

Primljen / Received: 18.12.2018.

Ispravljen / Corrected: 19.3.2019.

Prihvaćen / Accepted: 24.4.2019.

Dostupno online / Available online: 10.8.2019.

# Reološka svojstva bitumena s procesnim uljem kao aditivom

## Autor:

Doc.dr.sc. **Julide Oner**, dipl.ing.grad.

Sveučilište Usak, Turska

Tehnički fakultet

Zavod za građevinarstvo

[julide.oner@usak.edu.tr](mailto:julide.oner@usak.edu.tr)

Prethodno priopćenje

**Julide Oner**

## Reološka svojstva bitumena s procesnim uljem kao aditivom

Smanjenje prirodnih, ograničenih resursa u svijetu potiče ponovnu uporabu otpadnih materijala kao i ostataka industrijske proizvodnje. Upotreba ostataka destilacije sirove nafte kao dodatka bitumenu nije samo izvor jeftinog aditiva, nego ona znači da otpadni materijal može djelovati kao prirodni poticatelj. U radu je provedena ocjena standardnih i reoloških svojstava uzoraka bitumena dobivenih iz dvije rafinerije s različitim udjelom (1 %, 2 % i 3 %) procesnog ulja. Rezultati su pokazali da se procesno ulje može upotrebljavati kao učinkovit i ekološki prihvatljiv izbor u odnosu na komercijalno skupe dodatke koji se koriste tijekom procesa modifikacije.

### Ključne riječi:

naftni ostaci, prirodni poticaj, procesno ulje, reološka karakterizacija, svojstva superpave, parametar kolotruga

Research paper

**Julide Oner**

## Rheological characteristics of bitumens prepared with process oil

Depletion of natural and finite resources has necessitated the worldwide reuse of waste and residue materials from industrial production. Not only does the utilization of crude oil residue with bitumen allow supply of additives at a very low cost, but it also permits the use of waste and residue materials as rejuvenator in nature. The objective of the study is to evaluate conventional and rheological characteristics of original bitumen samples obtained from two different refineries involving different contents (1 %, 2 % and 3 %) of process oil (PO). The results show that PO can be used as an effective and environmentally friendly solution instead of commercially available expensive additives that are used in modification process.

### Key words:

crude oil residue, rejuvenation, process oil, rheological characterization, Superpave performance, rutting parameter

Vorherige Mitteilung

**Julide Oner**

## Rheologische Eigenschaften von Bitumen mit Prozessöl als Additiv

Die Reduzierung der natürlichen, begrenzten Ressourcen auf der Welt fördert die Wiederverwendung von Abfallstoffen sowie von Rückständen der industriellen Produktion. Die Verwendung von Rohödestillationsrückständen als Bitumenzusatz ist nicht nur die Quelle eines billigen Zusatzstoffes, sondern bedeutet auch, dass Abfallmaterial als natürliches Antriebselement wirken kann. Die Arbeit bewertet die Standard- und rheologischen Eigenschaften von Bitumenproben aus zwei Raffinerien mit einem unterschiedlichen Anteil (1 %, 2 % und 3 %) an Prozessöl. Die Ergebnisse haben gezeigt, dass Prozessöl als wirksame und umweltverträgliche Wahl gegenüber kommerziell teuren Additiven verwendet werden kann, die während des Modifizierungsprozesses verwendet werden.

### Schlüsselwörter:

Ölrückstände, natürliches Antriebselement, Prozessöl, rheologische Charakterisierung, Superpava-Eigenschaften, Vorspurparameter

## 1. Uvod

Sirova nafta je složena smjesa ugljikovodika koja se u prirodi pojavljuje u sedimentnim stijenkama kao tekućina smeđe do crne boje. Laka frakcija sirove nafte sadrži plinove i ugljikovodike niske specifične težine, a teška frakcija sadrži širok raspon naftenskih i aromatskih ugljikovodika [1]. Pri niskim temperaturama, teške frakcije se u obliku tekuće uljne mase talože u stijenjkama cijevi odnosno opreme za obradu. Postupak taloženja ima značajnu ekonomsku vrijednost za naftnu industriju [2].

Potrošnja prirodnih resursa jedan je od najvećih problema ovog stoljeća. Ograničene zalihe sirove nafte utječu na povećanje cijene brojnih proizvoda. Cijena bitumena, koji se dobiva iz ostatka destilacije nafte, izravno ovisi o cijeni sirove nafte [3]. Razvoj novih dodataka bitumenu iznimno je važan zbog brzih promjena cijene bitumena kao i ograničene uporabe prirodnih resursa [4].

Ostatak nastaje nakon postupaka hidrokrekiranja, toplinskog krekiranja i katalitičke konverzije [5]. Bitumen je naziv za viskozni naftni destilat koji ostaje nakon atmosferske destilacije sirove nafte. Bitumen služi za povezivanje zrna agregata u asfaltnim mješavinama, koje su u literaturi još poznate kao bitumenska mješavina, asfaltni beton ili bitumenski beton [6, 7].

Bitumen, koji sadrži zasićene ugljikovodike, aromatske ugljikovodike, smole i asfaltene, jest koloidni sustav u kojem su asfaltni dispergirani u matrici maltena [3]. Kemijski sastav bitumena izravno ovisi o izvoru i vrsti sirove nafte, kao i o procesu proizvodnje. Stoga su i svojstva bitumena izravno povezana s uvjetima njegove proizvodnje. Jedna od najšire primjenjivanih općih metoda za prevladavanje ovog gorućeg problema jest fizička ili kemijska modifikacija bitumena različitim aditivima [8]. Povećanjem obujma prometa i osovinskih opterećenja, kao i zahtjeva za unapređenjem sigurnosti putovanja, sve se više tražila izgradnja izdržljivih asfaltnih kolnika [9]. Parametri udobnosti i trajnosti koje asfaltni kolnici mogu pružiti tijekom uporabe ovise između ostalog i o svojstvima bitumena koji se koristi u asfaltnim mješavinama [9, 10].

Primjenom aditiva u bitumenu poboljšavaju se svojstva krutosti asfaltnih mješavina pri visokim temperaturama, otpornost na pojavu pukotina pri niskim temperaturama kao i otpornost na djelovanje vode [11-13]. To je potaknulo znanstvenike i inženjere da istraže učinkovite i ekološki prihvatljive aditive za modifikaciju bitumena, primjenom kojih bi se poboljšala svojstva bitumena [12].

Mnogi gospodarski sektori troše velike količine motornog ulja, koje je poznato i pod imenom procesno ulje ili ulje za podmazivanje [14]. Zbog sličnosti molekularnih struktura bitumena i motornog ulja, istraživana je mogućnost njegove primjene kao dodatka bitumenu. Upotreba motornog ulja ima brojne prednosti kao što su ušteda novca i prirodnih resursa, očuvanje prirode, kao i smanjenje onečišćenja okoliša [14, 15].

Procesno ulje definirano je kao specijalno motorno ulje koje se koristi u širokom rasponu kemijskih i tehničkih industrija bilo kao sirovinna komponenta ili kao pomoćno sredstvo u proizvodnji [14, 16]. Procesno ulje se također može koristiti kao dodatak

bitumenu, ali su količine dodanog procesnog ulja, kojima se mogu osigurati zahtijevana svojstva asfaltnih mješavina, općenito male. S druge strane, procesno ulje, koje bi se koristilo kao djelomična zamjena bitumena imalo bi veću komercijalnu vrijednost za asfaltnu industriju [14, 16].

U SAD-u i Kanadi se procesno ulje upotrebljava kao dodatak bitumenu zbog niske cijene i dostupnosti [17]. Neki autori naglašavaju prednosti upotrebe procesnih ulja, strojnih ulja i motornih ulja kao dodataka ili modifikatora [18]. Uporebljavaju se za smanjenje vrijednosti točke razmekšanja i viskoznosti, kao i za povećanje vrijednosti penetracije. Međutim, njihova upotreba nema uvijek pozitivan učinak duktilnosti ili otpornosti na trajne deformacije [19]. S obzirom na primjenu komercijalnih polimera koji povećavaju otpornost asfaltnih mješavina na zamor, ublažavaju pojavu temperaturnih pukotina i pojavu udarnih rupa, modifikacija bitumena s proizvodima od procesnog ulja može biti obećavajuće, ekološki prihvatljivo i ekonomično rješenje [17].

Posljednjih godina proveden je veći broj istraživanja bitumena modificiranog s motornim uljem, procesnim uljem i raznim otpadnim uljima. Lei i sur. (2017.) utvrdili su da upotreba mazivog ulja može omekšati bitumen sniženjem točke razmekšanja i povećanjem vrijednosti penetracije [15]. U istraživanju Fernandes i sur. (2018.) postignute su visoke vrijednosti svojstava bitumena pri visokoj temperaturi i niske vrijednosti za nepovratnu popustljivost pri puzanju korištenjem velikih količina otpadnih materijala [17]. Liu i sur. (2018.) utvrdili su da uporaba otpadnog procesnog ulja smanjuje otpornost na pojavu kolotruga, ali povećava otpornost asfaltnih kolnika na zamor [20]. Qurashi i Swamy (2018.) pripremili su nekoliko asfaltnih mješavina s različitim postotkom procesnog ulja. Zaključili su da procesno ulje može djelovati kao poticatelj, a istovremeno pridonosi elastičnosti i fleksibilnosti bitumena [21]. Shafiq i sur. (2018.) izvijestili su da nizak udio procesnog ulja uzrokuje znatno smanjenje koeficijenta plinopropusnosti i poroznosti svih ispitanih mješavina [18].

Glavni je cilj ovog rada procijeniti učinke različitih udjela (1 %, 2 % i 3 %) procesnog ulja (PU) u uzorcima bitumena dobivenog iz dvije različite rafinerije. S obzirom na preporučene doze i način dodavanja iz prethodnih istraživanja, odabrano je da se bitumenu doda procesno ulje su masenom udjelom od 1 %, 2 % i 3 % [17, 20, 22]. Laboratorijska ispitivanja koja uključuju: standardna ispitivanja bitumena, ispitivanje rotacijske viskoznosti (eng. *rotational viscosity* - RV), ocjenjivanje svojstava superpave (eng. *superpave performance grading* - PG), ispitivanje reometrom s dinamičkim smicanjem (eng. *dynamic shear rheometer* - DSR), ispitivanje nulte smične viskoznosti (eng. *zero shear viscosity* - ZSV) i ispitivanje oporavka nakon puzanja uslijed višestrukog naprezanja (eng. *multiple stress creep recovery* - MSCR) - primjenjena su za istraživanje reoloških svojstava uzoraka bitumena s različitim udjelima PU. Netretirani uzorci i uzorci izloženi starenju bili su podvrgnuti oscilacijskom smicanju na frekvenciji od 1,59 Hz pri različitim temperaturama, počevši od 52 °C za uzorke koji nisu podvrgnuti starenju i 64 °C za uzorke

koji su bili podvrgnuti starenju, uz povećanje temperature u inkrementima od 6 °C kako bi se odredila gornja temperaturna granica koja se primjenjuje pri klasifikaciji ponašanja (PG) prema superpave sustavu. Provedena su i ispitivanja nulte smične viskoznosti (ZSV) i oporavka nakon puzanja uslijed višestrukog naprezanja (MSCRT). Osim toga, provedena su i oscilacijska ispitivanja kako bi se procijenili parametri kolotruga na niskim (0,01 Hz) i visokim (10 Hz) frekvencijama na pet različitim temperatura pomoću reometra s dinamičkim smicanjem (DSR). Nadalje, cilj je pronaći alternativni i ekološki prihvatljiv modifikator bitumena koji bi zamjenio dodatke na osnovi polimera, a koji može ispuniti sve zahtjeve glede modifikacije bitumena. Provedenim ispitivanjima trebalo je utvrditi može li se PU upotrebljavati kao alternativa komercijalno dostupnim aditivima za modifikaciju bitumena.

## 2. Materijali i priprema uzoraka

U ovom su istraživanju dva uzorka bitumena iz različitih rafinerija odabrana kao izvorni bitumeni. Izvorni bitumeni (eng. *Original Bitumen* - OB) koji se u Turskoj uobičajeno koriste za izgradnju savitljivih kolnika dobiveni su od Turkish Petroleum Refineries Corporation (TUPRAS®). Službena oznaka za oba izvorna uzorka bitumena je "TÜPRAS® Bitüm 50/70". Uzorci bitumena označeni su kao OB-1 i OB-2. OB-1 je proizveden od sirove nafte iz izvorišta u istočnom dijelu Turske, a OB-2 je proizveden iz mješavine sirove nafte iz različitih izvorišta u zemljama Bliskog istoka.

Dodatak korišten u ovom istraživanju je procesno ulje (PU), dobiveno kao nusproizvod tijekom destilacije sirove nafte. Procesno ulje, komercijalni proizvod čiji je dobavljač TUPRAS®, naširoko se koristi u kemijskoj i tehničkoj industriji, bilo kao sirovina, bilo kao komponenta materijala ili kao pomoćno sredstvo pri proizvodnji kočione tekućine, boje, maziva, premaza, plastike otporne na hladnoću, lijekova, najlona itd. Glavni cilj ovog istraživanja jest procijeniti učinke 1 %, 2 % i 3 % dodanog procesnog ulja u dvije različite vrste uzoraka izvornog bitumena. Glavna tehnička svojstva procesnog ulja prikazana su u tablici 1. Uzorci bitumena u osnovi su pripremljeni prema Turskim specifikacijama za izgradnju autocesta. Za određivanje proizvodne temperature i vremena miješanja bitumena koji sadrže različite

Tablica 1. Tehnička svojstva procesnog ulja

| Svojstva                                | Specifikacija           | Rezultati      |
|---|-------------------------|----------------|
| Gustoća na 15,6 °C [kg/m <sup>3</sup> ] | ASTM D1298 - ASTM D4052 | 849,4 - 1013,7 |
| Viskoznost na 100 °C [cst]              | ASTM D445               | 13,5           |
| Sumpor [mas. %]                         | ASTM D129               | 0,5            |
| Anilinska točka [°C]                    | ASTM D611               | 35             |
| Boja [% 10 razrijeđena]                 | ASTM D1500              | 4,5            |
| Plamište [°C]                           | ASTM D92                | 240            |
| Voda [mas. %]                           | ASTM D95                | 0,1            |
| Temperatura stinjanja [°C]              | ASTM D97- ASTM D5950    | 12             |

udjele PU korišten je rotacijski viskozimetar. Odgovarajuća je količina uzoraka izvornog bitumena (250 g) u gradiranoj posudi od 250 ml zagrijana u peći do 120 °C, a zatim stavljena u laboratorijsku miješalicu (800 okr./min). Različite količine PU postupno su dodavane izvornom bitumenu, a miješanje je započelo na 140 °C. Temperatura je održavana konstantnom, a viskoznost je određivana pomoću rotacijskog viskozimetra svakih pet minuta. Viskoznosti su procijenjene za pet različitih razdoblja miješanja (5, 10, 15, 20 i 25 minuta), ali za navedene uvjete miješanja nije postignuta konstantna vrijednost viskoznosti. Zbog toga je isti postupak ponovljen na novim uzorcima pri konstantnoj vrijednosti proizvodne temperature od 150 °C. Pri temperaturi od 150 °C vrijednosti viskoznosti uzorka poprimile su konstantnu vrijednost nakon 20 minuta miješanja. Konačno je utvrđeno da optimalne vrijednosti proizvodne temperature u vrijeme dodavanja PU u izvorne uzorke bitumena iznose 150 °C i 20 minuta. Opisi oznaka uzoraka prikazani su u tablici 2.

Tablica 2. Opisi oznaka uzoraka

| Terminologija                         | Kratice       |
|---------------------------------------|---------------|
| Izvorni bitumen-1                     | OB-1          |
| Izvorni bitumen-1 + 1 % procesno ulje | OB-1 + 1 % PO |
| Izvorni bitumen-1 + 2 % procesno ulje | OB-1 + 2 % PO |
| Izvorni bitumen-1 + 3 % procesno ulje | OB-1 + 3 % PO |
| Izvorni bitumen-2                     | OB-2          |
| Izvorni bitumen-2 + 1 % procesno ulje | OB-2 + 1 % PO |
| Izvorni bitumen-2 + 2 % procesno ulje | OB-2 + 2 % PO |
| Izvorni bitumen-2 + 3 % procesno ulje | OB-2 + 3 % PO |

## 3. Eksperimentalne metode

### 3.1. Standardna ispitivanja bitumena

Dva različita izvorna uzorka bitumena i uzorci bitumena koji sadrže 1 %, 2 % i 3 % procesnog ulja (PU) prvotno su bila podvrgnuta ispitivanju penetracije, točke razmekšanja, otvrdnjavanja u tankom filmu s vertikalnom vrtnjom (RTFOT), te ispitivanju penetracije i točke razmekšavanja nakon RTFOT ispitivanja (ASTM D5-06, ASTM D36-06, ASTM D2872-12) [23, 24, 25]. Osjetljivost uzoraka bitumena na temperaturu ocijenjena je indeksom penetracije (PI) na osnovi rezultata dobivenih ispitivanjem penetracije i točke razmekšanja.

### 3.2. Ispitivanja rotacijske viskoznosti

Mjerenje viskoznosti provedeno je rotacijskim viskozimetrom u skladu s normom ASTM D4402-06 [26]. Ovim ispitivanjem određena su svojstva

fluidnosti u odnosu na obradivost bitumenskih mješavina. Rotacijska se viskoznost određuje mjerenjem zakretnog momenta potrebnog za održavanje konstantne brzine rotiranja cilindričnog vretena uronjenog u bitumen, pri konstantnoj temperaturi [19, 27, 28].

U ovom istraživanju provedena su ispitivanja rotacijske viskoznosti uzoraka bitumena u temperaturnom području od 135 °C i 165 °C. Korišten je Brookfieldov viskozimetar DV-II Pro EXTRA pri konstantnoj brzini vrtnje od 20 okr./min i pri zakretnom momentu od 45 %. Temperature koje odgovaraju viskoznostima bitumena  $170 \pm 20$  mPa·s i  $280 \pm 30$  mPa·s odabrane su kao temperature miješanja odnosno zbijanja [27].

### 3.3. Reološka ispitivanja

Ovaj dio istraživanja obuhvaća postupke reoloških ispitivanja na izvornim uzorcima bitumena dobivenih iz dvije različite rafinerije s različitim udjelima (1 %, 2 % i 3 %) PU. Reološka ispitivanja provedena su u tri grupe: ispitivanje reometrom s dinamičkim smicanjem (DSR), ispitivanje nulte smične viskoznosti (ZSV), ispitivanje oporavka nakon puzanja uslijed višestrukog naprezanja (MSCRT). Ispitivanja svojstava provedena su na osam različitih uzoraka bitumena pomoću DSR-a kako bi se procijenila gornja temperaturna granica. Izvorni uzorci bitumena i uzorci koji sadrže različite udjele PU izloženi su smicanju u DSR-a pri frekvenciji od 10 rad/s (1,59 Hz). Temperaturni ciklusi su postavljeni tako da početna temperatura iznosi 52 °C za uzorke koji nisu bili izloženi starenju, odnosno 64 °C za uzorke na kojima je simulirano starenje RTFOT metodom, uz povećanje temperature u inkrementima od 6 °C.

Unatoč činjenici da superpave specifikacije provode ispitivanja na jednoj frekvenciji, ispitivanje se može ponoviti za određeni raspon frekvencije. Takav način ispitivanja naziva se "Ispitivanje promjenom frekvencije" (*frequency sweep test*). Ispitivanjem promjenom frekvencije dobiveni su sljedeći parametri: kompleksni posmični modul, viskozni modul (modul gubitka), modul elastičnosti (modul akumulacije) i fazni kut [16]. Rad reometra s dinamičkim smicanjem tijekom ispitivanja promjenom frekvencije je prilično jednostavan. Oscilirajuća ploča se pomiče iz središnjeg položaja u krajnje lijevi i nakon toga u krajnje desni položaj te se vraća u središnji položaj. To kretanje čini jedan oscilacijski ciklus i ponavlja se određeni broj ciklusa. Broj oscilacijskih ciklusa u jednoj sekundi čini frekvenciju opterećenja [16]. U ovom su istraživanju posmična naprezanja primijenjena na uzorku na različitim frekvencijama (10 Hz i 0,01 Hz) u rasponu temperatura od 40 °C do 80 °C (s povećanjem po 10 °C). Parametar otpornosti na pojavu kolotruga ( $G^*/\sin\delta$ ) dobiven je kao rezultat ispitivanja. Rezultati ispitivanja pokazuju promjenu parametara kolotruga pri različitim frekvencijama i na različitim temperaturama.

Nulta smična viskoznost (ZSV) definira se kao vrijednost viskoznosti pri brzini smicanja koja se približava nuli. Ovaj parametar se može koristiti kao mjera otpornosti bitumena na pojavu kolotruga, budući da neki istraživači navode da parametar

$G^*/\sin\delta$  nije dobar pokazatelj otpornosti na pojavu kolotruga [19, 28]. U ZSV ispitivanju korišteni su uzorci kratko izloženi starenju u skladu sa CEN/TS 15325 [29]. Nulta smična viskoznost uzoraka predviđena je ispitivanjem puzanja pri temperaturi od 60 °C. Ispitivanje puzanja provedeno je upotrebom paralelnih ploča promjera 25 mm na međusobnom razmaku od 1 mm. Tijekom ispitivanja uzoraka bitumena razina je naprezanja iznosila 10 Pa, a ispitivanje puzanja trajalo je 30 minuta. Tijekom revizije postupaka ispitivanja bitumena uvedeno je ispitivanje oporavka nakon puzanja uslijed višestrukog naprezanja (MSCRT) [30]. MSCRT ispitivanje je provedeno u skladu s ASTM D7405-08 upotrebom reometra s dinamičkim smicanjem pri dvije razine naprezanja 0,1 i 3,2 kPa, na uzorku promjera 25 mm, koji je prethodno bi podvrgnut starenju RTFOT metodom, uz razmak između pločica od 1 mm i pri temperaturi od 60 °C [31]. Na svakoj razini naprezanja primijenjeno je 10 ciklusa, a svaki ciklus se sastojao od jedne sekunde puzanja i devet sekundi vremena oporavka. Na kraju ispitivanja određen je udio povratnih i nepovratnih komponenti puzanja.

## 4. Rezultati i rasprava

### 4.1. Rezultati standardnog ispitivanja bitumena

Nakon pripreme uzoraka bitumena provedena su standardna ispitivanja bitumena na svakom od uzoraka koji su prikazani u tablici 3.

Standardna svojstva bitumena pripremljenog s različitim udjelom procesnog ulja prikazana su u tablici 3. Iz tablice se vidi da se povećanjem udjela PU povećava vrijednost penetracija i smanjuje vrijednost točke razmekšanja. Konzistencija uzoraka bitumena određena je testom penetracije. Vrijednost penetracije obrnuto je proporcionalna viskoznosti te se s porastom vrijednosti penetracije bitumen razmekšava. Usporedbom vrijednosti penetracije izvornih uzoraka bitumena i uzoraka bitumena koji sadrže tri različita udjela PU, uočeno je da se konzistencija smanjuje s povećanjem udjela PU. Bitumeni proizvedeni od sirove nafte iz različitih izvorišta (OB-2) pokazuju različite razine osjetljivosti na temperaturu.

Najjednostavnija metoda za mjerenje osjetljivosti na temperaturu je ispitivanje točke razmekšanja. Kako je prikazano u tablici 3, kada se uzmu u obzir vrijednosti točke razmekšanja nakon procesa starenja tada se količina isparljivih tvari u strukturama uzoraka bitumena tijekom starenja smanjila, a povećala se količina asfaltena. U skladu s tim, zbog povećanja brzine kristalizacije, uzorci bitumena postali su tvrdi, a vrijednosti točke razmekšanja povećane su u odnosu na vrijednosti prije procesa starenja.

Temperaturna osjetljivost uzoraka bitumena izražena je indeksom penetracije (PI), a za njegov izračun primijenjeni su rezultati dobiveni ispitivanjem penetracije i točke razmekšanja. Temperaturna osjetljivost definira se kao brzina kojom se mijenja konzistencija bitumena s promjenom temperature. Povećanje indeksa penetracije pokazuje da je osjetljivost

uzoraka bitumena na temperaturu znatno smanjena. Rezultati eksperimentalnog istraživanja pokazali su da uzorci OB-1 i OB-1 koji sadrže tri različita udjela PU imaju nisku temperaturnu osjetljivost i otporniji su na stvaranje kolotruga u usporedbi s OB-2 i OB-2 s tri različita udjela PU. Između uzoraka OB-2 i OB-2 koji sadrže različite udjele PU vidljivo je da uzorci koji sadrže PU pokazuju nižu osjetljivost na temperaturu u odnosu na izvorni bitumen OB-2.

Svi uzorci bitumena koji sadrže različite udjele PU navedene u tablici 3 imaju niže vrijednosti viskoznosti na 135 °C i 165 °C u usporedbi s izvornim uzorcima bitumena. Korištenje PU aditiva u izvornim uzorcima bitumena pokazuje pozitivne učinke na smanjenje vrijednosti viskoznosti pri 135 °C i 165 °C za sve tri koncentracije PU. Ako usporedimo uzorke bitumena koji sadrže PU, najniža vrijednost viskoznosti postignuta je za OB-2 + 3 % PU. Prema tome, rezultati standardnih ispitivanja bitumena

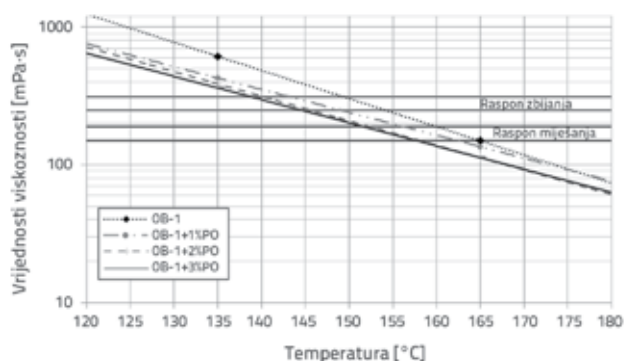
pokazuju da se dodavanjem PU u OB-2 bitumen povećava otpornost na pojavu trajnih deformacija.

#### 4.2. Rezultati ispitivanja rotacijskim viskozimetrom

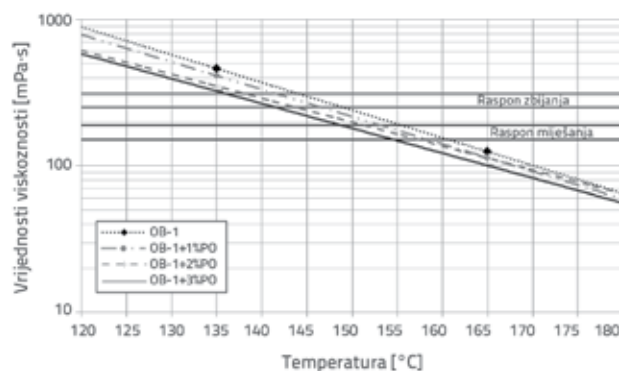
Vrijednosti viskoznosti uzoraka bitumena s procesnim uljem dobivene ispitivanjem rotacijskim viskozimetrom također su prikazane u tablici 3. Koeficijent varijacije (koji se izračunava kao omjer standardne devijacije prema srednjoj vrijednosti) povezan s ispitivanjima bitumena, kao što je Brookfieldova viskoznost na 135 °C i 165 °C, varira između 0,15 % i 0,52 % što upućuje na prihvatljivu ujednačenost. Kao što je vidljivo iz tablice 3, primjena dodatka PU u izvornim uzorcima bitumena rezultira smanjenjem viskoznosti na 135 °C i 165 °C za sve koncentracije PU. Najniža vrijednost viskoznosti na 135 °C i 165 °C postignuta je za OB-2 s 3 % PU. Dobiveni rezultati

Tablica 3. Standardna svojstva uzoraka bitumena

| Ispitivanje  | Specifikacija  | OB-1  | OB-1 + 1 % PO | OB-1 + 2 % PO | OB-1 + 3 % PO | OB-2  | OB-2 + 1 % PO | OB-2 + 2 % PO | OB-2 + 3 % PO |
|--|----------------|-------|---------------|---------------|---------------|-------|---------------|---------------|---------------|
| Penetracija (25 °C; 100 g; 5 s), 0,1 mm  | ASTM D5-06     | 50    | 56            | 72            | 75            | 48    | 68            | 76            | 88            |
| Točka razmekšavanja [°C]   | ASTM D 36-06   | 54    | 52            | 48,4          | 47            | 49,7  | 51            | 46,8          | 44,6          |
| Indeks penetracije [PI]  |                | -0,25 | -0,45         | -0,73         | -1,02         | -1,37 | -1,02         | -1,04         | -1,30         |
| Viskoznost na 135 °C [Pa·s]  | ASTM D 4402-06 | 0,613 | 0,425         | 0,388         | 0,363         | 0,463 | 0,413         | 0,350         | 0,325         |
| Viskoznost na 165 °C [Pa·s]  | ASTM D 4402-06 | 0,150 | 0,135         | 0,113         | 0,113         | 0,125 | 0,113         | 0,113         | 0,100         |
| <b>Ispitivanje otpornosti na otvrdnjavanje djelovanjem topline i zraka (RTFOT), prema ASTM D 2872-12</b> |                |       |               |               |               |       |               |               |               |
| Promjena mase nakon RTFOT [%]  |                | 0,07  | 0,15          | 0,15          | 0,16          | 0,07  | 0,16          | 0,16          | 0,17          |
| Zadržana penetracija nakon RTFOT   |                | 62    | 58,93         | 75            | 69,33         | 58    | 82,4          | 85,53         | 72,27         |
| Povećana točka razmekšanja nakon RTFOT   |                | 8,8   | 7,9           | 6,6           | 6,3           | 4,7   | 4,8           | 5             | 3,7           |



Slika 1. Rasponi miješanja i zbijanja OB-1 i za OB-1 koji sadrži PU aditiv



Slika 2. Rasponi miješanja i zbijanja OB-2 i za OB-2 koji sadrži PU aditiv

Tablica 4. Temperature miješanja i zbijanja

|                            | Bitumen \ Udio PU [%] | 0       | 1       | 2       | 3       |
|----------------------------|-----------------------|---------|---------|---------|---------|
| Temperature miješanja [°C] | OB-1                  | 160-165 | 155-163 | 152-157 | 152-157 |
| Temperature zbijanja [°C]  |                       | 150-154 | 143-147 | 140-145 | 139-145 |
| Temperature miješanja [°C] | OB-2                  | 156-161 | 153-157 | 151-156 | 148-154 |
| Temperature zbijanja [°C]  |                       | 144-149 | 142-146 | 137-143 | 135-141 |

pokazuju da primjena PU u bitumenu povećava obradivost te omogućava smanjenje temperatura miješanja i zbijanja.

Temperature miješanja i zbijanja asfaltnih mješavina određene su na osnovi vrijednosti viskoznosti prema metodi Asphalt Institute. Vrijednosti viskoznosti za svaki uzorak na 135 °C i 165 °C ucrtane su na grafikon koji prikazuje logaritamsku ovisnost viskoznosti o temperaturi. Za sve uzorke, temperature miješanja i zbijanja prikazane su na slici 1 i na slici 2. Vrijednosti viskoznosti od  $0,17 \pm 0,02$  Pa·s i  $0,28 \pm 0,03$  Pa·s postavljene su kao prihvatljivi rasponi viskoznosti prilikom miješanja odnosno zbijanja uzoraka. Rasponi temperatura miješanja i zbijanja za sve uzorke, uključujući izvorne uzorke bitumena i uzorke bitumena koji sadrže različite udjele PU aditiva, prikazani su u tablici 4.

Kao što se može vidjeti u tablici 4., upotreba PU aditiva u dva tipa izvornih uzoraka bitumena zasigurno smanjuje temperature miješanja i zbijanja mješavina. Očigledno je da dodavanje 1 %, 2 % i 3 % PU aditiva snižava temperaturu miješanja za 4 °C, 7 °C odnosno 8 °C, a temperaturu zbijanja za 5 °C, 8 °C i 10 °C.

### 4.3. Rezultati reoloških ispitivanja

#### 4.3.1. Ocjena svojstava superpave

Ispitivanje u svrhu ocjenjivanja svojstava superpave provedeno je na osam različitih uzoraka bitumena pomoću reometra s dinamičkim smicanjem (DSR) za procjenu gornje temperaturne granice. Koeficijent varijacije (koji se izračunava kao omjer standardne devijacije prema srednjoj vrijednosti) u odnosu na reološka ispitivanja bitumena varira između 0,78 % i 2,12 %, što upućuje na prihvatljivu ujednačenost. Odstupanja pokazuju da se određeni rezultati reoloških ispitivanja razlikuju u prihvatljivim rasponima. U specifikaciji sustava ocjenjivanja svojstava superpave,  $G^*/\sin\delta$  mora biti najmanje 1 kPa za uzorak bitumena koji nije bio izložen starenju i 2,2 kPa za uzorke na kojima je simulirano starenje RTFO metodom [16, 19, 28]. Klasa ponašanja (eng. *Performance grade* - PG) uzoraka bitumena s obzirom na ponašanje pri visokim temperaturama prikazana je u tablici 5.

Iz tablice 5. se vidi da dodatak od 2 % i 3 % PU uzorku bitumena OB-1 povećava gornju temperaturnu granicu od 70 °C do 76 °C.

Viša vrijednost gornje temperaturne granice pokazatelj je veće otpornosti na pojavu kolotruga [15, 16]. Međutim, dodavanje 1 % i 2 % PU uzorku bitumena OB-2 nema nikakav utjecaj na vrijednosti gornje temperaturne granice. Budući da za uzorke OB-2 + 3 % PU koji nisu bili izloženi starenju i uzorke izložene starenju RTFOT metodom nije dobivena ista vrijednost gornje temperaturne granice, radi sigurnosti odabrana je referentna kao niža vrijednost gornje temperaturne granice (52 °C). Ovi rezultati su posljedica činjenice da OB-2 + 3 % PU uzorak uslijed izloženosti procesu starenja više otvrdnjava i oksidira u odnosu na ostale uzorke bitumena.

#### 4.3.2. Ispitivanje promjenom frekvencije

Uzorcima bitumena ispitivani su u reometru s dinamičkim smicanjem kako bi se procijenio parametar kolotruga ( $G^*/\sin\delta$ ) na pet različitih temperatura u rasponu od 40 °C do 80 °C s porastom od po 10 °C pri niskim i visokim frekvencijama. Vrijednosti parametra  $G^*/\sin\delta$  na frekvencijama od 0,01 Hz i 10 Hz prikazani su na slikama 3. i 4.

Kao što se vidi na tim slikama, vrijednosti parametra  $G^*/\sin\delta$ , za sve uzorke bitumena, rastu s padom temperature i na niskim i na visokim frekvencijama. Visoka vrijednost parametra  $G^*/\sin\delta$  pokazuje veću otpornost na pojavu kolotruga. S druge strane, vrijednosti parametra  $G^*/\sin\delta$  rastu s povećanjem frekvencije za sve uzorke bitumena zbog njihovog reološkog ponašanja. Uzorcima bitumena pokazuju elastično ponašanje pod kraćim vremenom opterećenja (visoka frekvencija).

Na slikama se također uočava da uzorci OB-1 i OB-1 s različitim udjelom PU imaju veće vrijednosti parametra  $G^*/\sin\delta$  u usporedbi s uzorcima OB-2 i OB-2 s udjelima PU od 1 %, 2 % i 3 %, i to na svim temperaturama i na obje frekvencije. Na uzorcima koji sadrže izvorni bitumen OB-1 i različite udjele PU (1 %, 2 % i 3 %), vrijednosti parametra  $G^*/\sin\delta$  rastu s povećanjem udjela PU na svim temperaturama i na obje frekvencije.

Što se tiče uzoraka koji sadrže izvorni bitumen OB-2 i različite udjele PU (1 %, 2 % i 3 %), vrijednost parametra  $G^*/\sin\delta$  raste s dodatkom 1 % PU u usporedbi s OB-2 uzorkom na svim temperaturama i na obje frekvencije. To podrazumijeva da jedan posto upotrijebljenog procesnog ulja u OB-2 uzorku povećava opornost izvornog bitumena na pojavu kolotruga. Međutim, isto ne vrijedi za upotrebu 2 % i 3 % PU dodatka

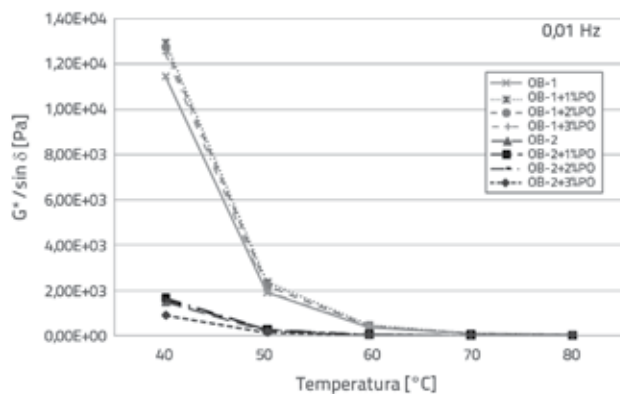
Tablica 5. Ocjena svojstava uzoraka bitumena pri visokim temperaturama

| Uzorak bitumena | Temperatura [°C] | Ispitivanje reometrom<br>s dinamičkim smicanjem - DSR<br>G*/sinδ [Pa] |   | Klasa ponašanja |
|-----------------|------------------|---|---|-----------------|
|                 |                  | Original*   | Uzorci izloženi starenju RTFO metodom** |                 |
| OB-1            | 52               | 1.25E+04  |   | PG70            |
|                 | 58               | 5918  |   |                 |
|                 | 64               | 2820  | 5816                                    |                 |
|                 | <b>70</b>        | <b>1384</b>   | <b>2868</b>                             |                 |
|                 | 76               | 702   | 1462                                    |                 |
| OB-1+ 1 % PO    | 52               | 1.18E+04  |   | PG70            |
|                 | 58               | 5553  |   |                 |
|                 | 64               | 2629  | 6433                                    |                 |
|                 | <b>70</b>        | <b>1295</b>   | <b>3218</b>                             |                 |
|                 | 76               | 666.6   | 1674                                    |                 |
| OB-1+ 2 % PO    | 52               | 1.14E+04  |   | PG76            |
|                 | 58               | 6385  |   |                 |
|                 | 64               | 3551  | 1.02E+04                                |                 |
|                 | 70               | 2245  | 5022                                    |                 |
|                 | <b>76</b>        | <b>1025</b>   | <b>2471</b>                             |                 |
|                 | 82               | 623.8   | 1272                                    |                 |
| OB-1+ 3 % PO    | 52               | 9494  |   | PG76            |
|                 | 58               | 5687  |   |                 |
|                 | 64               | 4441  | 9785                                    |                 |
|                 | 70               | 2160  | 4807                                    |                 |
|                 | <b>76</b>        | <b>1006</b>   | <b>2355</b>                             |                 |
|                 | 82               | 978.6   | 1186                                    |                 |
| OB-2            | 52               | 8047  |   | PG 64           |
|                 | 58               | 3493  |   |                 |
|                 | <b>64</b>        | <b>1592</b>   | <b>3356</b>                             |                 |
|                 | 70               | 779   | 1493                                    |                 |
| OB-2+ 1 % PO    | 52               | 5760  |   | PG 64           |
|                 | 58               | 2498  |   |                 |
|                 | <b>64</b>        | <b>1124</b>   | <b>2202</b>                             |                 |
|                 | 70               | 529.2   | 1021                                    |                 |
| OB-2+ 2 % PO    | 52               | 7306  |   | PG 64           |
|                 | 58               | 3148  |   |                 |
|                 | <b>64</b>        | <b>1379</b>   | <b>2293</b>                             |                 |
|                 | 70               | 634.8   | 1063                                    |                 |
| OB-2+ 3 % PO    | 52               | 4162  |   | PG 58           |
|                 | 58               | 3641  | <b>4466</b>                             |                 |
|                 | <b>64</b>        | <b>1891</b>   | 2003                                    |                 |
|                 | 70               | 877.7   |   |                 |

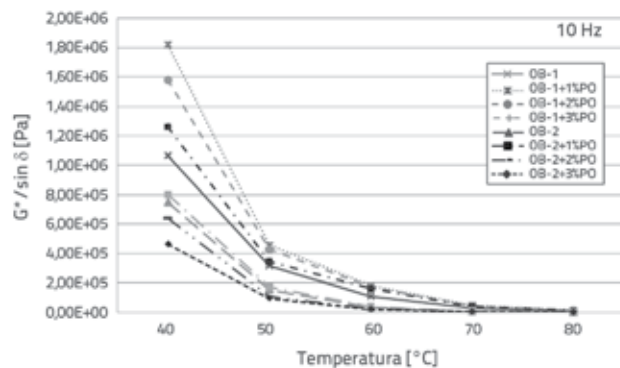
\* - Uzorci koji nisu bili izloženi starenju

\*\* - Uzorci koji su bili izloženi starenju RTFO metodom (otvrdnjavanje u tankom filmu s vertikalnom vrtnjom)

u OB-2 uzorcima bitumena. Upotrebom procesnog ulja u udjelu većem od 1 % u uzorku OB-2 bitumena smanjuje se vrijednost parametra  $G^*/\sin\delta$  na svim temperaturama i na obje frekvencije.



Slika 3.  $G^*/\sin\delta$  vrijednosti uzoraka pri 0,01 Hz



Slika 4.  $G^*/\sin\delta$  vrijednosti uzoraka pri 10 Hz

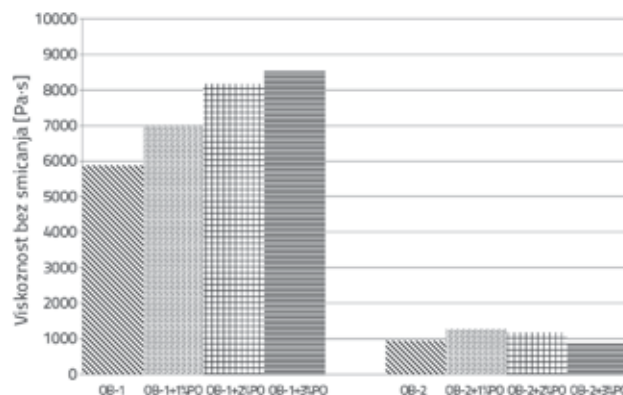
Prema tome, na temelju oscilacijskog ispitivanja jasno je da je upotreba dodatka PU u uzorku bitumena OB-1 rezultirala poboljšanom otpornošću na pojavu kolotruga. Osim toga, dodavanje PU uzorku bitumena OB-1 ima veći učinak u smislu otpornosti na kolotrage u usporedbi s dodavanjem PU uzorku OB-2.

#### 4.3.3. Ispitivanje nulte smične viskoznosti

Vrijednosti nulte smične viskoznosti (ZSV) za sve uzorke bitumena procijenjene su primjenom reometra s dinamičkim smicanjem na 60°C u modu puzanja. Rezultati ZSV ispitivanja za sve uzorke bitumena prikazani su na slici 5.

Kao što je prije navedeno, vrijednost nulte smične viskoznosti može se koristiti kao indikator otpornosti bitumena na pojavu kolotruga. Na slici 5. vidi se da uzorak OB-2 ima nižu vrijednost ZSV u usporedbi s uzorkom OB-1, a razlog može biti činjenica da je bitumen OB-2 proizveden od sirove nafte dobivene miješanjem iz različitih izvorišta. Uzorak OB-1 i uzorci OB-1 koji su sadržavali tri različita udjela PU imali su

višu vrijednost ZSV u usporedbi s OB-2 i OB-2 uzorke s 1 %, 2 % i 3 % PU. Vrijednosti ZSV rastu s povećanjem udjela PU u uzorcima bitumena OB-1. Najviša vrijednost ZSV dobivena je pri koncentraciji PU od 3 % u uzorku bitumena OB-1. 1 % i 2 % PU u OB-2 daju veće vrijednosti ZSV u usporedbi s uzorcima bitumena OB-2. Međutim, dodavanje 3 % PU u OB-2 uzorak smanjuje vrijednosti ZSV. Prema tome, korištenje 3 % PU u uzorcima OB-2 bitumena negativno utječe u pogledu otpornosti na pojavu kolotruga.



Slika 5. Vrijednosti nulte smične viskoznosti (ZSV) za izvorne uzorke bitumena i uzorke koji sadrže udio PU

#### 4.3.4. Ispitivanje oporavka nakon puzanja uslijed višestrukog napreznja

Ispitivanje oporavka nakon puzanja uslijed višestrukog napreznja (MSCRT) provedeno je pomoću reometra s dinamičkim smicanjem u modu puzanja na osam različitih uzoraka bitumena. Vrijednosti postotka oporavka, popustljivost pri puzanju, razlika u popustljivosti pri puzanju između 100 Pa i 3200 Pa te osjetljivosti na napreznje prikazane su u tablici 6.

Iz tablice 6. se vidi da su za sve uzorke bitumena vrijednosti postotka oporavka (eng. *recovery values* - R) pri 3200 Pa manje od vrijednosti postotka oporavka pri 100 Pa. Niži postotak upućuju na to da se uzorci na kraju ciklusa mogu u manjoj mjeri vratiti u prvotno stanje. S druge strane, veće vrijednosti oporavka pokazuju da se uzorci mogu oduprijeti stvaranju kolotruga. Upotreba PU dodatka u uzorku OB-1 bitumena rezultira većim postotkom oporavka u usporedbi s OB-2 i OB-2, koji sadrže različite udjele PU. Povećanjem koncentracije PU u uzorku OB-1, postotak oporavka povećava se pri obje razmatrane vrijednosti napreznja, 100 Pa i 3200 Pa. To znači da je upotreba PU kao dodatka u uzorku bitumena OB-1 povoljna u smislu otpornosti materijala na pojavu trajnih deformacija kao što su kolotrazi. Međutim, dodavanje više od 1 % PU u uzorak bitumena OB-2 smanjuje postotak oporavka. Slična ocjena može se također dati i za vrijednosti popustljivosti pri puzanju ( $J_{nr}$ ). Veće vrijednosti  $J_{nr}$  određuju veću osjetljivost kolnika na pojavu kolotruga. Za uzorke bitumena OB-1 i svim koncentracijama PU, vrijednosti  $J_{nr}$  opadaju s povećanjem udjela procesnog ulja pri uvjetima napreznja od 100 Pa i 3200 Pa.



Tablica 6. Rezultati MSCRT ispitivanja za uzorke bitumena provedenih na različitim razinama napreznja u modu puzanja

| Bitumen       | R pri 100 Pa [%] | R pri 3200 Pa [%] | Jnr pri 100 Pa [1/kPa] | Jnr pri 3200 Pa [1/kPa] | Jnr-diff [%] | Osjetljivost na napreznje |
|---------------|------------------|-------------------|------------------------|-------------------------|--------------|---------------------------|
| OB-1          | 35,030           | 29,862            | 0,211                  | 0,231                   | 9,522        | 0,095                     |
| OB-1 + 1 % PO | 36,744           | 31,109            | 0,210                  | 0,230                   | 10,382       | 0,103                     |
| OB-1 + 2 % PO | 45,367           | 41,452            | 0,179                  | 0,210                   | 17,460       | 0,175                     |
| OB-1 + 3 % PO | 58,544           | 54,874            | 0,138                  | 0,166                   | 21,062       | 0,211                     |
| OB-2          | 5,148            | 2,688             | 1,305                  | 1,404                   | 7,596        | 0,076                     |
| OB-2 + 1 % PO | 8,662            | 6,520             | 0,943                  | 1,094                   | 15,960       | 0,160                     |
| OB-2 + 2 % PO | 4,457            | 0,953             | 2,105                  | 2,290                   | 8,577        | 0,088                     |
| OB-2 + 3 % PO | 3,821            | 0,660             | 3,027                  | 3,340                   | 10,201       | 0,102                     |

Tablica 7. MSCRT klasifikacija ispitanih uzoraka bitumena

| Bitumen       | Ocjena superpave (PG) svojstava | Jnr pri 3200 Pa [1/kPa] | Ocjena PG Plus |
|---------------|---------------------------------|-------------------------|----------------|
| OB-1          | PG 70                           | 0,231                   | PG 64E         |
| OB-1 + 1 % PO | PG 70                           | 0,230                   | PG 64E         |
| OB-1 + 2 % PO | PG 76                           | 0,210                   | PG 64E         |
| OB-1 + 3 % PO | PG 76                           | 0,166                   | PG 64E         |
| OB-2          | PG 64                           | 1,404                   | PG 64H         |
| OB-2 + 1 % PO | PG 64                           | 1,094                   | PG 64H         |
| OB-2 + 2 % PO | PG 64                           | 2,290                   | PG 64S         |
| OB-2 + 3 % PO | PG 58                           | 3,340                   | PG 64S         |

Postotne razlike u popustljivosti pri puzanju (Jnr-diff) i osjetljivosti na napreznja uzoraka također su navedene u tablici 6. Budući da je postotna razlika mjera osjetljivosti uzorka na povećanje razine napreznja, niže vrijednosti su povezane s manje osjetljivim materijalom. Jnr-diff i osjetljivost na napreznje su niske za uzorke OB-2 bitumena, što pokazuje da se uzorak može smatrati manje osjetljivim na napreznje od 3200 Pa u odnosu na ostale ispitane uzorke.

Jnr vrijednosti pri 100 Pa i 3200 Pa mogu se koristiti za određivanje klase ponašanja (PG) uzoraka bitumena. Osim klasifikacije svojstava superpave, Jnr vrijednost pri 3200 Pa može se primijeniti i za klasifikaciju bitumena u skladu s četiri prometna uvjeta, koji uključuju sljedeće oznake: S (standardni: < 4,0 kPa<sup>-1</sup> i standardno prometno opterećenje), H (teški: < 2,0 kPa<sup>-1</sup> ili sporo kretanje u prometu), V (vrlo teški: < 1,0 kPa<sup>-1</sup> ili statičko prometno opterećenje) i E (izrazito teški: < 0,5 kPa<sup>-1</sup> ESALs i statičko prometno opterećenje) [32]. Navedena klasifikacija prema MSCRT (S, H, V i E) uzoraka bitumena s obzirom na temperaturu od 64 °C prikazana je u tablici 7.

Iz tablice 7. se vidi da OB-1 i uzorci koji sadrže 1 %, 2 % i 3 % PU pripadaju skupini E. Slovo E MSCRT klasifikacije podrazumijeva da OB-1 i uzorci koji sadrže 1 %, 2 % i 3 % dodatka PU mogu izdržati deformacije čak i u uvjetima izrazito teškog prometnog opterećenja. Međutim, uzorci OB-2 bitumena koji sadrže više od 1 % dodatka PU pripadaju skupini S. Klasifikacija prema MSCRT-u je još jednom pokazala da su OB-2 + 2 % PU i OB-2 + 3

% PU bitumeni najosjetljiviji uzorci i najmanje otporni na pojavu kolotruga. Kad se svi rezultati ispitivanja vrednuju zajedno, očito je da kemijski sastav PU utječe na rezultate. Osim toga, korištenje visokih udjela PU nije imalo pozitivan utjecaj na svojstva uzorka bitumena proizvedenog iz sirove nafte dobivene mješanjem iz različitih izvorišta u zemljama Bliskog istoka.

## 5. Zaključak

Jedno od najvećih problema ovog stoljeća jest pitanje potrošnje prirodnih resursa. Naglo smanjenje zaliha nafte rezultira poskupljenjem kako proizvodnih postupaka tako i samih proizvoda. Posljedica rasta cijene bitumena i ograničenih prirodnih resursa intenzivirala je potragu za novim modifikatorima. Unatoč činjenici da je u literaturi procijenjeno da se procesno ulje može koristiti kao alternativni dodatak u bitumenu, potrebna su detaljna istraživanja s obzirom na kemijska i reološka svojstva zbog raznolikosti izvorišta i tehnika prerade bitumena. U radu prikazano istraživanje bavi se ispitivanjem reoloških svojstava uzoraka bitumena s različitim udjelima procesnog ulja. Izvorni uzorci bitumena koji se primjenjuju u ovom istraživanju u velikoj se mjeri upotrebljavaju u Turskoj pri izgradnji savitljivih kolničkih konstrukcija.

Standardna ispitivanja bitumena pokazala su da se konzistencija bitumena smanjuje ako se koristi procesno ulje. Uzorci bitumena OB-2 koji sadrže tri različita udjela procesnog ulja manje su

osjetljivi na promjene temperature i otporniji su na pojavu kolotruga u usporedbi s uzorkom OB-1 i uzorcima OB-1 koji sadrže tri različita udjela procesnog ulja. Upotreba procesnog ulja u bitumenu OB-2 povećava otpornost na pojavu kolotruga s obzirom na rezultate standardnih ispitivanja bitumena.

Asfaltna industrija, razvojem različitih metoda i dodataka, pridonjela je značajnom smanjenju vrijednosti temperature na kojima se upotrebljavaju asfaltne mješavine. Upotreba dodatka procesnog ulja u dva tipa izvornih uzoraka bitumena smanjuje temperature miješanja i zbijanja asfaltnih mješavina. Dakle, dodavanje procesnog ulja bitumenu povećava s obradivost i pridonosi relativnom sniženju temperatura miješanja i zbijanja.

Ispitivanjem pri različitim frekvencijama, kod uzorka OB-1 i svim udjelima procesnog ulja, vrijednosti parametra  $G^*/\sin\delta$  rastu s povećanjem udjela PU na svim temperaturama i na obje frekvencije. Međutim, utvrđeno je da je upotreba PU u udjelu većem od 1 % u uzorku bitumena OB-2 rezultirala smanjenjem vrijednosti parametra  $G^*/\sin\delta$  na svim temperaturama i na obje frekvencije.

S obzirom na vrijednosti nulte smične viskoznosti, najveće vrijednosti su postignute pri koncentraciji procesnog ulja od 3 % u uzorku OB-1 bitumena. Međutim, dodavanje 3 % procesnog ulja u uzorak OB-2 rezultiralo je smanjenjem vrijednosti nulte smične viskoznosti. Prema tome, upotreba 3 % procesnog ulja

u uzorcima bitumena OB-2 utječe na smanjenje otpornosti na pojavu kolotruga.

Prema rezultatima ispitivanje oporavka nakon puzanja uslijed višestrukog naprezanja, MSCRT klasifikacija podrazumijeva da OB-1 i uzorci OB-1 koji sadrže 1 %, 2 % i 3 % dodatka procesnog ulja mogu ostati otporni na pojavu kolotruga čak i u uvjetima izrazito teškog prometnog opterećenja. Međutim, uzorci OB-2 bitumena koji sadrže više od 1 % dodatka procesnog ulja prema MSCRT klasifikaciji pripadaju klasi S.

Na osnovi rezultata svih ispitivanja, vrijednosti od 3 % i 1 % mogu se prihvatiti kao optimalni udjeli procesnog ulja u uzorcima bitumena OB-1 odnosno OB-2. Osim toga, upotreba procesnog ulja kao dodatka u OB-1 je učinkovitija jer znatno poboljšava reološka svojstva ovog tipa bitumena. Također se može smatrati da je upotreba procesnog ulja primjenjiva s ekološkoga, ekonomskoga i reološkoga gledišta. Osim toga, treba napomenuti da se učinkovita i ekološki prihvatljiva procesna ulja mogu koristiti kao alternativa komercijalno skupim aditivima za proces modifikacije.

Preporučuje se provedba ispitivanja dugotrajnog postupka starenja, i to u tlačnoj komori za starenje standardiziranom metodom PAV i reometrom sa savitljivom gredicom (BBR), na uzorcima bitumena koji sadrže različite udjele procesnog ulja za procjenu svojstava pri niskim temperaturama.

## LITERATURA

- [1] Redelius, P., Soenen H.: Relation between bitumen chemistry and performance, *Fuel*, 140 (2015), pp. 34-43, <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2014.09.044>
- [2] Ruan, Y., Davison, R., Glover, C.: An investigation of asphalt durability: Relationships between ductility and rheological properties for unmodified asphalts, *Petroleum Science and Technology*, 21 (2003) 1-2, pp. 231-254, <https://doi.org/10.1081/LFT-120016946>
- [3] Bukka, K., Miller, J., Obladt, A.: Fractionation and characterization of Uta, <https://doi.org/10.1021/ef00026a019>.
- [4] Hamzah, M., Golchin, B., Jamshidi, A., Chailleux, E.: Evaluation of Rediset for use in warm-mix asphalt: A review of the literatures, *International Journal of Pavement Engineering*, 16 (2015) 9, pp. 809-831, <https://doi.org/10.1080/10298436.2014.961020>
- [5] Subramanian, M., Deo, M., Hanson, F.: Compositional analysis of bitumen and bitumen-Derived products, *Journal of Chromatographic Science*, 34 (1996), pp. 20-26, <https://doi.org/10.1093/chromsci/34.1.20>
- [6] Zhu, J., Birgisson, B., Kringos, N.: Polymer modification of bitumen: Advances and challenges, *European Polymer Journal*, 54 (2014) 1, pp. 18-38, <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2014.02.005>
- [7] Jeglič, P., Apih, T., Lahajnar, G., Naglič, O., Sever, A., Dolinšek, J.: NMR-melting-curve study of bitumen of different types and origin, *Applied Magnetic Resonance*, 24 (2003) 1, pp. 13-23, <https://doi.org/10.1007/BF03166675>
- [8] Liu, S., Zhou, S., Xu, Y.: Estimating moisture susceptibility of asphalt modified with alumina trihydrate, *GRAĐEVINAR*, 70 (2018) 10, pp. 863-871, <https://doi.org/10.14256/JCE.2257.2017>
- [9] Aflaki, S., Tabatabaee, N.: Proposals for modification of Iranian bitumen to meet the climatic requirements of Iran, *Construction and Building Materials*, 23 (2009), pp. 2141-2150, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2008.12.014>
- [10] Almeida-Costa, A., Benta, A.: Economic and environmental impact study of warm mix asphalt compared to hot mix asphalt, *Journal of Cleaner Production*, 112 (2015), pp. 2308-2317, <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2015.10.077>.
- [11] Das, P., Tasdemir, Y., Birgisson, B.: Low temperature cracking performance of WMA with the use of the Superpave indirect tensile test, *Construction and Building Materials*, 30 (2012), pp. 643-649, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2011.12.013>
- [12] Androjić, I., Kaluđer, G.: Influence of recycled filler on asphalt mix properties, *GRAĐEVINAR*, 69 (2017) 3, pp. 207-214, doi: 10.14256/JCE.1601.2016, <https://doi.org/10.14256/JCE.1601.2016>
- [13] Wang, Y., Zhu, J., Liu, L., Sun, L.: Gradation evaluation of asphalt rubber mixture with warm-mix additive, *Procedia - Social and Behavioral Sciences*, 96 (2013), pp. 31-38, <https://doi.org/10.1016/j.sbspro.2013.08.007>
- [14] Zeng, M., Li, J., Zhu, W., Xia, Y.: Laboratory evaluation on residue in castor oil production as rejuvenator for aged paving asphalt binder, *Construction and Building Materials*, 193 (2018), pp. 276-285, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.10.204>
- [15] Lei, Z., Bahia, H., Yi-qiu, T., Ling, C.: Effects of refined waste and bio-based oil modifiers on rheological properties of asphalt binders, *Construction and Building Materials*, 148 (2017), pp. 504-511, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.05.101>

- [16] Portugal, A., Lucena, L., Lucena, A., Costa, D., Lima, K.: Rheological properties of asphalt binders prepared with maize oil, *Construction and Building Materials*, 152 (2017), pp. 1015-1026, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.07.077>
- [17] Fernandes, A., Silva, H., Oliveira, J.: Developing enhanced modified bitumens with waste engine oil products combined with polymers, *Construction and Building Materials*, 160 (2018), pp. 714-724, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.11.112>
- [18] Shafiq, N., Choo, C., Isa, M.: Effects of used engine oil on slump, compressive strength and oxygen permeability of normal and blended cement concrete, *Construction and Building Materials*, 187 (2018), pp. 178-184, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.07.195>
- [19] Cao, X., Wang, H., Cao, X., Sun, W., Zhu, H., Tang, B.: Investigation of rheological and chemical properties asphalt binder rejuvenated with waste vegetable oil, *Construction and Building Materials*, 180 (2018), pp. 455-463, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.06.001>
- [20] Liu, S., Peng, A., Wu, J., Zhou, S.: Waste engine oil influences on chemical and rheological properties of different asphalt binders, *Construction and Building Materials*, 191 (2018), pp. 1210-1220, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.10.126>
- [21] Qurashi, I., Swamy, A.: Viscoelastic properties of recycled asphalt binder containing waste engine oil, *Journal of Cleaner Production*, 182 (2018), 1 May 2018, pp. 992-1000, <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.01.237>
- [22] Rusbintardjo, G., Hainin, M., Yusoff, N.: Fundamental and rheological properties of oil palm fruit ash modified bitumen, *Construction and Building Materials*, 49 (2013), pp. 702-711, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.08.056>
- [23] ASTM D5-06: (2006). Standard test method for penetration of bituminous materials. West Conshohocken (PA), USA: American Society for Testing and Materials.
- [24] ASTM D36-06: Test method for softening point of bitumen (ring-and-ball apparatus), West Conshohocken (PA), USA: American Society for Testing and Materials, 2006.
- [25] ASTM D2872-12: Standard test method for effect of heat and air on a moving film of asphalt (Rolling Thin-Film Oven Test), West Conshohocken (PA), USA: American Society for Testing and Materials, 2012.
- [26] ASTM D4402-06: Standard test method for viscosity determination of asphalt at elevated temperatures using a rotational viscometer, West Conshohocken (PA), USA: American Society for Testing and Materials, 2002.
- [27] Köfteci, S., Ahmedzade, P., Kultayev, B.: Performance evaluation of bitumen modified by various types of waste plastics, *Construction and Building Materials*, 73 (2014), pp. 592-602.
- [28] Wang, C., Xue, L., Xie, W., You, Z., Yang, X.: Laboratory investigation on chemical and rheological properties of bio- asphalt binders incorporating waste cooking oil, *Construction and Building Materials*, 167 (2018), pp. 348-358.
- [29] CEN TS 15325: Bitumen and bituminous binders: Determination of zero shear viscosity (ZSV) using a shear stress rheometer in creep mode, European Committee for Standardization, 2008.
- [30] Dubois, E., Mehta, D., Nolan, A.: Correlation between multiple stress creep recovery (MSCR) results and polymer modification of binder, *Construction and Building Materials*, 65 (2014), pp. 184-190.
- [31] ASTM D7405-08: Standard test method for multiple stress creep and recovery (MSCR) of asphalt binder using a dynamic shear rheometer, West Conshohocken (PA), USA: American Society for Testing and Materials, 2008.
- [32] Horan, B., Engineer, R.: Multiple Stress Creep Recovery (MSCR) Task Force, Asphalt Institute – Virginia Office, SEAUPG Annual Meeting, Savannah GA, 2011.