

Zastosowanie modelu 2S2P1D do oceny właściwości lepkosprężystych asfaltu wyekstrahowanego z mieszanki SMA z dodatkiem wapna hydratyzowanego

Applying of 2S2P1D model for assessing viscoelastic properties of bituminous binder extracted from SMA mixture with hydrated lime addition

Słowa kluczowe: wapno hydratyzowane, asfalt, mieszanka SMA, model 2S2P1D

Key words: hydrated lime, bitumen, SMA mixture, generalised Huet-Sayeght model, rheology

1. Wprowadzenie

Wapno hydratyzowane jest znanym materiałem do produkcji wielu wyrobów budowlanych. W technologii budownictwa drogowego wykorzystywane jest do stabilizacji słabych gruntów oraz jako „aktywny wypełniacz” do mastyksu, czyli kompozytu asfaltu i wypełniacza (1). Jest również stosowane jako dodatek do mieszanek mineralno-asfaltowych (mma) (2). Dużą popularność zdobyło jego zastosowanie w latach siedemdziesiątych XX wieku w USA jako dodatku zwiększającego odporność na wilgoć mma (3). Między innymi Hicks (4, 5) stwierdził, że 10% mieszanek mma w USA zawiera wapno hydratyzowane. Wapno hydratyzowane dzięki zasadowemu odczynowi ma korzystny wpływ na właściwości asfaltu (6, 7) oraz poprawia jego adhezję do kruszywa z dużą zawartością krzemionki SiO₂ (8, 9). Spełnia również rolę antyutleniacza asfaltu, w wyniku czego następuje spowolnienie procesu jego starzenia i tym samym utraty lepko-sprężystych właściwości (10–12). Ponadto wapno hydratyzowane powoduje większy wzrost sztywności mastyksu niż normowo dodawany wypełniacz do asfaltu (3, 10), jednak efekt ten występuje w temperaturze wyższej od normalnej (13). W niskich temperaturach nie stwierdzono niekorzystnego wpływu wapna hydratyzowanego na wzrost spękań termicznych (3, 14, 15). Dodatek aktywnego wypełniacza nie tylko powoduje wzrost sztywności mastyksu lecz także poprawia odporność na deformacje trwale mma, trwałość zmęczeniową oraz zmniejsza wpływ czasu obciążania (1, 19, 20). Biorąc pod uwagę ten korzystny wpływ na właściwości mastyksu zastosowanie wapna spełnia również dodatnią rolę w przypadku mieszanki mineralno-asfaltowej. Raynaud (16) stwierdził, że dodanie od 1% do 1,5% wapna hydratyzowanego, w stosunku do suchej masy kruszywa, powoduje wzrost trwałości mma o 2-10 lat czyli około od 20% do

1. Introduction

Hydrated lime has been shown to be an effective material for the production of a variety of building products. In road construction technology, it is used to stabilize low-bearing soils, as an “active filler” for the mastic (1) and as an additive in bituminous mixtures (2). In the 70s of the 20th century, hydrated lime was known for its ability to improve the mixtures resistance to water damage [3]. According to Hicks’s observations (4, 5), 10% of bituminous mixtures produced in the USA contain hydrated lime. Lime is alkaline and, hence, effectively affects bitumen properties (6, 7) and improves the adhesion of the binder to aggregates with high silica content (8, 9). It acts as an anti-oxidant that slows down bitumen ageing, thereby reducing the rate of viscoelastic properties loss (10, 11, 12). The addition of hydrated lime will produce the mastic with much higher stiffness than conventional fillers (3, 10). This effect is most pronounced above the room temperature (3). At low temperature, no negative effect of lime on low-temperature cracking has been observed (3, 14, 15). The presence of this “active filler” not only stiffens the mastic but also improves mixture resistance to permanent deformation and has a significant effect on its fatigue life and sensitivity to loading time (1, 19, 20). Considering the lime benefits with regard to the mastic properties, the properties of bituminous mixtures produced with this additive will also be improved. Raynaud et al. (16) stated that modification with 1% to 1.5% hydrated lime, by dry mass of aggregate, increases the service life of bituminous mixtures by 2-10 years, that is, by about 20% to 50% (5). Although European experience is far less advanced than that of the USA, a number of publications point out the beneficial effects of hydrated lime on the durability of bituminous mixtures (3). For example, French and Dutch research indicated

50% (5). Europejskie doświadczenia nie są tak bogate jak w USA. Jest jednak kilka prac, które potwierdzają korzystny wpływ wapna hydratyzowanego na trwałość mma (3). Dla przykładu we Francji i w Holandii stwierdzono, że dodatek wapna hydratyzowanego do warstw ścieralnych nawierzchni asfaltowej spowodował wzrost ich trwałości o 20%-25% (17, 18).

W Polsce, jednym z nielicznych zastosowań wapna hydratyzowanego w mieszance mma, był jego dodatek do warstwy ścieralnej z mieszanki SMA w 1999 roku w czasie modernizacji ulicy Żelaznej, jednej z głównych ulic w Kielcach. Warstwa ścieralna z mieszanki SMA została wykonana w dwóch wariantach. W pierwszym warstwa ta zawierała dodatek wapna hydratyzowanego [WH], natomiast w drugim warstwa SMA zawierała normowy dodatek aminy kwasu tłuszczowego (A) w ilości 0,5% w stosunku do asfaltu. Nawierzchnia ta obciążona była ruchem na poziomie KR4. Mieszanka SMA zawierała 6,2% asfaltu D70 [obecnie 50/70] z 4% dodatkiem polimeru SBS Kraton 1101 CM. Stosowano także zamiennie dodatek 30% wapna w formie hydratu w przypadku tej mieszanki.

W ramach programu badawczego założono okres eksploatacji tej nawierzchni na co najmniej 10 lat. W tym okresie gromadzono dane dotyczące wpływu wapna hydratyzowanego na stan nawierzchni SMA. Ważnym etapem prac badawczych były również badania lepiszcza odzyskanego z nawierzchni SMA oraz właściwości materiałowych mieszanki SMA (12).

2. Badania lepiszcza odzyskanego z nawierzchni SMA z wapnem hydratyzowanym

2.1. Materiały

W ciągu 12 lat eksploatacji nawierzchnia SMA była bez przerwy obserwowana zgodnie z wymaganiami SOSN. Stwierdzono bardzo korzystny wpływ dodatku wapna hydratyzowanego na właściwości jej powierzchni, nie wykazywała ona wyluszczeń ziaren kruszywa, ubytków mastyksu lub uszkodzeń spowodowanych oddziaływaniem wody i mrozu (11). W roku 2011 wykonano badania odzyskanego lepiszcza z wbudowanej mieszanki SMA z wapnem w formie hydratu [H] oraz z kontrolnej zawierającej aminę tłuszczową* [A].

Lepiszczce odzyskane otrzymano w wyniku ekstrakcji mieszanki SMA pobranej z warstwy ścieralnej w miejscach wystąpienia kolein [WK] oraz z nawierzchni bez kolein [NK]. Ponieważ w czasie pomiarów nie było możliwe zachowanie nieuszkodzonych próbek asfaltów, w związku z tym do celów porównawczych zastosowano dwa obecnie wykonywane asfalty. Pierwszym był asfalt o podobnej modyfikacji polimerem, jaką zastosowano w dawniej wykonanej mieszance SMA, który nie był poddany procesowi starzenia (PMB45/80-60), natomiast drugi był poddany symulowanemu procesowi starzenia metodą RTFOT [PMB45/80-60 RTFOT]. W celu uzyskania możliwości porównywania tych asfaltów odniesiono wyniki z badań asfaltu wyekstrahowanego z nawierzchni po 12

* Jest to alifatyczna amina z długim łańcuchem popularnie nazywana aminą tłuszczową

that hydrated lime used in SMA wearing courses extended their service life by 20%-25% (17, 18).

One of few early applications of hydrated lime to a bituminous mixture in Poland was the wearing course made of SMA in 1999 during the modernisation of one of Kielce main street – Żelazna. Two variants of SMA wearing course were produced. The first variant was the SMA layer made with hydrated lime [HL] and the second variant was the SMA layer containing a standard antistripping agent – fatty amine [A] – 0.5% by mass of the binder. The traffic load on the SMA pavement was corresponding to the KR4 category. The SMA mixture contained 6.2% bitumen D70 [currently 50/70] modified with 4% SBS Kraton 1101 CM, the content of which was determined by using the optimization method. Hydrated lime was added as a replacement for 30% limestone filler in the SMA.

At least a ten years in-service period was assumed for the pavement to be tested in the experimental testing programme. During that time, data on the impact of hydrated lime on SMA pavement were collected. The study also covered a development of a testing plan for the binder recovered from the SMA pavement and for the material properties of the SMA mixture (12).

2. Tests on the binder recovered from the SMA pavement with hydrated lime addition

2.1. Materials

In compliance with the requirements of the Pavement Condition Evaluation System (Polish abbrev. SOSN), the SMA pavement condition data were continuously monitored for 12 years of service. A positive effect of hydrated lime on the pavement surface conditions was evident. No stripping, mastic loss or damage due to moisture and frost were observed (11). The binders recovered from the extracted SMA mixture with hydrated lime [HL] and from the reference mixture with fatty amine* [A] in 2011 were tested. The binder was extracted from the SMA mixture sampled from the wearing course inside [RD] and outside [N] wheel ruts.

Since at the time of the tests it was impossible to save unaffected bitumen samples from the measurement period, two currently available bitumen types were used for comparative analysis. The first type was the modified bitumen not subjected to ageing (PMB45/80-60), with the polymer modification level similar to that used in the SMA mixture. The second type was the bitumen subjected to simulated RTFOT ageing process (PMB45/80-60 RTFOT). The properties of the extracted bitumen after 12 years in service were compared to the properties of those two equivalent bitumen.

The bitumen for testing was extracted from a 2.0 cm thick SMA surface course of the pavement. During the service period, the layer was exposed to two accelerated ageing factors such as oxidation in air and UV radiation (20). The binder extraction was performed according to EN 12697-1 (21).

* It is an aliphatic long-chain amine popularly called fatty amine.

latach eksploatacji do właściwości tego asfaltu.

W badaniach wykorzystano asfalt wyekstrahowany z warstwy SMA o grubości 2 cm, która stanowiła w nawierzchni warstwę ścieralną. W procesie eksploatacji była narażona na dwa główne czynniki przyspieszające proces starzenia. Pierwszym z nich było utlenianie pod wpływem powietrza, natomiast drugim oddziaływanie promieni ultrafioletowych (20). Lepiszczce wyekstrahowano zgodnie z normą EN 12697-1 (21).

2.2. Metody

2.2.1. Badania dynamiczne za pomocą oscylacji wymuszonej

Wykonane badania objęły szeroki zakres czasu obciążenia, a więc i częstotliwości. Duże znaczenie ma niedopuszczenie do naruszenia struktury asfaltu. Dlatego też poziom amplitudy naprężenia przyłożonego do próbki musi być mniejszy niż wartość graniczna naprężenia zakresu liniowej lepko-sprężystości (23). Amplituda naprężenia była mniejsza od 30 Pa. Badania dynamiczne przeprowadzono w lepkościomierzu rotacyjnym o cylindrach współosiowych Rheotest 3.1 z trybem oscylacyjnym, zgodnie z normą EN 13702-2 (22). Pomiarzy pozwoliły na uzyskanie trzech podstawowych parametrów lepko-sprężystości asfaltu:

- modułu zespolonego ścinania G^* ,
- kąta przesunięcia fazowego δ ,
- lepkości dynamicznej η' [składowa urojona lepkości zespolonej η^*].

2.2.2. Model 2S2P1D

Do oceny wpływu wapna hydratyzowanego na właściwości wyekstrahowanego asfaltu zastosowano model 2S2P1D. Wywodzi się on z grupy modeli mechanicznych i umożliwia opis stanu naprężeń i odkształceń materiału w zakresie liniowej lepko-sprężystości. Model ten został opracowany przez Olarda i Di Benedetto (24). Schemat budowy tego modelu pokazano na rysunku 1.

Po dokonaniu transformacji modelu 2S2P1D do postaci uwzględniającej częstotliwość, funkcja opisująca zmiany modułu zespolonego ścinania G^* w czasie dana jest wyrażeniem:

$$G^*(\omega) = G_o + \frac{G_g - G_o}{1 + \alpha(i\omega\tau)^{-k} + \alpha(i\omega\tau)^{-1}} \quad [1]$$

gdzie: G_o – moduł sprężystości w czasie obciążenia dążącym do nieskończoności, k i h – wykładniki $0 < k < h < 1$, α – stała, τ – czas charakterystyczny zależny od temperatury, G_g – moduł sprężystości chwilowej o czasie obciążenia dążącym do zera, β – stała.

Stać β jest określona zależnością:

$$\eta_o = (G_g - G_o)\beta\tau \quad [2]$$

gdzie: η_o jest lepkością zerowego ścinania.

Moduł zespolony można wyrazić za pomocą jego części sprężystej G' oraz lepkiej G'' (26).

2.2. Methods

2.2.1. Dynamic tests under forced oscillation

Time-dependent viscosity and elasticity are determined in dynamic tests able to relate loading time and frequency and changes in stress and strain in the material. For this purpose, the tests have to be performed for a wide loading time thus frequency range. It is important that the bitumen structure remains unaffected. Therefore, the level of the stress amplitude applied to the sample must be lower than the stress limiting value of the linear viscoelastic region (LVE) (23). The stress amplitude was less than 30 Pa. Rheotest 3.1 rheometer with the coaxial cylinders was used for dynamic tests in the oscillating mode, according to EN 13702-2 (22). As a result, three fundamental characteristics describing the viscoelastic properties of the bitumen were obtained:

- complex shear modulus G^* ,
- phase angle δ ,
- dynamic viscosity η' [imaginary part of complex viscosity η^*].

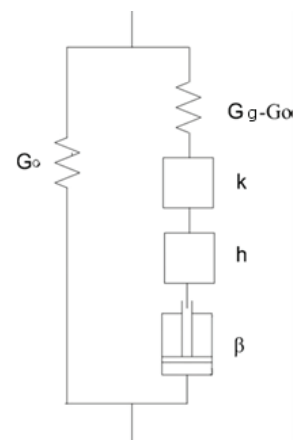
2.2.2. The 2S2P1D model

The model proposed for the analysis of the hydrated lime effect on the properties of extracted bitumen is the 2S2P1D model from a group of mechanical models for describing stress and strain in the linear viscoelastic region of a material. The model was developed by Olard and Di Benedetto (24). The scheme is presented in Fig. 1.

After the transformation of the 2S2P1D model embracing the frequency domain, the function describing the changes in the complex shear modulus G^* can be presented by equation:

$$G^*(\omega) = G_o + \frac{G_g - G_o}{1 + \alpha(i\omega\tau)^{-k} + \alpha(i\omega\tau)^{-1}} \quad [1]$$

where: G_o – is the elasticity modulus in the loading time pursuing to infinity, k and h – are exponents such that $0 < k < h < 1$, α – constant, τ – characteristic time depending of temperature, G_g – modulus of temporary elasticity, β – constant.



Rys. 1. Schemat budowy modelu 2S2P1D: h , k są tłumikami parabolicznymi, a β tłumikiem liniowym (24).

Fig 1. Diagram of 2S2P1D model: h , k are the parabolic, and β is the linear dampers (24)

$$G^*(\omega) = G_o + \frac{G_g - G_o}{1 + G' + iG''} \quad [3]$$

Tangens kąta przesunięcia fazowego δ jest równy ilorazowi części urojonej G'' do części rzeczywistej G' modułu ścinania G^* . Wartości G' i G'' można oszacować korzystając z rozwiązania podanego w (26) lub dokonując numerycznej estymacji według wzoru [3]. Estymacja parametrów modelu wymagała zastosowania nieliniowej metody najmniejszych kwadratów do minimalizacji funkcji celu przy spodziewanych wartościach początkowych. W tym celu wykonano złożony skrypt blokowy w programie MathCad wykorzystując metodę Quasi-Newtona dla poszukiwania minimum funkcji o postaci:

$$\text{funkcja celu} = \sum_{i=1}^N \left(\left[\frac{G'_i}{G_i'^o} - 1 \right]^2 + \left[\frac{G''_i}{G_i''^o} - 1 \right]^2 \right) \quad [4]$$

gdzie: G'_i oraz G''_i – część sprężysta i lepka przewidywanego modułu zespolonego, $G_i'^o$, $G_i''^o$ – część sprężysta i lepka wyznaczona doświadczalnie.

Do oceny jakości dopasowania modelu 2S2P1D do wartości oznaczonych doświadczalnie wykorzystano współczynnik determinacji R^2 oraz znormalizowany błąd średniej MNE (25). Ostatecznie, w celu estymacji siedmiu parametrów modelu wymagane jest zastosowanie co najmniej 8 oznaczeń modułu zespolonego G^* przy różnych częstotliwościach. Uzyskanie informacji z oznaczeń części rzeczywistej (sprężystej) oraz urojonej pozwala na określenie kąta przesunięcia fazowego wykorzystując przekształcenie trygonometryczne. Zastosowanie tego modelu umożliwia opis zachowania lepszca asfaltowego [w tym również mieszanek mineralno-asfaltowych] w szerokim spektrum czasu obciążenia i temperatury przy niewielu jego parametrach. Ponadto parametry mechaniczne modelu nie zależą od temperatury w przeciwieństwie do popularnie stosowanego modelu Burgera. Jedynie czas charakterystyczny może być opisany przez temperaturę co jest bardzo dobrym rozwiązaniem, gdy wykorzystuje się w modelu zasadę superpozycji czas-temperatura i wówczas można wyznaczyć krzywe wiodące zmian modułu zespolonego w czasie.

3. Wyniki badań

3.1. Badania dynamiczne

Badania dynamiczne próbek wyekstrahowanego asfaltu w ilości 52 g (dla układu współosiowych cylindrów typu H2) wykonano w temperaturze 60°C. W tej temperaturze wszystkie badane asfalty poddano obciążeniu oscylacyjnemu w zakresie częstotliwości od 0,01 Hz do 10 Hz. Interwał zakresu częstotliwości został podzielony na 15 równych odcinków. Natomiast temperatura wynikała z kompromisu pomiędzy niepewnością pomiarów parametrów reologicznych za pomocą układu cylindrów współosiowych w wybranym zakresie lepkości, a dokładnością z jaką można ustalić krzywą wiodącą według modelu 2S2P1D. Autorzy (24, 25) zwracają uwagę na duże znaczenie temperatury, w której powinny być

The β constant is described by the following function:

$$\eta_o = (G_g - G_o)\beta\tau \quad [2]$$

where η_o – zero shear viscosity.

Complex modulus can be expressed applying its elastic G' and viscous G'' components (26).

$$G^*(\omega) = G_o + \frac{G_g - G_o}{1 + G' + iG''} \quad [3]$$

The tangent δ of phase transformation angle is equal to the ratio of the imaginary part G'' to the real part G' of the shearing modulus G^* . The values of G' and G'' can be estimated using the solution given in (26) or by estimating numerically the formula [3]. Estimation of the model parameters required using the non-linear method of least squares for minimization of the objective function at the expected initial values. For this purpose, a complex block script was developed in the MathCad program, using the Quasi-Newton method to search for the objective function minimum in the form:

$$\text{objective function} = \sum_{i=1}^N \left(\left[\frac{G'_i}{G_i'^o} - 1 \right]^2 + \left[\frac{G''_i}{G_i''^o} - 1 \right]^2 \right) \quad [4]$$

where: G'_i and G''_i – are the elastic and viscous parts of the predicted complex modulus, $G_i'^o$, $G_i''^o$ – are the elastic and viscous parts of the results from the complex modulus experiment.

The fit quality of the 2S2P1D modulus to the experimental values was determined with the coefficient of determination R^2 and the mean normalized error MNE (25). Finally, for the seven parameters of the model estimation, at least eight values of the complex modulus G^* at different frequencies had to be applied. Information about the real [elastic] and imaginary parts from experiments allows defining the phase angle using trigonometric transformation. This model can be applied to describe the behaviour of bituminous binders, and of bituminous mixtures, with a few parameters of the model in the wide spectrum of loading time and temperature. Furthermore, mechanical parameters of the model are independent of temperature, unlike in the popular Burger model. Temperature can define only the characteristic time, which is a very good solution, as in the model the time-temperature superposition principle and master curves of complex modulus changes over time can be obtained.

3. Test results

3.1. Dynamic mechanical testing

The samples of recovered bitumen in amount of 52 g [adequately to the coaxial cylinders set requirements] were tested at 60°C. At this temperature, all the bitumen samples were subjected to oscillatory loading at frequencies ranging from 0.01 Hz to 10 Hz. The frequency range was split into 15 equal parts. This temperature level was a compromise between the uncertainty of rheological

wykonane pomiary reometryczne, a mianowicie możliwie blisko temperatury mięknięcia asfaltu, w której kąt przesunięcia fazowego osiąga wartość około 80°. Jest to warunek konieczny do uzyskania poprawnych parametrów modelu 2S2P1D. Za pomocą pomiarów reometrem określono trzy główne wielkości lepkości dynamicznej asfaltu w funkcji częstotliwości, a mianowicie:

- urojoną część lepkości zespolonej (lepkość dynamiczna) – η' ,
- moduł zespolony G^* (wraz z jego składową sprężystą G' oraz urojoną G''),
- kąt przesunięcia fazowego δ .

3.2. Lepkość dynamiczna w funkcji częstotliwości

Wykonano pomiary lepkości dynamicznej lepiszcza, a wyniki pomiarów w funkcji częstotliwości przedstawiono na rysunku 2.

Wyniki badań lepkości dynamicznej wykazują, że największą wartość ZSV przy częstotliwości dążącej do zera [czas obciążenia dążący do nieskończoności] wykazuje asfalt modyfikowany PMB 45/80-65, nie poddany procesowi starzenia. Należy zwrócić uwagę że duża wartość parametru ZSV w próbkach asfaltu z dodatkiem wapna hydratyzowanego silnie koreluje z odpornością na deformacje trwałe mieszanki mma (27). Dodatek polimeru ma największy wpływ przy małych częstotliwościach. W tym zakresie czasu obciążenia wpływ polimeru jest większy niż asfaltu z uwagi na zróżnicowane czasy relaksacji obu składników. W przypadku tego samego asfaltu, ale poddanego procesowi starzenia [rysunek 2] lepkość zerowego ścinania jest znacznie mniejsza niż asfaltu PMB 45/80-65 niepoddanego starzeniu. Jest to związane z degradacją polimeru i utratą jego zdolności do sieciowania asfaltu. Właściwości asfaltu modyfikowanego przed i po starzeniu można wykorzystać jako odniesienie do zmian w strukturze asfaltu, które mogą zajść w procesie starzenia. Należy zwrócić szczególną uwagę jak proces starzenia różnicował właściwości asfaltów wyekstrahowanych z nawierzchni. W przypadku wyekstrahowanego asfaltu modyfikowanego dodatkiem aminy tłuszczowej [A-N oraz A-RD] ma on nieco większą lepkość dynamiczną niż w przypadku asfaltu poddanego procesowi starzenia PMB 45/80-65 RTFOT. Natomiast parametr ZSV będzie mniejszy niż w PMB 45/80-65 RTFOT. Jest to wpływ aminy tłuszczowej, która jest również inhibitorem starzenia asfaltu i zmniejsza ten proces w przypadku asfaltu podstawowego (13, 20). W związku z tym wpływ degradacji polimeru ulega zmniejszeniu. Dodanie aminy tłuszczowej do asfaltu (A-RD oraz A-N) powoduje również zmianę jego właściwości – sztywność ulega zmniejszeniu z uwagi na powstawanie kationowych związków powierzchniowo-czynnych (28). Równocześnie parametr ZSV ulega także zmniejszeniu.

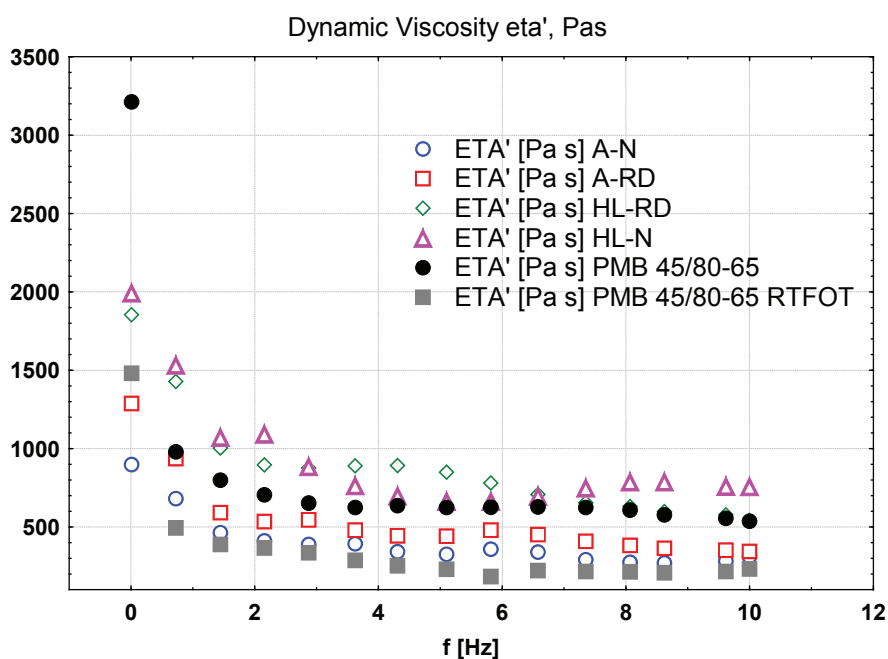
W przypadku asfaltu wyekstrahowanego z nawierzchni zawierającej wapno w formie hydratu [HL-R oraz HL-RD] uzyskuje się inną lepkość

measurements made with a coaxial cylinders apparatus over the given viscosity region and the accuracy with which the master curve could be established using the 2S2P1D model. The authors (24, 25) emphasize the importance of performing rheological measurements at temperature close to the softening point of the bitumen, at the phase angle of about 80°, as a necessary condition for the reliability of the 2S2P1D model parameters. With the rheometer three main viscoelastic properties as the function of frequency of the bitumen were determined:

- imaginary part of complex viscosity [dynamic viscosity] – η' ,
- complex modulus G^* [with its elastic part G' and imaginary part G''],
- phase transformation angle δ .

3.2. Dynamic viscosity as a function of frequency.

Results of the dynamic viscosity tests indicate that the highest ZSV level at the frequency pursuing to zero [loading time tending to infinity] is attributed to the unaged PMB 45/80-65 modified bitumen. It should be noted that the high level of the ZSV parameter of the bitumen samples with the addition of hydrated lime very well correlates with the resistance to permanent deformations of the mma (27). The addition of polymer is the most pronounced at low frequencies. Over that loading time range, the effect of the polymer is stronger than that of the bitumen because of different relaxation times of the two components. As for the same but aged bitumen [Fig. 2], ZSV is noticeably lower than that of the unaged PMB 45/80-65. This is due to the degradation of the polymer and its inability to crosslink the bitumen phase. The properties of the bitumen before and after the ageing process can be used as reference for changes in the bitumen structure that can occur during ageing. Attention should be paid to the differences between the results for the aged



Rys. 2. Lepkość dynamiczna (η') lepiszcza w funkcji częstotliwości w temperaturze 60°C

Fig. 2. Dynamic viscosity (η') of the binder as a function of frequency at 60°C

dynamiczną. Dodatek hydratu korzystnie wpłynął na spowolnienie procesu starzenia asfaltu modyfikowanego. Degradacja polimeru okazała się niewielka. Zmiana lepkości dynamicznej jest podobna do asfaltu PMB 45/80-65 przed procesem starzenia. Stwierdzono jedynie niewielkie zmniejszenie parametru ZSV. Jest to prawdopodobnie spowodowane zwiększeniem kompatybilności asfaltu z polimerem w czasie eksploatacji (29). W czasie eksploatacji polimer ulega niewielkiej degradacji w wyniku reakcji z asfaltem. Tym samym asfalt i polimer staje się bardziej jednorodną mieszaniną przy równoczesnym zmniejszeniu powstawania asfaltenów w asfalcie. Zmiany lepkości dynamicznej w czasie postępują z mniejszą szybkością, co korzystniej wpływa na odporność na deformację mieszanki wykonanej z dodatkiem wapna w formie hydratu. Podobne wyniki uzyskali inni autorzy (1), którzy badali wpływ hydratu. Wykazali oni, że lepkość dynamiczna asfaltu z dodatkiem hydratu po procesie starzenia była podobna do asfaltu niepoddanego modyfikacji.

3.3. Parametry reologiczne modelu 2S2P1D

Aby dokonać estymacji parametrów dopasowania modelu 2S2P1D metodą najmniejszych kwadratów należy ustalić wartości początkowe. Bez poprawnego określenia wartości początkowych, przy danej tolerancji zbieżności rozwiązania, można doprowadzić do otrzymania w algorytmie matematycznym wielkości, które są niemożliwe do uzyskania w rzeczywistości. W tym celu wykorzystano zalecenia zawarte w pracy (24). Ponieważ badania nie były prowadzone w bardzo niskich i wysokich temperaturach przyjęto również założenie dotyczące wartości modułu statycznego G_g oraz chwilowego G_o . W bardzo wysokiej temperaturze, a więc małej częstotliwości, moduł statyczny G_o jest bliski zeru. Natomiast w przypadku dużej częstotliwości, a niskiej temperatury przyjmuje się, że G_g jest stały dla wszystkich asfaltów i wynosi około $1 \cdot 10^9$ Pa (24, 25). Tak więc model składający się z 7 parametrów został zredukowany do 5, zgodnie ze wzorem [1]. Wykorzystując kryterium optymalizacyjne, czyli minimalizując funkcję celu dopasowano krzywą modelu 2S2P1D do wyników doświadczalnych. Dopa-

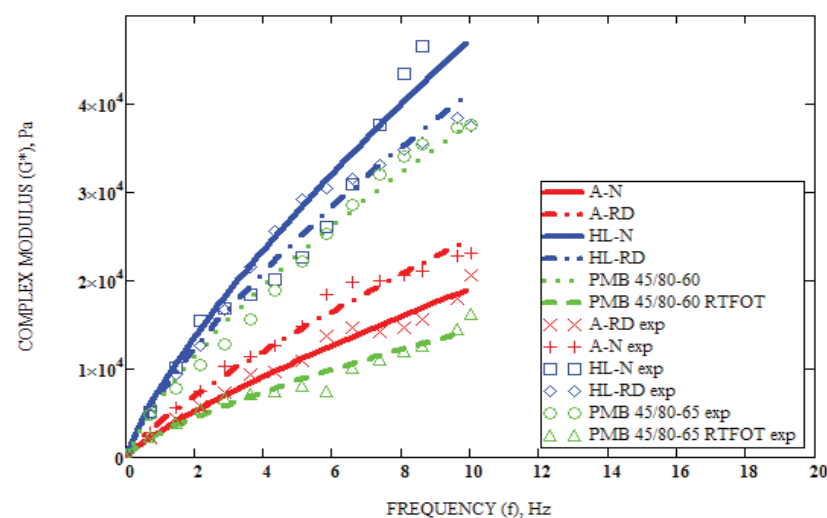
and unaged extracted bitumen. Dynamic viscosity of the extracted modified bitumen with fatty amine [A-N and A-RD] is slightly higher than that found in the PMB 45/80-65 bitumen subjected to RTFOT ageing, but the value of ZSV is lower. This is caused by the fatty amines which are able to slow down the bitumen ageing process (13, 20) and the effect of polymer degradation is inhibited. The addition of fatty amine to bitumen [A-RD and A-N] makes the base bitumen less stiff owing to the presence of surfactants cationic compounds (28). As a result, ZSV will decrease.

Dynamic viscosity results are different for the bitumen extracted from the pavement containing hydrated lime [HL-R and HL-RD]. The presence of hydrated lime had a beneficial effect on the process of modified bitumen ageing. The degradation of the polymer is decreasing. The change in dynamic viscosity was similar to that of PMB 45/80-65 bitumen before ageing, with only a slight decrease in the ZSV parameter, probably due to the progressive bitumen-polymer compatibility over the in-service period (29). During the service period, the polymer undergoes minor degradation by reacting with bitumen. Bitumen with polymer thus become a more homogeneous mixture for the reduction of the asphaltene formation rate in the bitumen. Changes in dynamic viscosity become lower over time, which improves the deformation resistance of the mixture, made with the addition of hydrated lime. Similar results have been obtained by other authors investigating effects of hydrated lime (1). They indicate that the dynamic viscosity of bitumen with hydrated lime after ageing is similar to that in the unmodified bitumen.

3.3. Rheological parameters of the 2S2P1D model

To estimate the best-fit parameters of the 2S2P1D model with the least squares method, initial values have to be established. Without properly determining the initial values, with a given tolerance of convergence, a mathematical algorithm may be terminated at values whose results are impossible to achieve in reality. For this purpose, the suggestions included in (24) were used. Because the studies were not conducted at very low or very high temperature,

the assumption was also made to the value of the static modulus G_g and instantaneous modulus G_o . Such a solution, considering the initial assumptions, results from the conclusions of other researchers. At a very high temperature and low frequency, the static modulus G_o is close to zero, whereas G_g at a high frequency and low temperature is assumed constant at the level of about $1 \cdot 10^9$ Pa for all bitumen (24, 25). As a result, the seven parameters of the model were reduced to five parameters. Using the optimization criterion, which in essence is minimizing the objective function, the 2S2P1D model curve was fitted to the experimental values. The solution for fitting the complex modulus G^* test results to those of the bitumen under analysis is presented in Fig. 3.



Rys. 3. Moduł zespolony G^* lepszca w funkcji częstotliwości w temperaturze 60°C

Fig. 3. Complex modulus G^* versus frequency of extracted bitumen at temperature 60°C

It should be noted that the addition of hydrated lime had a positive effect on the value of the complex shear modulus G^* . The HL-N extracted bitumen

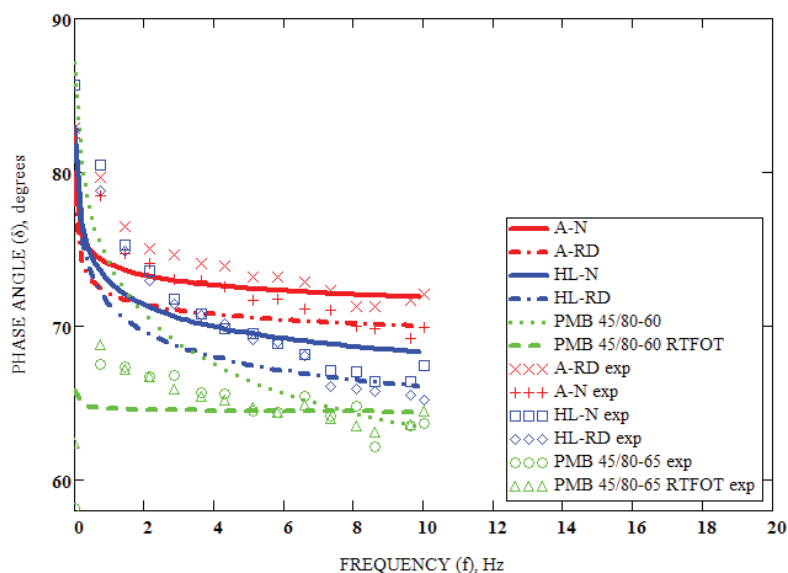
sowanie wyników badań modułu zespolonego G^* do pomiarów asfaltów przedstawiono na rysunku 3.

Należy zwrócić uwagę, że dodatek hydratu korzystnie wpłynął na wzrost modułu zespolonego ścinania G^* . Asfalt wyekstrahowany HL-N wykazał największą wartość modułu zespolonego w funkcji czasu obciążenia (częstotliwość). Podobny wynik uzyskał asfalt z dodatkiem wapna hydratyzowanego, pobrany w koleinie HL-RD. Rozbieżność pomiędzy wynikami dla asfaltu w koleinie (RD) jak i poza nią (N), bez względu na rodzaj modyfikatora, wskazuje na zróżnicowaną szybkość starzenia nawierzchni asfaltowej. Dowodzi to, że lokalizacja próbki ma znaczenie gdyż proces ustawicznego poddawania naprężeniom ściskającym [zagęszczanie] asfaltu mma w koleinie ma wpływ na szybkość starzenia lepiszcza (asfaltu). Porównując przebieg krzywych na rysunku 3 można stwierdzić, że asfalt z wapnem hydratyzowanym (HL) po procesie starzenia ma właściwości podobne do asfaltu nie poddanego procesowi starzenia modyfikowanego o oznaczeniu PMB 45/80-65, o zbliżonej zawartości polimeru w składzie asfaltu. Można wnioskować, że pomimo 12 lat eksploatacji wyekstrahowany asfalt, do którego dodane było wapno hydratyzowane, wciąż zachowuje podobną sztywność, eliminując przy tym prawdopodobieństwo powstania spękań w niskiej temperaturze (20). W przypadku aminy tłuszczowej (A) dodanej do asfaltu, po okresie eksploatacji, zaobserwowano spadek jego sztywności. Jest to zapewne spowodowane nadmiernym dodatkiem amin tłuszczowych, zwiększających plastyczność asfaltu. Ponadto aminy tłuszczowe są również traktowane jako inhibitory starzenia. Mała szybkość starzenia asfaltu w połączeniu ze wzrostem jego plastyczności może niekorzystnie wpłynąć na szybkość deformacji mma wykonanej z tego materiału, czego nie stwierdzono w próbkach asfaltu z wapnem hydratyzowanym. Należy podkreślić, że dopasowanie do krzywej modelu 2S2P1D jest dobre. Uzupełnieniem tej analizy są wyniki oznaczenia kąta przesunięcia fazowego, który jest parametrem określającym właściwości lepkosprężyste asfaltu [rysunek 4].

Wyniki dopasowania kąta przesunięcia fazowego wynikające z modelu do jego wielkości ustalonych doświadczalnie (z rozszerzeniem „exp”) wskazują na pewne rozbieżności. Model został dopasowany do wyników części rzeczywistej G' oraz urojonej G'' modułu zespolonego G^* , a nie do niezależnych wyników oznaczeń kąta przesunięcia fazowego. Występujące rozbieżności stwierdzono w wielu publikacjach (24, 25). Rozbieżności pojawiały się w asfaltach modyfikowanych polimerami, na co autorzy zwrócili szczególną uwagę. Kompozycja obu składników może powodować ich różny wpływ na strukturę takiego asfaltu, ujawniający się lokalnie po różnych czasach obciążenia i w różnej temperaturze. Im lepiszcze modyfikowane polimerem jest bardziej jednorodne lub jest asfaltem zwykłym, tym dopasowanie danych jest lepsze. W związku z tym stwierdzone rozbieżności w dopasowaniu wyników doświadczalnych asfaltów modyfikowanych do modelu są największe. Wyniki kąta przesunięcia fazowego w przypadku wyekstrahowanych asfaltów wskazują

achieved the highest value of the complex modulus as a function of loading time [frequency]. A similar result was obtained for the hydrated lime-treated bitumen taken from the wheel rut, HL-RD. The discrepancy between the results for the in-rut (RD) bitumen and that taken from outside of the rut [N], regardless of the type of modifier used, indicates the variation in bitumen ageing rate in the pavement. This proves that the location from which the sample was extracted is important because the process of continuous compaction of the bituminous mixture in the rut affects the binder = bitumen ageing rate. From the results presented in Fig. 3, it follows that bitumen with hydrated lime [HL] after ageing has the properties similar to those of the modified unaged bitumen, PMB 45/80-65, with a similar polymer content. It can be concluded that in spite of 12 years in service, the extracted bitumen containing hydrated lime still retains similar stiffness while eliminating the likelihood of low temperature cracking (20). As for fatty amines [A], the stiffness of the bitumen with this additive is decreasing, as found after the in-service period. This can be attributed to the excessive amount of the amine, softening the bitumen. Furthermore, fatty amines are regarded as ageing inhibitors. The low ageing rate in conjunction with bitumen softening may have a negative influence on the rate of deformation in bituminous mixtures produced with A. This effect has not been found in mixtures produced with hydrated lime. The fitting with the 2S2P1D model curve is good. The results for the phase angle, which describes viscoelastic property of the bitumen very well, complement this analysis. The results are shown in Fig. 4.

The results from fitting the phase angle in the model to its experimental values, with the „exp” extension, some discrepancies are presenting. The model was fitted to the results of the real part G' and to the imaginary part G'' of the complex modulus G^* instead of independent phase angle results. These discrepancies have been reported in a number of publications (24, 25). The authors are stating that the differences have been found in polymer-modified bitumen. The combination of both constituents may cause



Rys. 4. Kąt przesunięcia fazowego δ lepiszcza odzyskanego metodą ekstrakcji w funkcji częstotliwości w temperaturze 60°C

Fig. 4. Phase angle δ versus frequency of extracted bitumen at temperature 60°C

na inną zależność funkcyjną naprężenie-odkształcenie w czasie. Asfalty modyfikowane hydratami i dodatkami aminy tłuszczowej przy małych częstotliwościach naprężeń mają właściwości cieczy lepkiej. W miarę wzrostu częstotliwości obciążania następuje gwałtowny spadek kąta przesunięcia fazowego wskazując na sprężyste zachowanie się asfaltu w przypadku jego modyfikacji wapnem w formie hydratu. Zmiany jego właściwości są podobne do odpowiedzi asfaltu modyfikowanego i niepoddanego procesowi starzenia [rysunek 4]. W związku z tym dodatek hydratu korzystnie zmniejsza proces starzenia asfaltu powodując utrzymanie jego właściwości początkowych. W przypadku zastosowania aminy tłuszczowej zmniejszenie kąta przesunięcia fazowego osiąga plateau w przypadku, gdy ten kąt jest duży. Świadczy to o znacznym wzroście plastyczności asfaltu, co może znacznie zmniejszyć odporność na deformacje trwałe, wykonanej z takiego asfaltu.

Dokładność wykonanych analiz zależy również od stopnia dopasowania modelu 2S2P1D do wyników doświadczalnych. Do oceny wykorzystano współczynnik determinacji R^2 oraz znormalizowany błąd średniej MNE. Ocenę dopasowania parametrów modelu badanych asfaltów do wyników doświadczalnych przedstawiono w tabelicy 1.

Należy zwrócić uwagę, że dopasowanie parametrów modelu 2S2P1D ma duży współczynnik determinacji, większy od 0,9. Znormalizowany błąd średniej, który informuje procentowo w jakim stopniu wyniki pomiaru różnią się od przewidywanych w modelu, wskazuje na rozbieżność nie większą niż 13% i to tylko w jednym przypadku HL-N. Pozostałe pomiary błędów MNE są mniejsze od 10% co jest dowodem na dobre dopasowanie modelu do wyników pomiarowych. Należy podkreślić, że zmiany parametrów MNE i R^2 nie są z sobą w pełni skorelowane. Dlatego też należy współczynnik determinacji R^2 dobierać w taki sposób, aby był on największy, a równocześnie jak najmniejszy znormalizowany błąd MNE. Taki tok postępowania pozwolił na uzyskanie dla badanych asfaltów zbioru parametrów dopasowania do modelu 2S2P1D zebranych w tabelicy 2. Natomiast na rysunku 5 przedstawiono interpretację graficzną zależności $G' - G''$ uzyskaną za pomocą modelu 2S2P1D.

Przed wszystkim należy podkreślić, że asfalty o oznaczeniu HL-N oraz HL-RD [z wapnem w formie hydratu] mają przebieg podobny do asfaltu niemodyfikowanego polimerem. Krzywe na wykresie są niesymetryczne, a w przypadku asfaltów z hydratami są przesunięte w stronę części sprężystej G' modułu zespolonego. Wskazuje to na większą sprężystość asfaltów należących do grupy HL. Krzywa asfaltu z dodatkami aminy tłuszczowej, z uwagi na większą odkształcalność, jest przesunięta w stronę mniejszego modułu G' na korzyść części traconej G'' modułu zespolonego. W związku z tym, im więcej energii dyssypacji w czasie kolejnych cykli obciążania będzie większa tym mniejsza będzie odporność na deformacje trwałe mieszanki wykonanej z asfaltu modyfikowanego aminami tłuszczowymi. Na wykresie Cole-Cole parametr h decyduje o nachyleniu krzywej w wysokich temperaturach/długim czasie obciążenia. Zwraca uwagę asfalt pobrany z odcinka zawierający aminy tłuszczowe $h_{A-N} = 0,775$ oraz $h_{A-RD} = 0,741$, który uzyskał najlepsze wyniki. Duży parametr „ h ” osiągnął także asfalt modyfikowany po-

different effects on the structure of such bitumen, occurring locally at various loading time and temperature. The homogeneity level of the polymer-modified binder governs the data fitting capability. Consequently, the differences observed in fitting the behaviour of the modified bitumen to the model are the highest. The results of the phase angle for the bitumen from extracted mixtures show different behaviour of the stress-strain relationship over time. Bitumen modified with hydrated lime and with the addition of fatty amine at low frequencies present the behaviour of viscous fluid. Phase angle values rapidly decrease with increasing loading frequency, which indicates the elastic response of the bitumen modified with hydrated lime. This behaviour is similar to that of the unaged modified bitumen [Fig. 4]. It follows that the hydrated lime inhibited the ageing process in the bitumen and that the initial properties of the bitumen were maintained. For the amine, the decrease of phase angle reaches the plateau at high phase angle values. This confirms considerable softening of the bitumen and likely substantial lowering of the mixture resistance to permanent deformation.

The precision of the analyses depends also on the degree of fitting the 2S2P1D to the experimental results. Two measures were used: the coefficient of determination R^2 and the mean normalized error MNE. The results obtained are summarized in Table 1.

It should be noted that the parameter fitting in the 2S2P1D model has a high determination coefficient, higher than 0.9. The mean normalized error, which indicates the percentage of measurement results that differ from the predicted model, indicates a discrepancy of no more than 13%, only in one case of HL-N. The remaining MNE error rates are less than 10%, which confirms a high-quality fit of the model results to the experimental results. It should be underlined that the change in MNE values and R^2 is not fully correlated. Therefore, the goal is to obtain the highest R^2 and the lowest mean squared normalized error MNE. As shown in Table 2, a set of parameters of fitting to the 2S2P1D model was obtained through optimisation. Fig. 5 is a graphical representation of the $G' - G''$ relationship from the 2S2P1D model.

The HL-treated polymer-modified bitumen designated as HL-N and HL-RD have similar plots to those of the unmodified bitumen.

Tablica 1 / Table 1

PARAMETRY DOPASOWANIA DANYCH DOŚWIADCZALNYCH DO MODELU 2S2P1D

FIT PARAMETERS QUALITY OF 2S2P1D MODEL

Rodzaj asfaltu Bitumen type	Parametry modelu 2S2P1D 2S2P1D parameters	
	R^2	MNE, %
A-N	0.96	5.54%
A-RD	0.96	5.21%
HL-N	0.91	12.13%
HL-RD	0.93	7.34%
PMB45/80-60	0.96	10.63%
PMB45/80-60 RTFOT	0.92	7.97%

Tablica 2 / Table 2

PARAMETRY MODELU 2S2P1D BADANYCH ASFALTÓW

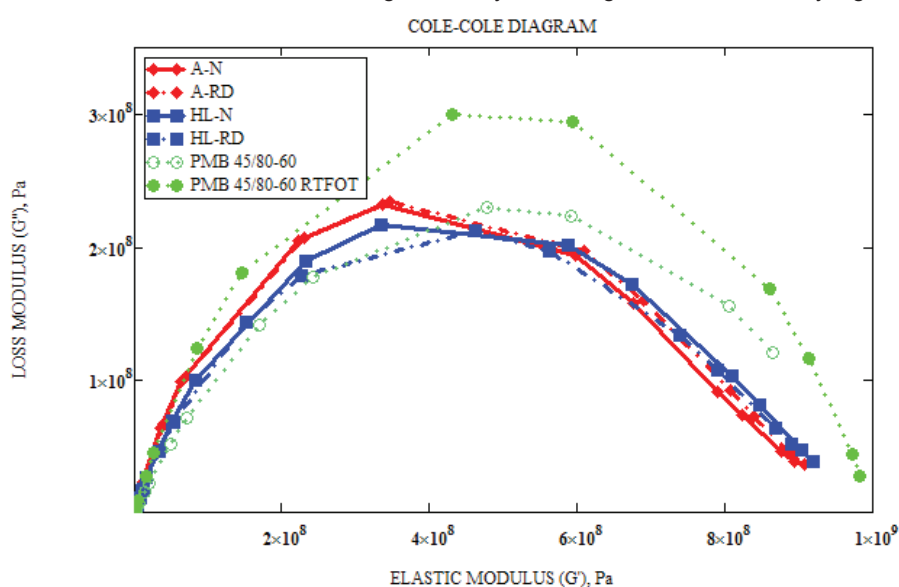
2S2P1D MODEL PARAMETERS

Rodzaj asfaltu Bitumen type	Parametry modelu 2S2P1D 2S2P1D model parameters							
	δ	h	k	T	β	G_0 Pa	G_∞ Pa	η_0 (obliczona) Pas
A-N	8.294	0.775	0.225	$1.191 \cdot 10^{-6}$	8.805	0	$1 \cdot 10^9$	10486.8
A-RD	9.763	0.741	0.233	$1.597 \cdot 10^{-6}$	10.47	0	$1 \cdot 10^9$	16720.6
HL-N	7.159	0.682	0.261	$1.198 \cdot 10^{-6}$	15.667	0	$1 \cdot 10^9$	18769.1
HL-RD	7.646	0.656	0.245	$6.615 \cdot 10^{-7}$	25.987	0	$1 \cdot 10^9$	17190.4
PMB45/80-60	21.582	0.574	0.571	$8.023 \cdot 10^{-7}$	14.075	0	$1 \cdot 10^9$	11292.4
PMB45/80-60 RTFOT	53.52	0.714	0.451	$4.364 \cdot 10^{-6}$	33.973	0	$1 \cdot 10^9$	148258.2

limerem, po procesie starzenia. Duży parametr h wpływa na lepkie zachowanie asfaltu, podatnego na deformacje plastyczne. Z kolei parametr „ k ” decyduje o nachyleniu krzywej w niskiej temperaturze i krótkiego czasu obciążania. Parametr „ δ ” wpływa na wysokość wzrostu krzywych na wykresie Cole-Cole [rysunek 5] oraz jest miarą wzrostu sztywności asfaltu, wywołaną procesem starzenia i związaną z nim mniejszą odpornością na czas obciążenia. Jego wartość wykazuje, że sztywność asfaltu modyfikowanego wzrosła znacznie, szczególnie po procesie symulowanego starzenia. Asfalty z wapnem hydratyzowanym wykazały większą odporność niż asfalty z dodatkiem amin tłuszczowych. Zarówno aminy tłuszczowe jak i wapno hydratyzowane zmniejszyły znacznie wpływ procesu starzenia asfaltu, zwiększając jego odporność na czas obciążenia. Takie właściwości asfaltu są szczególnie korzystne z punktu widzenia trwałości nawierzchni z mma w długim okresie eksploatacji drogi. Ostatni parametr „ β ” określa nachylenie krzywych obrazujących zmiany modułu G^* w wysokich temperaturach, w długim czasie obciążania. Wykazuje on dobrą korelację z lepkością zerowego ścinania. Im jest on większy tym większy będzie także G^* w przypadku małych częstotliwości. Za pomocą parametru „ β ” można wyznaczyć parametr reologiczny ZSV (η_0). Graficzną prezentację, obliczonych na podstawie parametru „ β ”, wyników ZSV, w przypadku badanych asfaltów pokazano na rysunku 6.

Największy ZSV miał asfalt po procesie starzenia, co jest godne uwagi. Oznacza to, że w przypadku jego dodatku będzie się on przyczyniał do zwiększenia odporności na deformacje trwałe mma. Jednak na rysunku 2 wartość lepkości dynamicznej zmniejsza się gwałtownie w zakresie większym od 0.01 Hz. Oznacza to, że polimer w procesie starzenia uległ degradacji i w asfalcie pełni rolę miękkiego wypełniacza. Ponadto asfalt ten miał małą odporność na czas obciążania co przyczyniało się do szybkiego zmniejszania sztywności tego asfaltu wywołanej czasem obciążania [rysunek 3]. Porównując właściwości asfaltów,

The shape of the diagram for the bitumen with hydrated lime is evidently unsymmetrical and shifted towards the elastic part G' of the complex modulus. This indicates the more elastic nature of the bitumen of HL group. Due to higher susceptibility, the bitumen with fatty amine is shifted towards the lower results of modulus G' to the benefit of the G'' part of the complex modulus. Consequently, the amount of energy dissipated during subsequent loading cycles will be higher and the durability of the mixture based on bitumen with fatty amine will be reduced. Parameter “ h ” controls the slope of the curve at high temperature and long loading time on the Cole-Cole diagram. It should be noted that the highest values obtained were recorded for the bitumen extracted from the section containing fatty amines $h_{A-N} = 0.775$ and $h_{A-RD} = 0.741$. A high value of “ h ” was also recorded for the aged polymer-modified bitumen. The high value of this parameter is showing the viscous behaviour of bitumen susceptible to plastic deformation. In turn, the “ k ” parameter controls the slope of the curve for low temperatures and short loading time. The “ δ ” parameter controls the pinnacle of the curves in Fig. 5, in the Cole-Cole diagram and is a measure of the bitumen age-hardening and the resulting sensitivity to loading time. It is extremely high in



Rys. 5. Wykres Cole-Cole wszystkich asfaltów

Fig. 5. Cole-Cole diagram of all bitumen

z uwzględnieniem rodzaju modyfikatora, można stwierdzić, że lepkość ZSV asfaltu z dodatkiem HL jest nieco większa niż z dodatkiem aminy tłuszczowej (A). Wpływie to więc na dużą odporność asfaltu z dodatkiem wapna hydratyzowanego na deformacje trwałe, wywołane pełzaniem. Ponadto w asfalcie z dodatkiem aminy tłuszczowej stwierdzono dużą różnicę ZSV w przypadku zmiany miejsca poboru próbki. Biorąc pod uwagę różnicę parametru ZSV asfaltu PMB 45/80-60 w stosunku do jego wariantu po procesie starzenia PMB 45/80-60 RTFOT można stwierdzić, że dodatek wapna hydratyzowanego i aminy tłuszczowej znacznie spowolniły proces starzenia asfaltu.

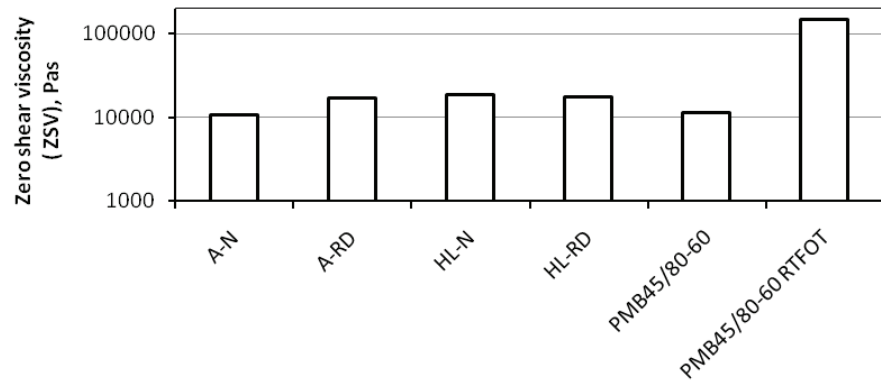
Uzupełnieniem przedstawionych analiz badanych asfaltów jest prezentacja uzyskanych wyników za pomocą wykresu Blacka. Umożliwia on globalną oceną ich lepkości sprężystych właściwości. Wyniki dopasowania do modelu 2S2P1D przedstawiono na rysunku 7.

We wszystkich asfaltach w przypadku wielkości modułu $G^* = 1 \cdot 10^6$ Pa następuje przegięcie wykresu w kierunku większego kąta przesunięcia fazowego. Jednak przy tym samym poziomie modułu sztywności G^* asfalt z dodatkiem wapna hydratyzowanego ma mniejszy kąt przesunięcia fazowego od asfaltu z dodatkiem aminy tłuszczowych. Potwierdza to poprzednie spostrzeżenia, że dodatek hydratu powoduje wzrost sprężystości asfaltów.

Ostatnim etapem oceny wpływu wapna hydratyzowanego na właściwości asfaltu modyfikowanego polimerem jest analiza punktu przecięcia modułów G' i G'' . Jest to ważne, ponieważ rozdziela teoretyczny obszar zmian właściwości asfaltu lepkiego na sprężyste. Taką analizę stosuje się do badania jakości polimerów (30). Pierwsza analiza dotyczyła próbek pobranych poza koleiną (N), której graficzną interpretację przedstawiono na rysunku 8.

W przypadku próbek pobranych poza koleiną (N) występuje pewna różnica położenia punktu przecięcia [rysunek 8]. W przypadku asfaltu z wapnem w formie hydratu punkt przecięcia jest nieco przesunięty w stronę mniejszych częstotliwości. Według Schramma (30) oznacza to wzrost masy cząsteczkowej w asfalcie z wapnem hydratyzowanym przy pomijalnej zmianie rozkładu masy cząsteczkowej w stosunku do asfaltu zmodyfikowanego aminą tłuszczową. W tym przypadku wpłynie to korzystnie na wzrost sztywności asfaltu, bez zmiany jego odporności na czas obciążenia (zjawisko relaksacji). Natomiast w przypadku asfaltów pobranych w koleinie położenie punktu przecięcia jest inne [rysunek 9].

Asfalt z dodatkiem aminy tłuszczowej osiągnął punkt przecięcia wcześniej od asfaltu z wapnem hydratyzowanym. Świadczy to o zmniejszonym rozkładzie masy cząsteczkowej asfaltu z dodatkiem aminy tłuszczowej, bez wzrostu jego masy cząsteczkowej i sztywności. Potwierdza to również podatność takiego asfaltu na deformacje plastyczne wywołane pełzaniem i mniejszą odporność na czas obciążania. Wyniki analizy punktu „cross-point” dowodzą, że miejsce pobrania próbek ma ważne znaczenie dla szybkości



Rys. 6. Lepkość ZSV asfaltów po ekstrakcji w temperaturze 60°C

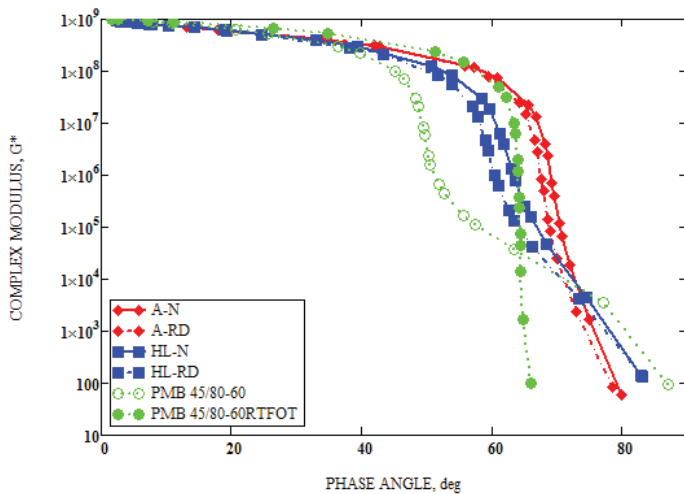
Fig. 6. Zero shear viscosity (ZSV) of extracted bitumen at 60°C

the case of the modified bitumen subjected to the simulated ageing process. The bitumen with hydrated lime addition was found to be less sensitive than those with fatty amine. Both fatty amine and hydrated lime significantly reduced the ageing process making the bitumen less sensitive to the loading time. This behaviour of the bitumen is particularly advantageous for the durability of a road long in service. The last parameter, “ β ”, characterizes the slope of the G^* modulus results at high temperatures and long loading time. It is strongly correlated with the zero shear viscosity. The higher its value, the higher the G^* values will be for low frequencies. This parameter can be used to determine the rheological parameter ZSV (η_0). A graphical representation of the ZSV results, calculated on the basis of parameter “ β ” is shown in Fig. 6.

It should be noted that the highest ZSV was recorded for the aged bitumen. This suggests that it will contribute to this bitumen-based mixture high resistance to permanent deformations. However, the dynamic viscosity of the binder shown in Fig. 2 indicates that the value of the ZSV falls rapidly above 0.01 Hz, thereby confirming that the polymer in the aging process was degraded and acts as a fine filler in the bitumen. In addition, such bitumen showed high sensitivity to loading time, which means the rapid decrease in the loading time-induced stiffness [Fig. 3]. Comparison of the bitumen, while taking into account the type of the modifier used, indicates that ZSV of the HL-treated bitumen is slightly higher than that of the bitumen with fatty amine [A]. Consequently, the bitumen with hydrated lime will have high resistance to permanent deformation due to creep. Furthermore, a large difference in ZSV values in terms of location was observed in the A-treated bitumen. Taking into account differences in the ZSV parameter between PMB 45/80-60 bitumen and its aged variant PMB 45/80-60 RTFOT, the presence of hydrated lime and fatty amine greatly reduced the bitumen aging process.

These analyses are complemented with the Black’s diagram, which allows evaluating the viscoelastic properties of the bitumen globally. The results for fitting to the 2S2P1D model are shown in Fig. 7.

In all bitumen at the level of modulus $G^* = 1 \cdot 10^6$ Pa, the graph advances to the higher values of the phase transformation angle.



Rys. 7. Wykres krzywej Blacka asfaltów po ekstrakcji

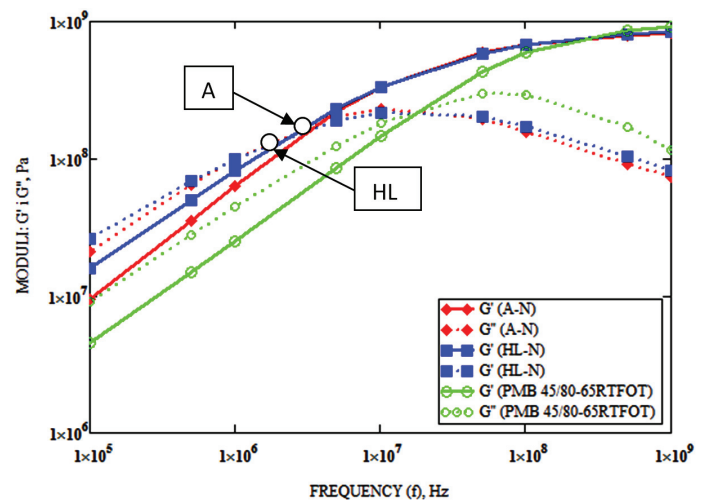
Fig. 7. Black's diagram of extracted bitumen

starzenia się asfaltu oraz wpływa na zmiany jego masy cząsteczkowej i na rozkład masy cząsteczkowej.

4. Wnioski

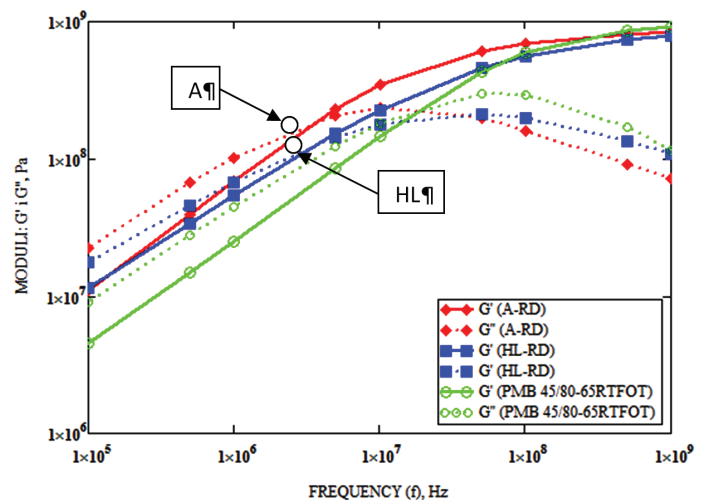
Analiza właściwości reologicznych wykorzystująca model 2S2P1D pozwala na pełniejszą ocenę zmian zachodzących w asfalcie podczas procesu jego starzenia. Pomimo ciągle trwających prac nad jego dalszą kalibracją, szczególnie w przypadku asfaltów z dużym dodatkiem modyfikatorów jest on bardzo cenionym narzędziem do oceny właściwości reologicznych asfaltów. Na podstawie uzyskanych wyników badań sformułowano następujące wnioski:

- aminy tłuszczowe oraz wapno hydratyzowane spełniają rolę inhibitora starzenia asfaltu,
- dodatek amin tłuszczowych, pomimo zmniejszonej szybkości starzenia asfaltu, zwiększa lepkie właściwości lepizacza zwiększając jego podatność na deformacje plastyczne,
- wapno hydratyzowane spowalnia proces starzenia oraz powoduje zwiększenie zgodności asfaltu z polimerem,
- asfalt z wapnem hydratyzowanym wykazał wzrost udziału składowej sprężystej nad lepłą co korzystnie wpływa na wielkość odkształceń trwałych wywołanych obciążeniem. Analiza wyników badań przedstawionych na wykresie Cole-Cole potwierdza tę zależność,
- asfalt modyfikowany polimerem SBS z dodatkiem wapna hydratyzowanego ma mniejszy kąt przesunięcia fazowego w porównaniu do asfaltu modyfikowanego polimerem SBA z aminą tłuszczową dla tego samego poziomu modułu zespolonego, czego potwierdzeniem jest analiza przedstawiona na wykresie Blacka. Te zmiany korzystnie wpływają na zmniejszenie akumulacji odkształceń plastycznych w mieszance mineralno-asfaltowej, z dodatkiem lepizacza z wapnem hydratyzowanym,
- lepkość zerowego ścinania w przypadku asfaltu modyfikowanego hydratami jest większa niż w przypadku asfaltu modyfiko-



Rys. 8. Analiza punktu przecięcia dla asfaltów po ekstrakcji, pobranych poza koleinę (N)

Fig. 8. Analysis of cross-point location of extracted bitumen, taken out of rut



Rys. 9. Punkt przecięcia asfaltów pobranych w koleinie (RD), po ekstrakcji

Fig. 9. Cross-point location of bitumen taken in the rut, after extraction

But at the same level of G^* , the bitumen with hydrated lime addition have lower phase transformation angle values than that with fatty amine. This confirm previous observations that the presence of hydrated lime gives to the bitumen a more elastic properties.

The final step in evaluating the impact of hydrated lime addition on the polymer-modified bitumen is the analyse the intersection point of G' and G'' . It is important because it separates the theoretical viscous region from elastic region of bitumen behaviour. This type of analysis is applied to quality testing of polymers (30). The first analysis was that of the outside the wheel rut samples [N] and the graphical interpretation is shown in Fig. 8.

Analysis shows that as for the outside wheel path rut samples [N], there was some difference in the location of the intersection points. For the bitumen with hydrated lime, the intersection point is shifted slightly to the lower frequencies. According to Schramm (30), there was an increase of bitumen molecular mass with hydrated lime addition, with insignificant change in molecular mass

wanego aminą tłuszczową. W związku z tym, szybkość wzrostu deformacji w mieszance mineralno-asfaltowej z wapnem hydratyzowanym będzie znacznie mniejsza niż w przypadku asfaltu modyfikowanego aminą tłuszczową,

- najmniejszy indeks starzenia określony parametrem δ w modelu 2S2P1D ma asfalt z dodatkiem wapna hydratyzowanego,
- asfalt wyekstrahowany z warstwy mieszanki SMA zawierającej wapno hydratyzowane ma właściwości zbliżone do asfaltu modyfikowanego (PMB 45/80-60), o podobnym stopniu modyfikacji polimerem SBS. Pomimo okresu eksploatacji wynoszącego 12 lat nie nastąpiła w nim degradacja polimeru, jak w przypadku asfaltu po procesie symulowanego starzenia (PMB 45/80-60RTFOT).

Literatura / References

1. D. Lesueur, J. Petit, H. Ritter, The mechanisms of hydrated lime modification of asphalt mixtures: a state-of-the-art review, *Road Materials and Pavement Design*, **14**, 1, 1-16, (2015).
doi.org/10.1080/14680629.1012.743669
2. E. Love, *Pavements and roads; their construction and maintenance*, New York: Engineering Building Record, 1980.
3. D. Lesueur, Hydrated lime: A proven additive for durable asphalt pavements – Critical literature review, Brussels: European Lime Association (EuLA) 2010, Retrieved from <http://www.eula.eu>
4. R. G. Hicks, NCHRP synthesis of highway practice 175: Moisture Damage in Asphalt Concrete, Washington, DC: Transportation Research Board, 1991.
5. R. G. Hicks, T. V. Scholz, Life cycle costs for lime in hot mix asphalt, Vol. 3, Arlington 2003. VA: National Lime Association. Retrieved from http://www.lime.org/LCCA/LCCA_Vol_I.pdf, http://www.lime.org/LCCA/LCCA_Vol_II.pdf, http://www.lime.org/LCCA/LCCA_Vol_III.pdf.
6. A. Verhasselt, D. Puiatti, Effect of hydrated lime on ageing behaviour of bituminous mastics, vol. 1, paper 108, p. 746-756, Proc. 3rd Euroasphalt and Eurobitume Congress, Vienna 2004.
7. S. C. Huang, Impact of lime modification of asphalt and freeze-thaw cycling on the asphalt-aggregate interaction and moisture resistance to moisture damage, *J. Materials in Civil Engineering*, **6**, 17, 711-718 (2005).
8. J. Judycki, P. Jaskuła, Badania odporności betonu asfaltowego zawierającego wapno hydratyzowane na działanie wody i mrozu. V Międzynarodowa Konferencja Trwałe i Bezpieczne Nawierzchnie Drogowe, s. 111 – 118, 11 – 12 maj, Kielce 1999.
9. F. Luxemburg, Lime hydrate as an additive to improve the adhesion of bitumen to the aggregates. II Międzynarodowa Konferencja Trwałe i Bezpieczne Nawierzchnie Drogowe, p. 296-302, 15-16 May, Kielce 1996.
10. D. N. Little, J. A. Epps, The Benefits of hydrated lime in hot mix asphalt. Arlington 2001, VA: National Lime Association. Retrieved from <http://www.lime.org/ABenefit.pdf>
11. M. Iwański, G. Mazurek, „Hydrated lime as the anti-aging bitumen agent”. *Modern Building Materials, Structures and Technology, Procedia Engineering*, **57**, 424-432 (2013).
12. M. Iwański, G. Mazurek, „Wpływ wapna hydratyzowanego na właściwości reologiczne lepiszcza odzyskanego z asfaltowej mieszanki mastykowo-grysowej”, *Cement Wapno Beton*, **81**, 376-383 (2014).
13. D. N. Little, J. C. Petersen, „Unique effects of hydrated lime filler on the

distribution with respect to bitumen modified with fatty amine. This will have a positive effect on the increase in bitumen stiffness without changing its sensitivity to the loading time [relaxation]. As for the bitumen collected from the wheel path, the position of the intersection point is slightly different [Fig. 9].

The intersection point of the bitumen with fatty amines is located above that of HL-treated bitumen, which indicates that the distribution of molecular mass is reduced in the case of A-treated bitumen, without an increase in its molecular mass and stiffness. This is confirmed by the susceptibility of such bitumen to creep-induced plastic deformation and its higher sensitivity to loading time. Analysis of the “cross-point” shows that the sampling location is important for the bitumen ageing rate and has an influence on changes in its molecular mass changes and distribution.

4. Conclusions

Analysis of rheological properties using the 2S2P1D model allows a comprehensive evaluation of changes occurring in bitumen during the ageing process. Despite the ongoing work on further calibration of the model, particularly for highly modified bitumen, it is a valuable tool for describing their rheology. The following conclusions were drawn on the basis of the experimental results:

- fatty amine and hydrated lime are acting as bitumen ageing inhibitors,
- the addition of fatty amine, despite the reduction in bitumen ageing, is strengthening the viscous nature of the binder, increasing its susceptibility to plastic deformation,
- hydrated lime addition has effectively minimized the ageing process and contributed to increase bitumen compatibility with the polymer,
- bitumen with hydrated lime exhibited an increase in the elastic part over the viscous part, which was positively influencing the level of load-induced permanent deformation. The analysis of the test results presented in the Cole-Cole diagram confirms this relationship,
- SBS polymer-modified bitumen with hydrated lime addition has a lower phase transformation angle value compared with the SBS-modified bitumen with fatty amine for the same level of complex modulus, as confirmed by the analysis shown in the Black chart. This behaviour is effectively decreasing the accumulation of plastic deformation in bituminous mixtures made with a binder modified by hydrated lime, addition,
- the level of zero shear viscosity of modified bitumen with hydrated lime is higher than that of the modified bitumen with fatty amine. As a result, the rate of deformation growth in mixtures with hydrated lime will be significantly lower than in mixtures with modified bitumen with fatty amine,
- bitumen with hydrated lime has the lowest value of the ageing index defined by the δ parameter in the 2S2P1D model,
- bitumen extracted from the of SMA layer containing hydrated lime is retaining the properties similar to those of modified

performance-related properties of asphalt cements: Physical and chemical interactions revisited". *J. Mat. Civil Eng.*, **17**, 207–218 (2005).

14. P. E. Sebaaly, D. N. Little, J. A. Epps, „The benefits of hydrated lime in hot mix asphalt”, Arlington 2006, VA: National Lime Association. Retrieved from <http://www.lime.org/BENEFITSHYDRATEDLIME 2006.pdf>

15. D. Lesueur, J. Petit, H.-J. Ritter, „Increasing the durability of asphalt mixtures by hydrated lime addition: What evidence?. *European Roads Review*, **20**, 48–55 (2012).

16. C. Raynaud, „L'ajout de chaux hydratée dans les enrobés bitumineux. *BTP Matériaux*, **22**, 42–43, (2009).

17. J. L. M. Voskuilen, P.N.W. Verhoef, „Causes of premature ravelling failure in porous asphalt”, *Proceedings of the RILEM Symposium on Performance Testing and Evaluation of Bituminous Materials*, pp.191–197, Bagnex, France: International Union of Laboratories and Experts in Construction Materials, Systems and Structures, 2003.

18. G. D. Airey, M. C. Liao, N. H. Thom, „Fatigue behaviour of bitumen-filler mastics. In: 10th International Conference on Asphalt Pavements, Quebec City 2006.

19. H. Wang, I. Al-Qadi, A. F. Faheem, „Effect of mineral filler characteristics on asphalt mastic and mixture rutting potential, *Transportation Research Record* 2208, 33-39, 2011.

20. J. Gawel, M. Kalabińska, J. Pilat, *Asfalty drogowe*, WKiŁ, Warszawa 2001.

21. EN 12697-1 Bituminous mixtures – Test methods for hot mix asphalt – Part 1 Soluble binder content.

22. EN 13702-2 Asfalty i lepszczka asfaltowe -- Oznaczanie lepkości dynamicznej asfaltów modyfikowanych -- Część 2: Metoda cylindrów współosiowych.

23. J. C. Petersen, R. E. Robertson, J. F. Branham, P. M. Harnsberger, J. J. Duvall, S. S. Kim, D. A. Anderson, D. W. Christiansen, H. U. Bahia, „Binder Characterization and Evaluation” vol. 1. SHRP-A-367. Strategic Highway Research Program, National Research Council, Washington D.C. 1994.

24. F. Olard, H. Di Benedetto, General “2S2PD1” model and relation between the linear viscoelastic behaviour of bituminous binders and mixes, *Road Materials and Pavement* 2003;4:185-225.

25. N. I. M. Yusoff, D. Mounier, M.-S. Ginoux, M. R. Hainin, G. D. Airey, H. Di Benedetto, Modelling the rheological properties of bituminous binders using the 2S2P1D Model, *Constr. Build. Mat.*, **38**, 395–406 (2013).

26. J. Van Rompu, *Etude du Comportement Mécanique des Mastics Bitumineux à L'aide D'un Rhéomètre à Cisaillement Annulaire*, MSc Dissertation, Ecole Nationale des TPE, France 2006.

27. F. Morea, R. Zerbino, J. Agnusdei, Improvements on asphalt mixtures rutting performance characterization by the use of low shear viscosity, *Materials and Structures*, **46**, 267-276 (2013).

28. B. Stefańczyk, P. Miczkowski, „Dodatki, katalizatory i emulgatory w mieszankach mineralno-asfaltowych”, WKiŁ, 2010.

29. V. Mouillet, J. Lamontagne, F. Durrieu, J. P. Planche, L. Lapalu, “Infrared microscopy investigation of oxidation and phase evolution in bitumen modified with polymers”, *Fuel* 87, **7**, 1270–1280 (2008).

30. G. Schramm, “A practical approach to rheology and rheometry”, AK-KKE GmB, Karlsruhe 1994.

bitumen (PMB 45/80-60) at a similar degree of SBS polymer modification. Despite the twelve years exploitation period, no polymer degradation occurred as was the case in bitumen after the simulated ageing process (PMB 45/80-60RTFOT).