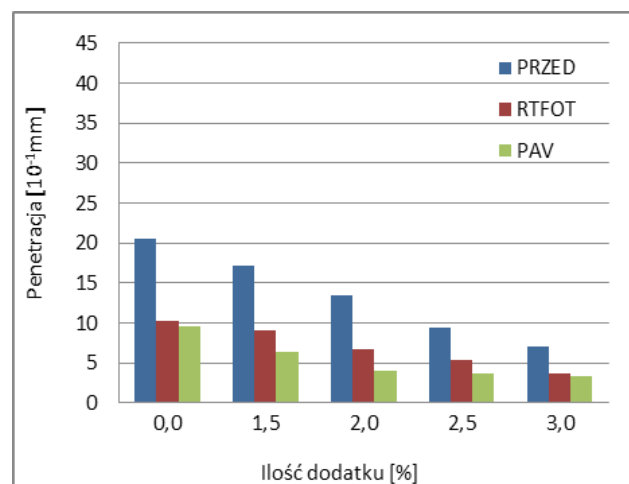
- penetration at 25°C to PN-EN 1426,
- Softening Point (Ring-and-Ball apparatus) to PN-EN 1427,
- Fraass Breaking Point to PN-EN 12593.

The rheological properties of the binders used were determined in three phases. The first phase involved the evaluation of the unaged material. In the second phase, short-term aged binders were evaluated and in the third phase the binders subjected to both short-term and long-term aging were evaluated.

The rolling thin film oven test (RTFOT) was applied to simulate short-term aging. The test was performed according to EN 12607-1. Long-term aging was achieved using the Pressure Ageing Vessel (PAV) according to the norm PN-EN 14769.

4. Results

The value of the first parameter, penetration, is expressed as the distance the needle penetrates the bitumen sample under a load of 100 g, at a temperature of 25°C for 5 seconds [8]. The test measures consistency of binders [16]. The results for penetration of the F-T wax modified bitumens after short-term and long-term aging are shown in Figures 1 and 2.



wosku. Następnie próbki podgrzano do temperatury co najmniej 145°C, w zależności od przewidywanej temperatury mięknięcia z określoną zawartością modyfikatora. Temperatura utrzymywana była przez 30 minut, po czym wymieszano asfalt z modyfikatorem w blenderze przy 300 obr/min, zachowując stałą temperaturę. Po uzyskaniu jednorodności wykonano ocenę jakości przygotowanych próbek zgodnie z EN 12594.

W celu określenia wpływu modyfikatora na właściwości asfaltu 35/50 i PMB 45/80-65 po procesie starzenia zrealizowano podstawowe badania, w zakres których wchodziły:

- penetracja w temperaturze 25°C, zgodnie z PN-EN 1426,
- temperatura mięknięcia według metody „pierścień i kula”, zgodnie z PN-EN 1427,
- temperatura łamliwości według metody Fraassa, zgodnie z PN-EN 12593.

Właściwości reologiczne użytych asfaltów określono w trzech etapach: pierwszy dotyczył oceny materiału niepoddanego procesom starzenia, w drugim oceniono lepiscza po uprzednim starzeniu technologicznym, trzeci zaś obejmował lepiscza poddane wcześniej starzeniu technologicznemu i eksploatacyjnemu.

W celu dokonania symulacji starzenia technologicznego (krótkoterminowego) w warunkach laboratoryjnych zastosowano metodę RTFOT. Badanie zostało wykonane według PN-EN 12607-1. Proces starzenia eksploatacyjnego przebiegał z użyciem urządzenia PAV zgodnie z normą PN-EN 14769.

4. Wyniki badań

Pierwszym poddanym analizie parametrem jest penetracja. Jest to miara konsystencji asfaltu [16]. Wyrażona jest jako głębokość na jaką zanurza się w asfalcie igła penetracyjna pod obciążeniem 100 g, w temperaturze 25°C, w ciągu 5 sekund [8]. Wyniki oznaczenia penetracji asfaltów modyfikowanych woskiem F-T po procesie starzenia krótko- i długoterminowego przedstawiono na rysunkach 1 i 2.

Fig. 1. Penetration for F-T wax-modified bitumen 35/50
Rys. 1. Penetracja asfaltu 35/50 modyfikowanego woskiem syntetycznym F-T

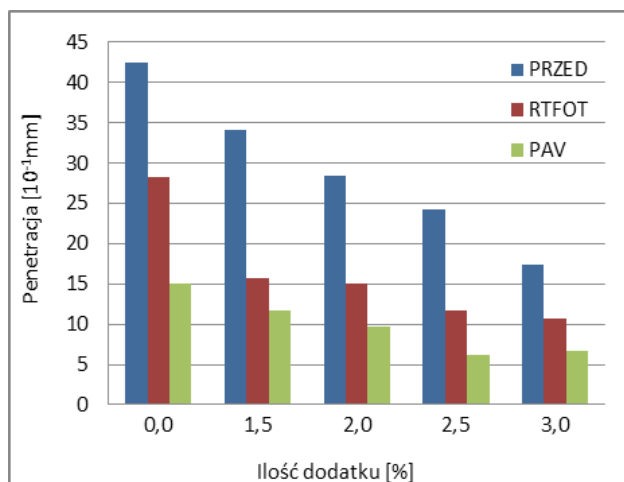


Fig. 2. Penetration for F-T wax-modified bitumen PMB 45/80-65

Rys. 2. Penetracja asfaltu PMB 45/80-65 modyfikowanego woskiem syntetycznym F-T

Analysis of the results indicates that the increased content of the synthetic wax has a significant effect on the lowering of the penetration value in both bitumen types. Aging leads to an increase in bitumen stiffness irrespective of the wax content and reference binder type (bitumen 35/50 or bitumen PMB 45/80-65). On the basis of the research it can also be stated that the decrease in penetration is much higher after the technological aging process RTFOT than after the aging of the PAV. The test results also show that the reduction in penetration grade is higher after the short-term aging and in PMB 45/80-65 than in bitumen 35/50.

To provide additional interpretation of the properties of the bitumens discussed in this paper, the test results were analyzed using a multivariate analysis of variance. Three factors were chosen: amount of the modifier (amount), aging phase (aging) and the interaction between the modifier amount and the aging phase (amount · aging). The result of the analysis were: Sum of Squares (SS), Mean Square Error (MS), variance analysis result (F) and probability (p-value). Tables 1 and 2 present the significance of the effect of the factors above on the level of penetration.

Factor	Penetration [10 ⁻¹ mm] SS	Penetration [10 ⁻¹ mm] MS	Penetration [10 ⁻¹ mm] F	Penetration [10 ⁻¹ mm] p-value
amount	569.39	142.35	147.231	<0.000001
aging	704.85	352.43	364.516	<0.000001
amount · aging	116.23	14.53	15.028	<0.000001
error	43.51	0.97		

Analiza wyników badań pozwala stwierdzić, że wzrost zawartości wosku syntetycznego, w przypadku obu asfaltów, wpływa istotnie na obniżenie penetracji. Niezależnie od ilości wosku syntetycznego i rodzaju lepiszcza referencyjnego (asfalt 35/50 lub PMB 45/80-65) starzenie powoduje zwiększenie poziomu sztywności asfaltu. Na podstawie badań można także stwierdzić, że spadek penetracji jest znacznie większy po procesie starzenia technologicznego RTFOT niż po starzeniu eksploatacyjnym PAV. W przypadku asfaltu PMB 45/80-65 odnotowano większe spadki wartości penetracji niż w przypadku asfaltu 35/50.

W celu dodatkowej oceny zmian właściwości asfaltów omawianych w niniejszym opracowaniu wyniki poddano wieloczynnikowej analizie wariancji. Do analizy wyodrębniono trzy czynniki: ilość modyfikatora (ilość), etap starzenia (starzenie) oraz interakcję pomiędzy ilością modyfikatora i etapem starzenia (ilość · starzenie). W wyniku analizy otrzymano: sumę kwadratów efektów (SS), średni błąd kwadratowy (MS), wynik analizy wariancji (F) oraz prawdopodobieństwo testowe (p-wartość). Wyniki istotności wpływu rozważanych czynników na poziom cechy penetracja przedstawiono w tabelach 1 i 2.

Table 1. Multivariate analysis of variance for penetration, bitumen 35/50

Tabela 1. Wieloczynnikowa analiza wariancji cechy penetracja dla asfaltu 35/50

Factor	Penetration [10 ⁻¹ mm] SS	Penetration [10 ⁻¹ mm] MS	Penetration [10 ⁻¹ mm] F	Penetration [10 ⁻¹ mm] p-value
amount	2070.2	517.56	1104.319	<0.000001
aging	3928.2	1964.09	4190.807	<0.000001
amount · aging	374.1	46.76	99.775	<0.000001
error	21.1	0.47		

This analysis revealed a significant effect on the penetration variation level with respect to both bitumens. With a 0.05 significance level, the penetration value was shown to be significantly affected by both the amount of modifier (p-value < 0.000001) and the aging phase (p-value < 0.000001). Also the interaction between the factors was found to have a significant effect on the dependent variable (penetration change), which indicates that the combined action of both factors has a different effect than that caused by each factor alone [13]. The greatest proportion of variance, relative to the mean squared error (MS), was explained by the aging phase for both bitumen types, especially for PMB (MS = 1964.09).

Another parameter under investigation was the softening point, which is an approximate limit at which bitumen changes from viscoelastic state to viscous form. The test involves removing binder layers by a ball under certain measurement conditions [5]. Figures 3 and 4 show the results from the softening point tests of the modified bitumens.

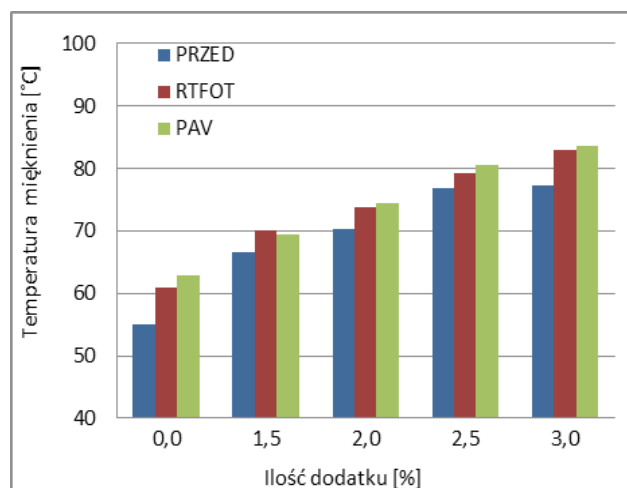


Table 2. Multivariate analysis of variance for penetration, bitumen PMB 45/80-65

Tabela 2. Wieloczynnikowa analiza wariancji cechy penetracja dla asfaltu PMB 45/80-65

Rezultaty analizy wariancji wieloczynnikowej wskazują na istotny wpływ na poziom zmienności cechy penetracja w odniesieniu do obydwu asfaltów. Wyniki na poziomie istotności wynoszącym 0,05 ujawiły duży wpływ ilości modyfikatora (p-wartość < 0,000001), jak i etapu starzenia (p-wartość < 0,000001). Również istotna okazała się interakcja pomiędzy zadanymi czynnikami na zmienną zależną (zmiana penetracji), co wskazuje, że działanie obu czynników wywołuje odmienny efekt niż gdyby oba oddziaływały oddzielnie [13]. Największy udział w wyjaśnieniu zmienności względem średniego błędu kwadratowego (MS), w przypadku obu asfaltów miał etap starzenia, szczególnie dla asfaltu PMB (MS = 1964,09).

Następnym rozważanym parametrem jest temperatura mięknięcia. Jest to umowna granica przejścia asfaltu ze stanu lepkosprężystego w stan lepki. Badanie to polega na ścinaniu warstwy asfaltu przez kulę w określonych warunkach pomiaru [5]. Wyniki oznaczenia temperatury mięknięcia asfaltów modyfikowanych przedstawiono na rysunkach 3 i 4.

Fig. 3. Softening point for F-T wax-modified bitumen 35/50

Rys. 3. Temperatura mięknięcia asfaltu 35/50 modyfikowanego woskiem syntetycznym F-T

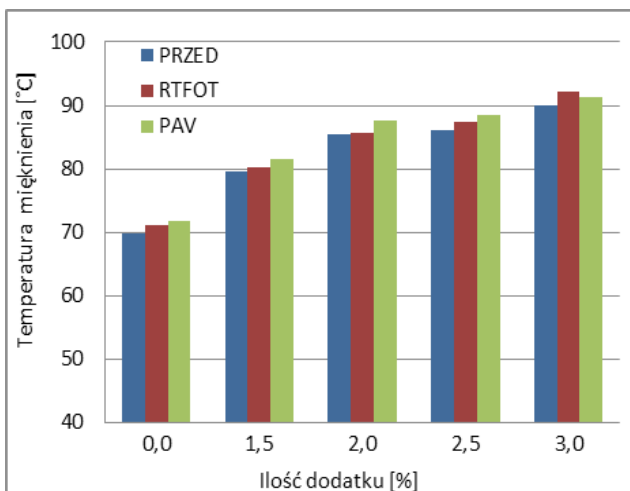


Fig. 4. Softening point for F-T wax-modified bitumen PMB 45/80-65

Rys. 4. Temperatura mięknienia asfaltu PMB 45/80-65 modyfikowanego woskiem syntetycznym F-T

The results indicate that the use of a modifier, which in this case is F-T wax, increases the softening temperature. The most favourable values of this parameter were recorded after short-term and long-term aging. The highest increase of the softening temperature after RTFOT aging was recorded for the unmodified bitumen 35/50 and with 3% F-T wax content (nearly 6°C). The other 35/50 bitumens showed T_{PIK} increase in the range 3°C to 4°C. The increase in softening temperature for the modified PMB 45/80-65 ranged from 0.5°C to 2.5°C. After PAV aging, small changes in the softening temperature were recorded. They ranged from 0.5°C to 2°C for both bitumen types.

Tables 3 and 4 summarize the results from the significance evaluation of the effect of the factors on the level of the softening point.

Factor	T_{PIK} [°C]	T_{PIK} [°C]	T_{PIK} [°C]	T_{PIK} [°C]
	SS	MS	F	p-value
amount	3579.3	894.84	2408.728	<0.000001
aging	295.7	147.84	397.953	<0.000001
amount · aging	43.0	5.38	14.485	<0.000001
error	16.7	0.37		

Table 3. Multivariate analysis of variance for softening point, bitumen 35/50

Tabela 3. Wieloczynnikowa analiza wariancji cechy temperatura mięknienia dla asfaltu 35/50

Factor	T_{PIK} [°C]	T_{PIK} [°C]	T_{PIK} [°C]	T_{PIK} [°C]
	SS	MS	F	p-value
amount	2964.07	741.02	1837.8582	<0.000001
aging	33.62	16.18	41.6925	<0.000001
amount · aging	10.85	1.36	3.3626	0.004203
error	18.14	0.40		

Table 4. Multivariate analysis of variance for softening point, bitumen PMB 45/80-65

Tabela 4. Wieloczynnikowa analiza wariancji cechy temperatura mięknienia dla asfaltu PMB 45/80-65

Na podstawie wyników badań można stwierdzić, że zastosowanie wosku F-T powoduje wzrost temperatury mięknienia. Najkorzystniejsze wartości tego parametru odnotowano po procesie starzenia technologicznego i eksploatacyjnego. Największy wzrost temperatury mięknienia po starzeniu RTFOT wykazał asfalt 35/50 bez dodatku wosku F-T oraz z 3% jego zawartością (prawie 6°C). Pozostałe badane asfalty 35/50 wykazały wzrost T_{PIK} w granicach od 3°C do 4°C. Modyfikowany asfalt PMB 45/80-65 charakteryzował się także wzrostem temperatury mięknienia, ale w granicach od 0,5°C do 2,5°C. Po starzeniu PAV dla obu asfaltów zanotowano małe zmiany tego parametru – w granicach 0,5°C do 2°C.

Wyniki oceny istotności wpływu rozważanych czynników na poziom cechy temperatura mięknienia przedstawiono w tabelach 3 i 4.

All the factors significantly affected the softening point (p -value < 0.05) as was the case with the penetration value. The greatest proportion of variance, relative to the mean squared error (MS), was explained by the amount of the modifier for both bitumen types (bitumen 35/50 – MS = 894.84, bitumen PMB – MS = 741.02).

The last parameter under investigation was the Fraass breaking point. The Fraass breaking point is the temperature at which a binder layer placed on a steel plate, cooled at a fixed speed of $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$, cracks or fractures after bending [8].

W przypadku temperatury mięknięcia, podobnie jak w przypadku analizy penetracji, wszystkie czynniki wpłynęły istotnie na zmiany tego parametru (p -wartość $< 0,05$). Największy udział w wyjaśnieniu zmienności względem średniego błęd kwadratowego (MS), w przypadku obu asfaltów, miała ilość modyfikatora (asfalt 35/50 – MS = 894,84, asfalt PMB – MS = 741,02).

Ostatnim rozważanym parametrem jest temperatura łamliwości według Fraassa. Jest to najniższa temperatura, w której warstwa asfaltu nałożona na płytkę stalową, oziębiana ze stałą prędkością $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$, zarysuj się lub pęknie po jej zgięciu [8].

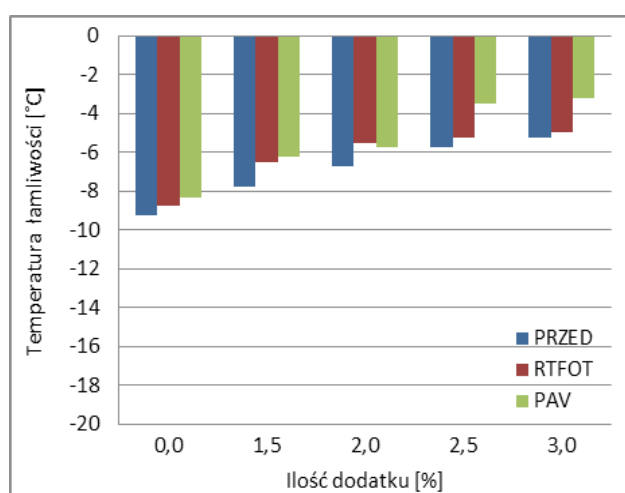


Fig. 5. Fraass temperature for F-T wax-modified bitumen 35/50

Rys. 5. Temperatura łamliwości asfaltu 35/50 modyfikowanego woskiem syntetycznym F-T

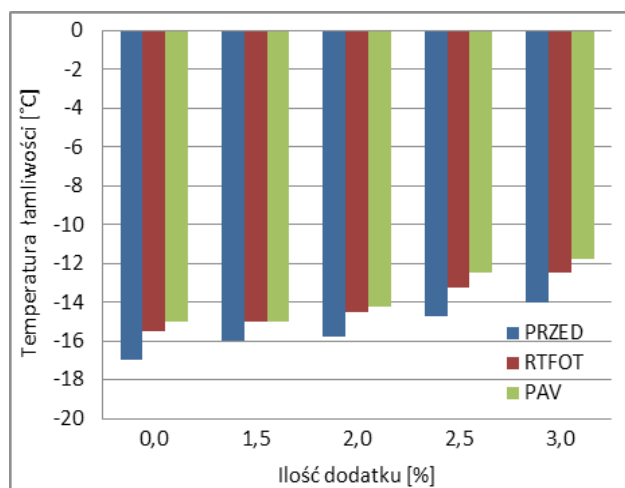


Fig. 6. Fraass temperature for F-T wax-modified bitumen PMB 45/80-65

Rys. 6. Temperatura łamliwości asfaltu PMB 45/80-65 modyfikowanego woskiem syntetycznym F-T

The breaking point results summarized in Figures 5 and 6 indicate that the breaking point temperature increases with an increase in the F-T wax content (at 3% of additive percentage the drop in breaking point was approx. $3\text{--}4^{\circ}\text{C}$). After the RTFOT and PAV aging, the breaking point of the bitumens is additionally increased compared with the unaged binders. After

Rezultaty badań temperatury łamliwości przedstawione na rysunkach 5 i 6 wykazały, że wartość temperatury łamliwości rośnie wraz ze wzrostem ilości dodatku wosku F-T (przy 3% jego udziale w asfalcie spadek temperatury łamliwości wynosi ok. $3\text{--}4^{\circ}\text{C}$). Po starzeniu RTFOT i PAV wszystkie badane asfalty charakteryzują się dodatkowym wzrostem tempera-

the RTFOT aging, the breaking temperature of the binders was 1-2°C higher compared with the unaged binder. In most bitumens, the PAV aging caused further increase in this temperature. After the full aging process, however, the breaking point increase was small and did not exceed 2.25°C in comparison with the pre-aging temperature. This suggests that after the aging process, the resistance of the F-T modified binders to low temperatures will be slightly lower. Therefore, it can be assumed that the aging process is not as significant as in this case of the addition of synthetic wax F-T.

Tables 5 and 6 show the outcome of the multivariate analysis of variance for the breaking temperature.

Factor	T _{FRAASS} [°C] SS	T _{FRAASS} [°C] MS	T _{FRAASS} [°C] F	T _{FRAASS} [°C] p-value
amount	141.429	35.357	104.814	<0.000001
aging	23.721	11.861	35.160	<0.000001
amount · aging	7.419	0.927	2.749	0.014650
error	15.180	0.337		

Factor	T _{FRAASS} [°C] SS	T _{FRAASS} [°C] MS	T _{FRAASS} [°C] F	T _{FRAASS} [°C] p-value
amount	79.60	19.90	34.7767	<0.000001
aging	35.10	17.55	30.6699	<0.000001
amount · aging	2.40	0.30	0.5243	0.831900
error	25.75	0.57		

From the multivariate analysis of variance it follows that in the case of bitumen 35/50, all factors had a significant effect on the variability of the breaking point. The analysis conducted for bitumen PMB 45/80-65 reveals that only the interaction between the modifier amount and the aging phase is not statistically significant with the confidence level above 0.05 (p-value = 0.83). The proportion of variance explained relative to the mean squared error (MS) for both bitumens was comparable for all the factors except their interaction [13].

The values of the penetration index PI and temperature plasticity range TPR were calculated based on the results obtained for penetration at 25°C, softening point and breaking point, using the formulas [17]:

temperatury łamliwości w porównaniu do lepszycy niepoddanych starzeniu. Po starzeniu RTFOT charakteryzują się one podwyższoną temperaturą łamliwości o 1÷2°C, w porównaniu do lepszycy niestarzonego. W większości badanych asfaltów starzenie PAV spowodowało dalszy wzrost tej temperatury. Jednakże po pełnym procesie starzenia wzrost wartości badanego parametru był niewielki i nie przekroczył w żadnym przypadku 2,25°C w odniesieniu do stanu przed starzeniem. W związku z tym można przyjąć, że proces starzenia nie jest w tym przypadku tak znaczący jak sam dodatek wosku syntetycznego F-T.

Wyniki wieloczynnikowej analizy wariancji dla cechy temperatura łamliwości przedstawiono w tabelach 5 i 6.

Table 5. Multivariate analysis of variance for breaking temperature, bitumen 35/50

Tabela 5. Wieloczynnikowa analiza wariancji cechy temperatura łamliwości dla asfaltu 35/50

Table 6. Multivariate analysis of variance for breaking temperature, bitumen PMB 45/80-65

Tabela 6. Wieloczynnikowa analiza wariancji cechy temperatura łamliwości dla asfaltu PMB 45/80-65

W odniesieniu do temperatury łamliwości, w przypadku wieloczynnikowej analizy wariancji dla asfaltu 35/50, wszystkie czynniki miały istotny wpływ na poziom zmienności tej cechy. Dla asfaltu PMB 45/80-65 stwierdzono, że jedynie efekt interakcji pomiędzy ilością modyfikatora a etapem starzenia nie jest istotny statystycznie ze względu na poziom ufności powyżej 0,05 (p-wartość = 0,83). Udział w wyjaśnieniu zmienności względem średniego błędu kwadratowego (MS), w obu asfaltach był porównywalny dla wszystkich czynników poza interakcją pomiędzy nimi [13].

Na podstawie wyników oznaczenia penetracji w 25°C, temperatury mięknięcia oraz temperatury łamliwości obliczono wartość indeksu penetracji IP oraz temperaturowy zakres plastyczności TZP, korzystając z wzorów [17]:

$$IP = \frac{20 \cdot T_{PiK} + 500 \cdot \lg P - 1952}{T_{PiK} - 50 \cdot \lg P + 120} \quad (1)$$

where: T_{PiK} – softening point, °C;
 P – penetration at 25°C, 0,1 mm.

$$TZP = T_{PiK} - T_{FRAASS} \quad [^{\circ}\text{C}] \quad (2)$$

where: T_{PiK} – softening point according to PiK, °C;
 T_{FRAASS} – Fraass breaking temperature, °C.

Figures 7-10 show the results for the penetration index and the temperature plasticity range, computed based on formulas (1) and (2) for F-T modified bitumens before and after short-term and long-term aging.

$$IP = \frac{20 \cdot T_{PiK} + 500 \cdot \lg P - 1952}{T_{PiK} - 50 \cdot \lg P + 120} \quad (1)$$

gdzie: T_{PiK} – według metody „pierścień i kula, °C;
 P – penetracja w 25°C, 0,1 mm.

$$TZP = T_{PiK} - T_{FRAASS} \quad [^{\circ}\text{C}] \quad (2)$$

gdzie: T_{PiK} – temperatura mięknięcia wg metody „pierścień i kula, °C; T_{FRAASS} – temperatura łamliwości wg metody Fraassa, °C.

Wyniki obliczonych według wzorów (1) i (2) wartości indeksu penetracji oraz temperaturowego zakresu plastyczności asfaltów z dodatkiem wosku F-T przed starzeniem i po starzeniu krótko- i długoterminowym przedstawiono na rysunkach 7-10.

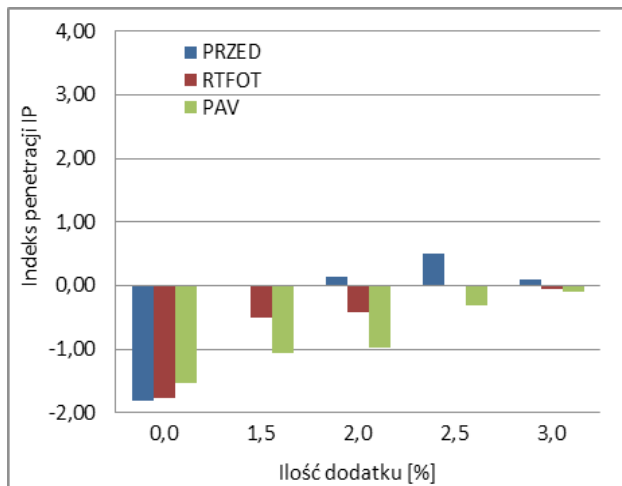


Fig. 7. Penetration index of F-T wax-modified bitumen 35/50

Rys. 7. Indeks penetracji asfaltu 35/50 modyfikowanego woskiem syntetycznym F-T

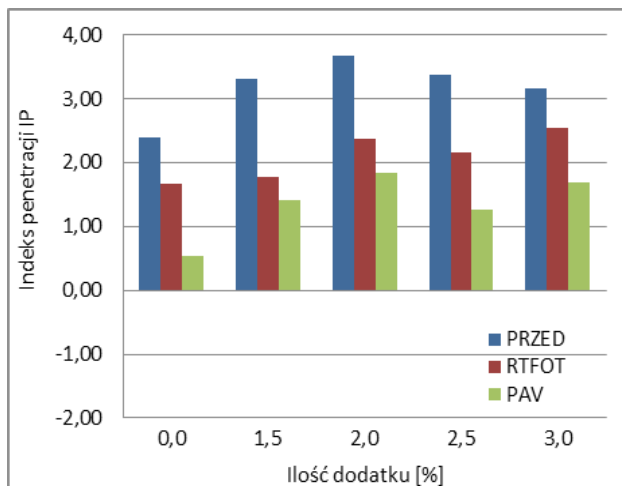


Fig. 8. Penetration index of F-T wax-modified bitumen PMB 45/80-65

Rys. 8. Indeks penetracji asfaltu PMB 45/80-65 modyfikowanego woskiem syntetycznym F-T

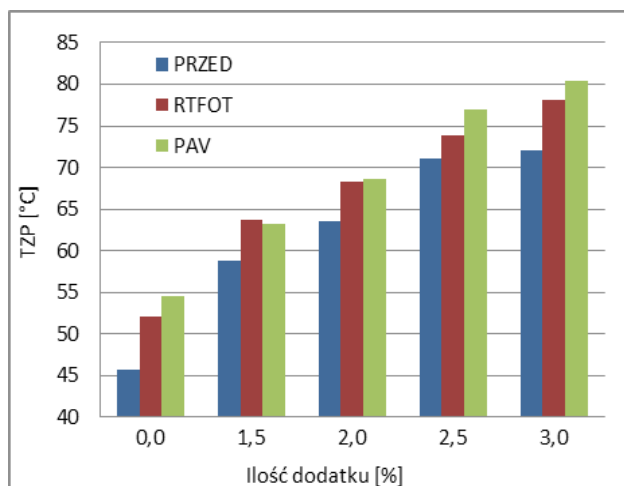


Fig. 9. Temperature plasticity range of F-T wax-modified bitumen 35/50

Rys. 9. Temperaturowy zakres plastyczności asfaltu 35/50 modyfikowanego woskiem syntetycznym F-T

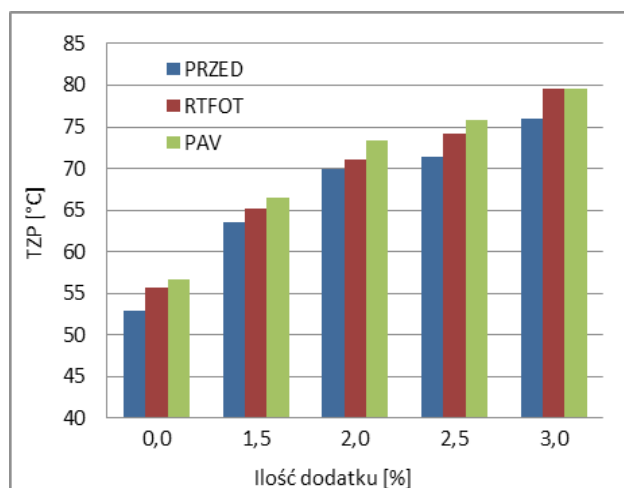


Fig. 10. Temperature plasticity range of F-T wax-modified bitumen PMB 45/80-65

Rys. 10. Temperaturowy zakres plastyczności asfaltu PMB 45/80-65 modyfikowanego woskiem syntetycznym F-T

Analysis of the test results revealed a marked difference between the values obtained for the penetration index of bitumens 35/50 and PMB 45/80-65. It is clear that the modifier added, F-T wax, contributes to the increase in the penetration index in both bitumen types. As a result of aging, all the modified bitumens had lower PI values, which is not favourable because the consistency of the binder changes faster with temperature, i.e., it has higher temperature susceptibility. But bitumens 35/50 modified with F-T synthetic wax have the PI > -1.0 after long-term aging with the plasticity range above 60°C and thereby they can be used as binders in the production of bituminous mixtures intended for structural layers of road pavements. In bitumens PMB 45/80-65 modified with F-T synthetic wax, aging led to a change of their rheological properties from gel to sol-gel type. Nonetheless, unlike the bitumens with negative PI values, these bitumens have positive penetration indices thus being more suitable for road pavements owing to their viscosity

Analizując wyniki badań, zaobserwowano wyraźną różnicę między otrzymanymi wartościami indeksu penetracji w przypadku asfaltów 35/50 oraz PMB 45/80-65. Należy stwierdzić, że w przypadku obu asfaltów wosk F-T przyczynia się do wzrostu wartości indeksu penetracji. W wyniku starzenia wszystkie modyfikowane asfalty wykazały spadek wartości IP, co nie jest korzystne, gdyż lepszycze takie szybciej zmienia swoją konsystencję wraz ze zmianami temperatury, czyli charakteryzuje się większą wrażliwością termiczną. Jednakże asfalty 35/50 modyfikowane woskiem F-T po starzeniu eksploatacyjnym charakteryzują się IP > -1,0, tym samym ich TZP wynosi powyżej 60°C i jak najbardziej mogą być wykorzystywane jako lepszycze do produkcji mieszanek mineralno-asfaltowych. W przypadku asfaltów PMB 45/80-65 modyfikowanych woskiem F-T starzenie spowodowało zmianę postaci reologicznej asfaltów z typu żel na zol-żel. Mimo to nadal są to asfalty o dodatnich IP i są bardziej przydatne do pracy w nawierzchni drogowej niż asfalty o ujemnych IP,

levels at low temperatures and short time of loading and because they do not flow at temperatures above zero and under long time of loading.

Temperature plasticity range is dependent on the penetration index value. For all modifications investigated, both before and after short-term and long-term aging, extended plasticity range was recorded, which indicates an increase in the range of temperatures at which the binder retains its viscoelastic properties.

5. Conclusions

From the results presented in this paper, the following conclusions can be drawn:

- Fischer-Tropsch wax added to the binder increases its stiffness which is manifested by the drop in penetration value and the rise in softening point and breaking temperature, regardless of the bitumen type and modifier amount used;
- the amount of modifier added as well as the aging phase had a significant effect on the variability of the parameters studied;
- short-term and long-term aging result in changes in rheological properties of F-T wax modified bitumen, which leads to increased hardening (a favourable characteristic considering the resistance of the bituminous mixture to permanent deformation) at simultaneous lowering of cracking resistance at low temperatures. This indicates that this addition is able to ensure the durability of the bituminous mixture produced in WMA technology;
- compared with the RTFOT aging, the PAV aging affected basic parameters of the bitumen to a lesser degree;
- high values of the temperature plasticity range and penetration index indicate favourably low thermal susceptibility of the bitumens modified with the low-viscosity agent.

References

- [1] Wozuk A., Franus W.: *Properties of the Warm Mix Asphalt involving clinoptilolite and Na-PI zeolite additives*. Construction and Building Materials, 2016, vol. 114, pp. 556-563. Doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2016.03.188>.
- [2] Iwański M., Cholewińska M., Mazurek G.: *Viscoelastic properties of polymer modified bitumen in Warm Mix Asphalt technology in terms of ageing*. Procedia Engineering, 2017, vol. 172, pp. 401-408. Doi: 10.1016/j.proeng.2017.02.007.
- [3] Judycki J., Stienss M.: *Mieszanki mineralno-asfaltowe na ciepło – przegląd dodatków*, Drogownictwo, nr 7-8, 2010, s. 227-232.
- [4] Iwański M., Mazurek G.: *The influence of the low-viscosity modifier on viscoelasticity behavior of the bitumen at high operational temperature*. 8th International Conference Environmental Engineering, May 19-20, 2011, Vilnius, Lithuania, pp. 1097-1102.
- [5] Piłat J., Radziszewski P.: *Nawierzchnie asfaltowe*. WKŁ, Warszawa 2010.

ponieważ zachowują lepkie właściwości w niskich temperaturach i przy krótkim czasie obciążenia oraz nie płyną w dodatnich temperaturach i przy długim czasie obciążenia.

Temperaturowy zakres plastyczności pozostaje w zależności z wartością IP. W przypadku wszystkich badanych modyfikacji asfaltów, zarówno po starzeniu krótko-, jak i długoterminowym uległ on wzrostowi, co oznacza, iż zwiększa się zakres temperatur, w których lepizsze zachowuje swoje właściwości lepko-sprężyste.

5. Wnioski

Na podstawie wykonanych badań i analiz można sformułować następujące wnioski:

- dodanie do lepizsza wosku syntetycznego Fischera-Tropscha powoduje wzrost sztywności asfaltu charakteryzujący się spadkiem penetracji oraz wzrostem temperatury mięknięcia i temperatury łamliwości niezależnie do rodzaju asfaltu i ilości modyfikatora;
- starzenie technologiczne i eksploatacyjne powoduje zmiany właściwości reologicznych asfaltów modyfikowanych woskiem syntetycznym Fischera-Tropscha prowadzące do zwiększenia twardości lepizsza (co ze względu na odporność mieszanki mineralno-asfaltowej na deformacje trwałe jest cechą sprzyjającą) przy równoczesnym niewielkim spadku odporności na spękania w niskiej temperaturze. Wynika z tego, że tego typu dodatek może zapewnić trwałość mieszanki mineralno-asfaltowej wyprodukowanej w technologii WMA;
- starzenie długoterminowe PAV w mniejszym stopniu wpłynęło na podstawowe parametry asfaltu niż starzenie krótkoterminowe RTFOT;
- wysokie wartości temperaturowego zakresu plastyczności oraz indeksu penetracji świadczą o korzystnie niskiej wrażliwości termicznej asfaltów modyfikowanych środkiem niskowiskozowym.

- [6] Trzaska E.: *Laboratoryjne metody badania procesu starzenia lepizczy asfaltowych, symulujące starzenie technologiczne, eksploatacyjne*. Nafta-Gaz, czerwiec 2010, s. 500-506.
- [7] Goreczna A.: *Wpływ dodatku wosku syntetycznego na starzenie asfaltu. Aktualne badania i analizy z inżynierii lądowej*, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice 2013, s. 511-518.
- [8] Gawęł J., Kalabińska M., Piłat J.: *Asfalty drogowe*. WKŁ, Warszawa 2001.
- [9] Stefańczyk B., Mieczkowski P.: *Dodatki, katalizatory i emulgatory w mieszankach mineralno-asfaltowych*. WKŁ, Warszawa 2010.
- [10] Hurley G., Prowell B.: NCAT report 05-06, *Evaluation of Sasobit for use in warm mix asphalt*. Auburn 2005.
- [11] Piłat J., Radziszewski P.: *Ocena właściwości reologicznych drogowych lepizczy asfaltowych w wyniku starzenia eksploatacyjnego PAV*. Zbiór referatów X Międzynarodowej Konferencji: Trwałe i bezpieczne nawierzchnie drogowe, Kielce 2004.
- [12] Radziszewski P.: *Zmiany właściwości lepkością przystych lepizczy modyfikowanych i mieszanek mineralno-asfaltowych w wyniku procesu starzenia*. Rozprawy naukowe nr 142, Wydawnictwo Politechniki Białostockiej, Białystok 2007.
- [13] Iwański M., Cholewińska M., Mazurek G.: *Właściwości asfaltu z dodatkami modyfikującymi po procesie starzenia krótkoterminowego*. Budownictwo i Architektura, vol. 13(1) 2014, Politechnika Lubelska 2014, s. 15-27.
- [14] Iwański M., Mazurek G.: *Rheological characteristics of synthetic wax-modified asphalt binders*. Polimery, 2012, 57, no. 9, pp. 661-664.
- [15] Polacco G., Filippi S., Paci M.: *Structural and rheological characterization of wax modified bitumens*. Fuel, vol. 95, May 2012, pp. 407-416.
- [16] Stefańczyk B., Mieczkowski P.: *Mieszanki mineralno-asfaltowe. Wykonawstwo i badania*. WKŁ, Warszawa 2009.
- [17] Cholewińska M.: *Starzenie asfaltu drogowego 35/50 modyfikowanego asfaltem naturalnymi. Aktualne badania i analizy z inżynierii lądowej*, Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice 2013, s. 417-424.