

Primljen / Received: 21.9.2021.

Ispravljen / Corrected: 16.12.2020.

Prihvaćen / Accepted: 15.1.2022.

Dostupno online / Available online: 10.3.2022.

# Utjecaj recikliranog PET-a i TEOA-e na svojstva bitumena

## Autori:

Dr.sc. **Ceren Beyza İnce**, dipl.ing.građ.

Sveučilište Inonu, Malatya, Turska

Tehnički fakultet

Odjel za građevinarstvo

[c.bezaince@gmail.com](mailto:c.bezaince@gmail.com)

Autor za korespondenciju

Izv.prof.dr.sc. **Tacettin Geçkil**, dipl.ing.građ.

Sveučilište Inonu, Malatya, Turska

Tehnički fakultet

Odjel za građevinarstvo

[tacettin.geckil@inonu.edu.tr](mailto:tacettin.geckil@inonu.edu.tr)

Prethodno priopćenje

**Ceren Beyza İnce, Tacettin Geçkil**

## Utjecaj recikliranog PET-a i TEOA-e na svojstva bitumena

Ovo istraživanje usmjereno je na upotrebu recikliranog PET-a u modifikaciji bitumena primjenom različitih procesa kako bi se uklonio problem faznog razdvajanja. U tu svrhu, modificirani bitumeni dobili su se dodavanjem kemijskog trietanolamina - TEOA (2,5 % mase) i polietilen tereftalata - PET (2, 4, 6, 8, 10 % mase) čistom bitumenu. Svojstva modificiranih bitumena odredila su se na temelju kemijskih, fizikalnih i reoloških ispitivanja. Rezultati istraživanja pokazali su da bitumen reagira s PET-om i da je 6 % udjela PET-a kritična vrijednost, te da se pri tom udjelu značajno povećava otpornost bitumena na deformacije pri visokim i niskim temperaturama.

### Ključne riječi:

bitumen, reciklirani PET, TEOA, modifikacija, reološko svojstvo, karakterizacija

Research Paper

**Ceren Beyza İnce, Tacettin Geçkil**

## Effects of recycled PET and TEOA on performance characteristics of bitumen

In this study, the recycled PET is used in bitumen modification by applying a different process in order to eliminate the phase separation problem. For this purpose, modified bitumens are obtained by adding the triethanolamine (TEOA) chemical (wt. 2.5 %) and PET (wt. 2, 4, 6, 8, 10 %) to pure bitumen. The properties of modified bitumens are determined by chemical, physical, and rheological tests. According to the test results, bitumen reacts with PET, and 6 % PET ratio is a critical value. At this ratio, the resistance of bitumen to deformations at high and low temperatures increases significantly.

### Key words:

bitumen, recycled PET, TEOA, modification, rheological property, characterization

## 1. Uvod

Rastući broj potrošačkih društava u svim zemljama svijeta uzrokuje povećanje potražnje za jednokratnom plastikom, što rezultira stvaranjem velikih količina plastičnih gomila s kojima treba odgovorno postupati [1, 2]. U proteklom desetljeću povećala se potrošnja plastike za 50 %, a njezina proizvodnja plastike za 500 % u posljednjih trideset godina. Prema dosadašnjim istraživanjima, predviđa se da će 2050. godine globalna proizvodnja plastike doseći 850 milijuna tona godišnje [3]. Budući da se približno 79 % tih plastičnih gomila ne razgrađuje u prirodi, već se ostavlja u okolišu kao otpad, to ima negativan utjecaj na sva živa bića u ekosustavu. Osim toga, činjenica da plastične gomile zauzimaju velik prostor smatra se posebnim nedostatkom tih materijala. Iz tog je razloga od velike važnosti ponovna upotreba tih materijala [1, 2, 4, 5].

Plastika je mješavina raznih materijala i omogućuje različite vrste proizvoda koji se mogu dobiti miješanjem tih materijala u različitim omjerima, a općenito se dijeli u dvije kategorije: u plastomere i duromere [3, 5]. Plastomeri su materijali koji se tope pri zagrijavanju te otvrdnjavaju pri hlađenju. Zbog tih svojstava, plastomeri se mogu iznova zagrijati i ponovno oblikovati. Polietilen tereftalat (PET), polietilen niske gustoće (LDPE), polietilen visoke gustoće (HDPE), polivinil klorid (PVC), polipropilen (PP) i polistiren (PS) jesu plastomeri [3, 6]. Duromeri su materijali koji mijenjaju kemijski sastav pri zagrijavanju i ne mogu se ponovno oblikovati [3, 6, 7]. Fenol, melamin, nezasićeni poliesteri, epoksidi i poliuretani poznati su kao duromeri [3, 6, 7]. Posljednjih godina u modifikaciji bitumena [8-12] opsežno se koristi otpad ili prirodni plastomeri poput polietilena (PE), polietilen tereftalata (PET), polipropilena (PP) i polivinil klorida (PVC). Prednost se daje upotrebi plastike jer je manje osjetljiva na temperaturu te pokazuje stabilnu strukturu u kombinaciji s bitumenom. Međutim, pojava faznog razdvajanja u upotrebi plastike ili polimera pokazala je istraživačima različite procese primjene [11].

U ovom istraživanju ispitana su tehnička svojstva modificiranog bitumena pripremljenog upotrebom trietanolamina (TEOA) s ciljem da se odredi kemijska interakcija između recikliranog PET-a i bitumena.

Otpaci PET-a čine 8 % po težini i 12 % po volumenu količine krutog otpada u svijetu i veći dio lokalnih krutih otpada (MWS) [13, 14]. Taj je materijal polukristalni plastomerni polimer te se smatra poliestrom [15]. Štoviše, stavljen je na popis skupine značajnih

plastičnih materijala u zadnja dva desetljeća zbog svoje kemijske otpornosti i izvanrednih toplinskih svojstava, a uz to je lagan i jeftin te ga se može bojiti. Danas se PET koristi u mnogo područja kao što su boce, vlakna i kutije za pohranu [13, 16].

U istraživanju gdje se PET koristi u modifikaciji bitumena, smanjile su se vrijednosti penetracije, a povećala se vrijednost točke razmekšanja te su se poboljšala reološka svojstva [17-21]. U istraživanju gdje se PET koristio u kolnicima s vrućom asfaltnom mješavinom (HMA) uočeno je da se povećala otpornost na zamor [22, 23], povećao se stupanj stabilnosti [20, 21, 24] te su kolnici bili otporniji na trajne deformacije [14] zbog PET aditiva. Unatoč navedenim prednostima, utvrdilo se da polimerni materijal kao što je PET, koji se koristi u modifikaciji, pokazuje samo fizičku raspodjelu u bitumenu te ne reagira s bitumenom [25, 26]. Uočilo se da je to dalo nepovoljne rezultate u smislu stabilnosti skladištenja modificiranih veziva pod visokim temperaturama. Polimeri u modificiranom bitumenu miješaju se, potonu ili se podižu na površinu mješavine zbog svojih različitih specifičnih težina, a to uzrokuje pogoršanje homogene strukture. Taj rezultat upućuje istraživače u smjeru proizvodnje polimera koji mogu stvoriti kemijsku reakciju s bitumenom (poput reaktivnih polimera) ili u smjeru upotrebe raznih aditiva koji mogu stvoriti kemijsku reakciju između polimera i bitumena [13, 25, 26]. Zato su se u nekim istraživanjima koristile razne kemikalije poput trietilentetramina i etanolamina u modifikaciji bitumena polimerom [27].

Glavni je cilj ovog istraživanja ispitati promjenu svojstava modificiranih bitumena dobivenih kemijskom reakcijom recikliranog PET-a, TEOA-e i bitumena. Ta su svojstva određena koristeći rendgensku difrakciju (XRD), elektronsku mikroskopiju (SEM), Fourierovu transformiranu infracrvenu spektroskopiju (FT-IR), ispitivanjem penetracije, točke razmekšanja, duktilnosti, ispitivanjem rotacijskim viskozimetrom (RV), dinamičkim reometrom za smicanje (DSR) te ispitivanjem savijanja grede reometrom (BBR).

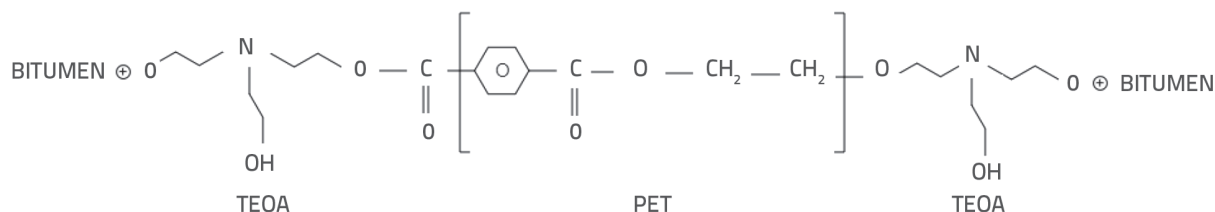
## 2. Materijali i metode

### 2.1. Materijali

U ovom istraživanju za modifikaciju se koristio bitumen B 70/100, reciklirani PET i trietanolamin (TEOA). Tablica 1. prikazuje svojstva čistog bitumena B 70/100.

Tablica 1. Fizikalna svojstva bitumena

Svojstva	Norma	Granične vrijednosti	Rezultat
Penetracija, 0,1 mm	ASTM D5	70 - 100	88
Točka razmekšanja [°C]	ASTM D36	43 - 51	46,75
Duktilnost [cm]	ASTM D113	min. 100	117
Plamište [°C]	ASTM D92	min. 230	238
Specifična težina [gr/cm <sup>3</sup> ]	ASTM D70	1,0 - 1,1	1,038
Indeks penetracije (PI)	-	-	-0,64
Gubitak mase [%]	ASTM D2872	maks. 0,8	0,23



Slika 1. Kemijska reakcija bitumena, TEOA-e i PET-a

Tvrtka Meltem Chemistry Ltd.Šti. nabavila je reciklirani PET koji se koristio kao modifikator. Tablica 2. prikazuje svojstva PET-a. Kemikalija TEOA koristila se kako bi stvorila kemijsku vezu između bitumena i PET-a. Tablica 3. prikazuje svojstva TEOA-a.

Tablica 2. Svojstva PET-a [13]

Svojstva	PET
Specifična težina [ $\text{gr}/\text{cm}^3$ ]	1,33- 1,38
Oblik / boja	zrnat / lagan
Temperatura topljenja [ $^{\circ}\text{C}$ ]	250
Upotreblijiva temperatura [ $^{\circ}\text{C}$ ]	60
Dostupna veličina [mm]	maks. 0,3

Tablica 3. Kemijska svojstva TEOA-e [13]

Svojstva	TEOA
Kemijska formula	$\text{C}_6\text{H}_{15}\text{NO}_3$
Molarna masa [ $\text{g}/\text{mol}$ ]	149,19
Vrelište [ $^{\circ}\text{C}$ ]	335,4
Gustoća [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ]	1,12
Struktura	lužnat

TEOA se veže na strukturu lako kroz svoju amino grupu, dok u isto vrijeme ima vrlo dobru sposobnost solubilizacije zahvaljujući svojim jakim svojstvima otapanja (parametar topljivosti; PET : 18.2, TEOA  $\delta_D$  : 17.3, bitumen  $\delta_D$  : 17.5 - Hansen) [28-30].

Ovo istraživanje pokazuje da se nakon dodavanja TEOA-e i PET-e u bitumensko vezivo stvara kemijski spoj koji se sastoji od tih triju materijala kao što to prikazuje slika 1. Smatra se da ta kemijska interakcija pozitivno utječe na svojstva bitumena modificiranog PET-om.

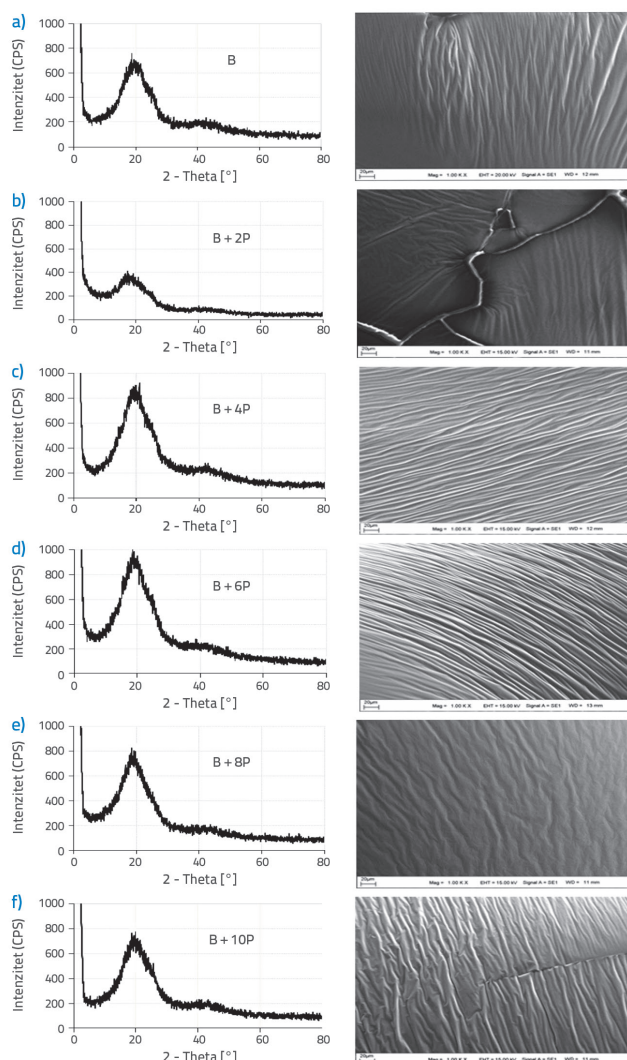
## 2.2. Pripremni uzorci

Modificirani bitumeni pripremljeni su se miješanjem u mikseru ukupno 40 minuta pri temperaturi od  $160^{\circ}\text{C}$ . Dodalo se 2,5 % TEOA-e mase čistom bitumenu te se nastavilo miješati 10 minuta pri rotacijskoj brzini od 500 rpm. Taj se udio TEOA-e odredio ispitivanjem kemijske strukture bitumena, što je bio rezultat preliminarnih istraživanja u laboratoriju. Kad se PET (2 %, 4 %, 6 %, 8 % i 10 % po masi) dodao spoju bitumena i TEOA-e, rotacijska se brzina povećala na 1000 rpm i nastavilo se miješati

sljedećih 30 minuta. U istraživanju čisti se bitumen nazvao B, a modificirani bitumeni nazvani su B+2P, B+4P, B+6P, B+8P i B+10P.

## 2.3. Mikrostrukturna svojstva bitumena

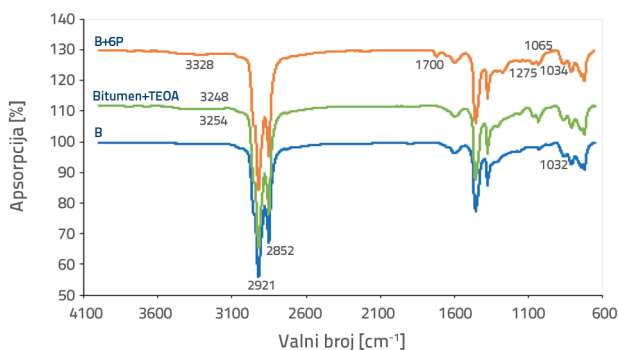
Kako bi se procijenila kemijska i mikrostrukturna svojstva veziva, primijenjeni su XRD, SEM i FT-IR spektroskopija. Slika 2. prikazuje difrakcijske obrasce i SEM snimke veziva, a slika 3. prikazuje FT-IR spektroskopiju.



Slika 2. XRD i SEM analiza rezultata provedenih na vezivima: a) B; b) B+2P; c) B+4P; d) B+6P; e) B+8P; f) B+10P

Pri ispitivanju difrakcijskih obrazaca čistog bitumena koji je prikazan na slici 2., najviša je vrijednost dobivena oko  $2\theta \cong 20^\circ$  te pokazuje karakteristično svojstvo bitumena, a materijal je općenito amorfne makromolekularne strukture. Nadalje, SEM snimke bitumena jednako tako pokazuju da je struktura homogena i jednofazna. Na slici 2. vidi se da postoji značajno smanjenje na vrhuncu intenziteta, iako se tipični vrhunac bitumena oko  $2\theta \cong 20^\circ$  dobio difrakcijskim obrascem s 2 % aditiva PET-a kao veziva. Smatra se da do smanjenja dolazi zbog polukristalne i uvelike amorfne makromolekularne strukture PET-a [31]. Međutim, uočeno je da SEM snimka ovog veziva ima homogena ograničenja koja potvrđuju smanjenje intenziteta na vrhuncu difrakcijskog obrasca. Intenzitet na vrhuncu difrakcijskog obrasca veziva (posebno u slučaju 6 % PET-a) povećao se s povećanjem stope dodavanja aditiva (slika 2.c i 2.f). Može se reći da se najbolje kemijsko međudjelovanje događa pri stopi od 6P % i to zbog visokog vršnog intenziteta PET-a [32] te kad se PET doda mješavini bitumena i TEOA-e.

Kad se ispituje SEM snimka veziva pri istoj stopi, činjenica da je struktura glatka i homogena u usporedbi s drugim udjelima, potvrđuje tu situaciju. Zato se smatra da će veziva modificirana sa 6 % PET-a imati bolja svojstva. Međutim, uočilo se da se vršni intenzitet smanjuje pri udjelu od 8 % i 10 % PET veziva, koji dosegnu približno iste vrijednosti kao čisti bitumen. To se možda može objasniti činjenicom da određena količina PET-a potone jer je gustoća PET-a veća od gustoće bitumena. Stoga se pregledom SEM snimki tih veziva potvrdilo stvaranje granica u strukturi pri tim udjelima. U zaključku se može reći da je slaba kemijska veza stvorena između bitumena i PET-a u slučaju kad su se koristili aditivi niskog stupnja; ipak, ta se veza pojačala povećanjem udjela PET-a, a najbolji se rezultat postigao kad se koristilo 6 % PET-a, dok PET pri većem udjelu nije više reagirao s bitumenom.



Slika 3. FT-IR spektroskopija bitumenskih veziva

Razmatrajući FT-IR analize B+6P veziva, čistog i s najprikladnijim udjelom, na slici 3. uočilo se da je vrhunac čistog bitumena pri  $1032\text{ cm}^{-1}$  bio vrlo nizak, no dodavanjem PET-a s udjelom od 6 %, pojavila su se dva vrhunca pri  $1034\text{ cm}^{-1}$  i  $1065\text{ cm}^{-1}$ . U slučaju oba sastava veziva, alifatski C-H vrhunci očitno se vide pri vrhuncima od  $2921\text{ cm}^{-1}$  i  $2852\text{ cm}^{-1}$ . Karbonilni vrhunac izričito se vidi na  $1700\text{ cm}^{-1}$  u slučaju kad je dodan PET aditiv. Kad je u pitanju sastav B+6P veziva, vrhunci s malim intenzitetom

pojavi su se na  $1275\text{ cm}^{-1}$ . Nadalje, kad je u pitanju taj sastav veziva, veliki, ali ne i široki vrhunci koji pripadaju hidroksilu (-OH) u PET-u pojavili su se na  $3328\text{ cm}^{-1}$ . Prema tome, činjenica da nema promjene u vrhuncima pri  $3248\text{ cm}^{-1}$  i  $3254\text{ cm}^{-1}$  s aditivom TEOA-e pokazuje da je TEOA stvorila kemijsku reakciju u kombinaciji s bitumenom i PET-om.

## 2.4. Metode

### 2.4.1. Konvencionalna ispitivanja bitumena

Fizikalna svojstva čistog i modificiranih bitumena određena su na temelju penetracije u skladu s normom ASTM D5, točke razmekšanja u skladu s normom ASTM D6, odnosno ispitivanja duktilnosti u skladu s normom ASTM D113. Nadalje, indeks penetracije (PI) koji se smatra pokazateljem osjetljivosti bitumena na temperaturu izračunao se za sva veziva i to izrazom (1).

$$PI = \frac{1952 - 500 \cdot \log(P_{25}) - 20 \cdot SP}{50 \cdot \log(P_{25}) - SP - 120} \quad (1)$$

U izrazu (1)  $P_{25}$  se odnosi na vrijednost penetracije pri  $25^\circ\text{C}$ , a  $SP$  se odnosi na vrijednost točke razmekšanja (eng. *softening point*). Povećanje vrijednosti indeksa penetracije u slučaju bitumena pokazuje da se smanjuje osjetljivost na temperaturu te da se povećava stvrdnjavanje veziva. Kada se koristio bitumen s visokom vrijednosti indeksa penetracije u asfaltnoj mješavini, uočilo se da je mješavina otpornija na pucanje, a smanjila se osjetljivost na temperaturu [33].

### 2.4.2. Metode starenja bitumenskih veziva

Bitumenska veziva kratko su podvrgnuta starenju u preduslužnim procesima poput miješanja, zbijanja, transporta i pohrane, a dugoročno zbog raznih okolišnih uvjeta tijekom njihove uporabe (8 do 10 godina) na cesti. Kratkoročno starenje veziva određuje se u uređaju za ispitivanje starenja bitumena (eng. *rolling thin film oven test* - RTFOT) prema normi ASTM D2872, a dugoročno starenje određuje se ispitivanjem u tlačnoj komori (eng. *pressure aging vessel* - PAV) prema normi ASTM D 6521 [33].

### 2.4.3. Ispitivanje rotacijskim viskozimetrom (RV)

Svojstva fluidnosti bitumenskih veziva pri visokim temperaturama određuju se ispitivanjem viskoznosti rotacijskim viskozimetrom (RV) prema normi ASTM D 4402. Vrijednosti viskoznosti bitumenskih veziva pri visokim temperaturama određuju se s ciljem kako bi se utvrdilo da su veziva dovoljno fluidna tijekom crpljenja, miješanja i zbijanja. Kako bi se odredile temperature miješanja i zbijanja veziva, Institut za asfalt preporučuje određivanje vrijednosti viskoznosti veziva na temperaturi od  $135^\circ\text{C}$  i  $165^\circ\text{C}$ . Ipak, poželjno je da vrijednosti viskoznosti veziva pri temperaturi od  $135^\circ\text{C}$  ne prelaze  $3000\text{ cP}$ .

Ispitivanjem rotacijskim viskozimetrom (RV) određuje se raspon temperatura miješanja i zbijanja vruće asfaltne mješavine (HMA) i to uz pomoć grafikona koji prikazuje odnos viskoznosti-temperature veziva. Preporuka je koristiti raspon temperature koji odgovara  $170\pm 20$  i  $280\pm 30$  cP granične viskoznosti kako bi se odredile temperature miješanja i zbijanja [33-35].

#### 2.4.4. Ispitivanje reometrom uz dinamičko smicanje (DSR)

Bitumenska veziva materijali su koji pokazuju viskoelastično i termoplastično ponašanje pri različitim temperaturama i pod različitim uvjetima opterećenja. Ispitujući ponašanje veziva provedbom DSR (eng. *dynamic shear rheometer*) ispitivanja, obilježila su se njihova reološka svojstva (kompleksni modul smicanja, fazni kut) pri visokim i srednjim temperaturama. Uz pomoć tih reoloških svojstava mogu se odrediti otpornost veziva na zamor i kolotražanje pri srednjim i visokim temperaturama. Ovim ispitivanjem određuje se i ocjena pogodnosti (eng. *performance grade* - PG) veziva. Ispitivanje se provodi na neostarjelim uzorcima te uzorcima ostarjelim metodom RTFOT-a i PAV-a [34]. Posljedica eksperimenta je to što su se vezivima odredile vrijednosti kompleksnog modula smicanja ( $G^*$ ) i faznog kuta ( $\delta$ ).  $G^*$  se definira kao mjera potpunog otpora veziva koje je izloženo posmičnom naprezanju do mogućih deformacija.  $\delta$  je pokazatelj relativnih količina viskoznih i elastičnih deformacija veziva. Eksperiment je rezultirao dobivanjem parametra trajne deformacije ( $G^*/\sin\delta$ ) i svojstava veziva pri visokim temperaturama te parametrom zamora ( $G^*\cdot\sin\delta$ ) pri srednjim temperaturama. Prema specifikaciji Superpave preporuča se da je vrijednost  $G^*/\sin\delta$  najmanje 1.00 kPa za neostarjela veziva, najmanje 2.2 kPa za veziva ostarjela RTFOT metodom te najviše 5000 kPa za vrijednost  $G^*\cdot\sin\delta$  za veziva ostarjela metodom PAV-a. Očekuje se da će veziva s visokim  $G^*$  i niskim  $\delta$  vrijednostima biti otpornija na trajne deformacije, a za

veziva s niskim  $G^*$  i visokim  $\delta$  vrijednostima očekuje se da će biti otpornija na pukotine izazvane zamorom [33-35].

#### 2.4.5. Ispitivanje savijanja grede reometrom (BBR)

Bitumenska veziva viskoelastični su materijal koji otvrdne u hladnim uvjetima i postane krući što uzrokuje da vruća asfaltna mješavina na kolniku otvrdne. Zbog toga vruća asfaltna mješavina kolnika (HMA) s visokim modulom čvrstoće postaje osjetljivija na toplinsko pucanje te se povećava mogućnost pucanja. Iz tog se razloga razvilo BBR testiranje kako bi se odredila čvrstoća bitumenskih veziva te stoga procijenila mogućnost pucanja HMA kolnika. BBR testiranjem utvrđuju se vrijednosti krutosti puzanja (S) i brzina promjene krutosti puzanja (m-vrijednost) veziva. S je otpor koji vezivo pruža naprezanju koje izaziva puzanje, m-vrijednost odnosi se na promjenu krutosti veziva tijekom opterećenja. U BBR ispitivanju nanosi se stalna singularna sila ( $100 \pm 5$  g) na uzorak bitumena u obliku grede koji je pripremljen u standardnim dimenzijama ( $12,5 \times 1,25 \times 6,25$  mm). Deformaciju na sredini grede tijekom ispitivanja u trajanju 240 sekunde mjeri sustav u različito vrijeme (8, 15, 30, 60, 120, 240 s) te se računaju vrijednosti S i m. Opterećenje tijekom ispitivanja predstavlja toplinsko naprezanje kojem je izložen HMA kolnik pri niskim temperaturama. Prema specifikaciji Superpave (ASTM D 6648), vrijednost S bi trebala biti najviše 300MPa, a vrijednost m barem 0,300 [33-35].

### 3. Rezultati

#### 3.1. Rezultati konvencionalnog ispitivanja bitumena

Konvencionalnim ispitivanjem bitumena određena su fizikalna svojstva čistog veziva i veziva modificiranog PET-om, i to prije i nakon procesa starenja. Osim toga, izračunane su PI vrijednosti koje su pokazatelj osjetljivosti svih veziva na temperaturu, a prikazane su u tablici 4.

Tablica 4. Fizikalna svojstva veziva

Svojstva	Vrsta veziva					
	B	B+2P	B+4P	B+6P	B+8P	B+10P
Penetracija, 0,1 mm	88	75	73	64	73	81
Točka razmekšanja [ $^{\circ}$ C]	46,8	50,8	51,1	52,2	50,3	48,4
Duktilnost [cm]	117	109	105	101	107	112
PI	-0,64	0,026	0,027	-0,06	-0,20	-0,41
<b>Nakon metode RTFOT-a</b>						
Gubitak mase [%]	0,23	0,18	0,24	0,28	0,25	0,21
Penetracija, 0,1 mm	53,0	51,6	47,0	46,6	47,1	49,5
Zadržana penetracija [%]	60,2	68,8	64,4	72,8	64,5	61,1
Točka razmekšanja [ $^{\circ}$ C]	52,85	54,0	54,65	54,90	54,35	54,25
Promjena u točki razmekšanja [ $^{\circ}$ C]	6,1	3,2	3,6	2,7	4,1	5,9
PI	-0,37	-0,17	-0,25	-0,21	-0,31	-0,22



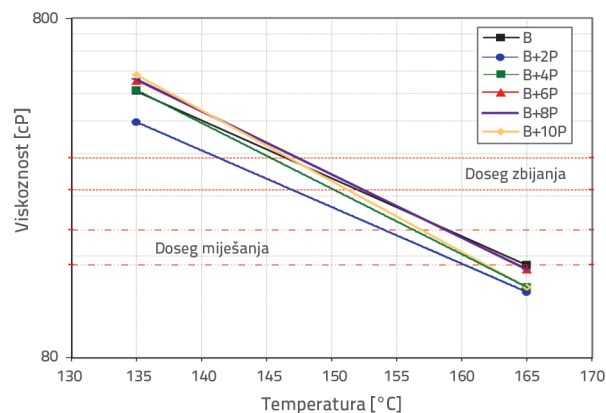
Vrijednosti penetracije modificiranog bitumena s dodatkom PET-a u usporedbi s čistim bitumenom smanjile su se za 14,8 %, 17 %, 27,3 %, 17 % odnosno 8 % kao što to prikazuje tablica 4. Prirodna je posljedica tog stvrdnjavanja, čiji je uzrok dodavanje PET-a, povećanje vrijednosti točke razmekšanja veziva za 8,7 %, 9,3 %, 11,7 %, 7,5 % odnosno 3,5 %. Uz to, vrijednosti duktilnosti veziva smanjile su se za 6,8 %, 10,3 %, 13,7 %, 8,5 % odnosno 4,3 %. Uočava se da stope povećanja i smanjenja u svim tim rezultatima dosežu svoj vrhunac dodavanjem 6 % PET-a, dok su se promjene smanjile nakon toga. Nakon tog udjela, smatra se da je razlog promjena vrijednosti penetracije, duktilnosti i točke razmekšanja to što se PET, koji ne može reagirati s bitumenom te ima veću specifičnu težinu, taloži na dno mješavine. Fizikalni rezultati ispitivanja pokazuju da konzistentnost veziva otvrdnjava s dodatkom PET aditiva, a kao rezultat tog otvrdnjavanja, vezivo sa 6 % udjela PET-a postalo je bitumen B 50/70 koji je tvrde konzistencije. Iz tog razloga može se reći da se veziva dobivena sa 6 % aditiva PET-a mogu koristiti protiv trajnih deformacija u toplijim područjima. Osim toga, povećanja PI vrijednosti dodavanjem PET-a pokazuju da su veziva otpornija na trajne deformacije i pucanje pri niskim temperaturama [33], kao što to prikazuje tablica 4. Štoviše, uočilo se da PET nema negativni utjecaj na starenje veziva, zbog čega su veziva otpornija na veće temperature i oksidaciju.

### 3.2. Rezultati ispitivanja rotacijskim viskozimetrom (RV)

U ovom ispitivanju uporabom rotacijskog viskozimetra Brookfield DV-III određene su vrijednosti viskoznosti čistog veziva i veziva modificiranog PET-om pri visokim temperaturama (135 °C i 165 °C). Temperature miješanja u postrojenju i temperature zbijanja na cesti za sva veziva određena su uz pomoć grafikona koji prikazuje odnos temperature i viskoznosti na slici 4. te je nastao na temelju vrijednosti viskoznosti. Osim toga, izračunana je vrijednost pokazatelja modifikacije ( $\eta$ ) (vrijednost viskoznosti modificiranog bitumena/vrijednost viskoznosti čistog bitumena) svih veziva i prikazana je u tablici 5. zajedno s temperaturama miješanja i zbijanja.

Rezultati ispitivanja RV-a pokazuju da temperature miješanja i zbijanja bitumena modificiranog PET-om pokazuju djelomične promjene u usporedbi s čistim bitumenom. Ipak, uzimajući u

obzir da je 6 % udjela PET-a kritična vrijednost prema rezultatima ispitivanja mikrostrukturnih i fizikalnih svojstava, uočava se da vrijednosti temperature s ovim udjelom ostaju približno iste kao i kod čistog bitumena.



Slika 4. Odnos viskoznosti i temperature veziva

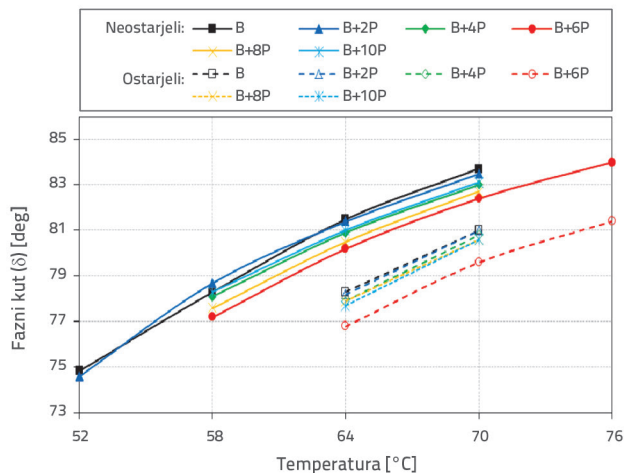
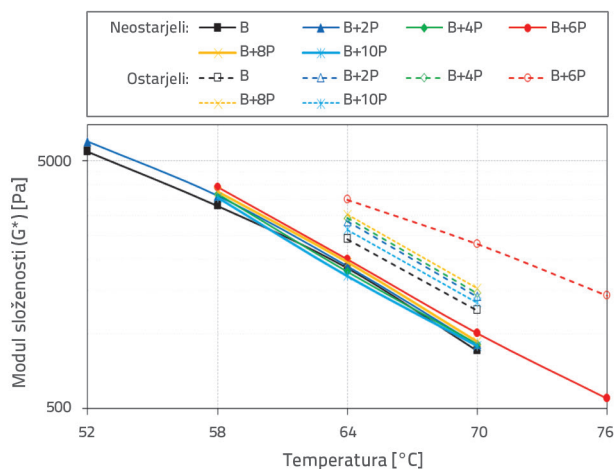
Uzimajući u obzir da je modificirani bitumen s tim udjelom tvrdi bitumen B 50/70, može se reći da su dobivene temperature miješanja i zbijanja niže u usporedbi s čistim bitumenom. Uočava se da modificirani bitumen ima elastičniju konzistenciju, iako otvrdnjava i ima drugačija toplinska svojstva. To pokazuje da se modificirani bitumen koji se dobio dodavanjem aditiva PET-a može upotrebljavati u cestovnim kolnicima uz manju potrošnju energije.

### 3.3. Rezultati ispitivanja dinamično smičnim reometrom (DSR)

U ovom ispitivanju uporabom DSR-a određena su reološka svojstva čistog veziva i veziva modificiranog PET-om prije i poslije starenja pri visokim i srednjim temperaturama. Ispitivanje se provelo uporabom reometra Bohlin DSR-II u uvjetima kontroliranog naprežanja pri brzini vrtnje 10 rad/sec te prema normi ASTM D7175. Kako bi se odredila svojstva veziva modificiranog PET-om pri visokim temperaturama, eksperimenti su provedeni na uzorcima neostarjelog veziva i veziva ostarjelog metodom RTFOT-a. Eksperiment se proveo na uzorcima debljine 1,0 mm s promjerom 25,0 mm pri povišenim

Tablica 5. Vrijednosti viskoznosti i raspon temperature miješanja-zbijanja veziva

Vrsta veziva	Rotacijska viskoznost (cP)		$\eta$ Modificirani/ $\eta$ čisti		Raspon temperature [°C]	
	135 °C	165 °C	135 °C	165 °C	Miješanje	Zbijanje
B	487,5	150,0	1,0	1,0	159 - 165	147 - 152
B+2P	395,8	125,0	0,81	0,83	154 - 160	142 - 147
B+4P	491,7	129,2	1,01	0,86	157 - 162	146 - 151
B+6P	525	145,8	1,08	0,97	159 - 163	148 - 153
B+8P	529,2	145,8	1,09	0,97	160 - 165	148 - 152
B+10P	545,8	129,2	1,12	0,86	157 - 162	148 - 153

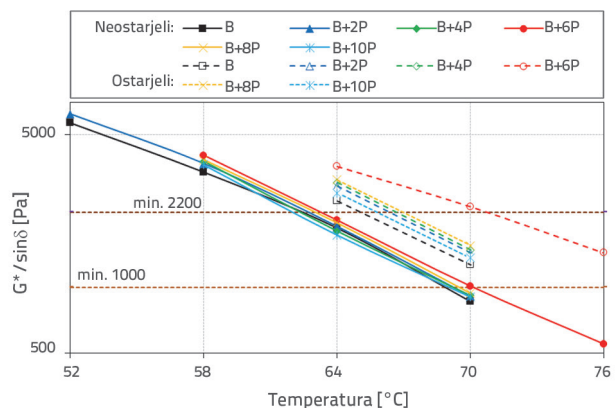


Slika 5. Temperaturni odnos kompleksnog modula smicanja ( $G^*$ ) te faznog kuta ( $\delta$ ) veziva

temperaturama između 52-76 °C. Kako bi se odredila otpornost na zamor veziva na srednjim temperaturama, veziva ostarjela metodom PAV-a pripremljena su tako da su bila debljine 2.0 mm i promjera 8,0 mm te su ispitana na temperaturi 25 °C i 28 °C. Kao rezultat ispitivanja, nastupila je promjena parametara  $G^*$ ,  $\delta$ ,  $G^* \cdot \sin \delta$  i  $G^* \cdot \sin \delta$  veziva izazvana temperaturom, a prikazana je na slikama 5. do 7.

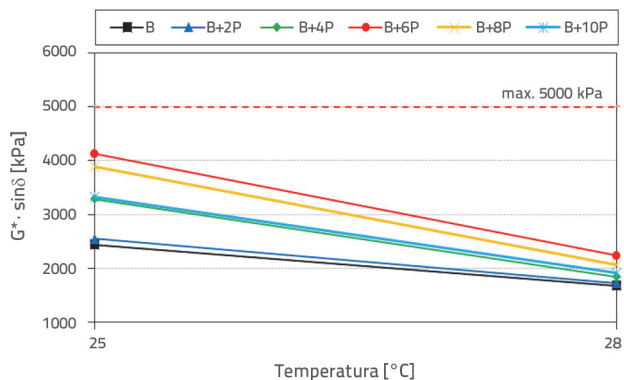
Slika 5. prikazuje da uz povećanje količine PET-a pri svim temperaturama dolazi do značajnog povećanja vrijednosti  $G^*$  neostarijelih uzoraka veziva te uzoraka veziva ostarjelih RTFOT metodom. Međutim, u usporedbi s čistim bitumenom, uz povećanje količine PET-a uočava se smanjenje vrijednosti  $\delta$ . Ti rezultati pokazuju da su veziva modificirana PET-om kruto-elastična. Zbog toga što povećanja  $G^*$  vrijednosti veziva pokazuju povećanje njihove otpornosti na posmična naprezanja, smanjenja  $\delta$  vrijednosti pokazuju povećanje otpornosti veziva na trajne deformacije. Stoga visoke vrijednosti  $G^*$  i niske vrijednosti  $\delta$  pokazuju da veziva s dodavanjem PET-a mogu biti otpornija na trajne deformacije.

usporedbi s čistim bitumenom na istoj temperaturi. To pokazuje da su veziva s aditivom PET-a otpornija na trajne deformacije pri visokim temperaturama. Prilikom ispitivanja visokotemperaturnih svojstava veziva, vidljivo je da čisti i modificirani bitumeni omogućavaju parametar kolotražnja do temperatura od 65.2, 66.4, 66.7, 70.0, 67.0, odnosno 65,9 °C. Odredila su se svojstva svih veziva PG 64-Y, PG 64-Y, PG 64-Y, PG 70-Y, PG 64-Y i PG 64-Y, u skladu s ograničenjima Superpave specifikacije. Rezultati su pokazali da se otpornost na trajne deformacije veziva sa 6 % dodanog aditiva PET-a povećala za 6 °C u usporedbi s čistim vezivom. To pokazuje da kolnici koji imaju PET mogu biti otporniji na trajne deformacije u područjima s mnogo višim temperaturama.



Slika 6. Temperaturni odnos  $G^*/\sin \delta$  u vezivima

Uočava se na slici 6. da se vrijednosti  $G^*/\sin \delta$ , koje su parametar kolotražnja veziva modificiranih PET-om, povećavaju u



Slika 7. Temperaturni odnos  $G^* \cdot \sin \delta$  veziva

Proučavajući sliku 7. uočava se da vrijednosti  $G^* \cdot \sin \delta$ , a koje su parametar otpornosti svih veziva na zamor ostaju u okviru ograničenja prema Superpave specifikaciji (maks. 5000 kPa). To je pokazatelj da, iako se čvrstoća svih veziva povećava zbog povećanja udjela aditiva PET-a, oni mogu biti otporni na pukotine izazvane zamorom kao posljedicom opetovanog prometnog opterećenja.

Rezultati DSR ispitivanja pokazali su da se čvrstoća bitumenskih veziva povećala s dodavanjem PET aditiva, a njihova osjetljivost

Tablica 6. Utjecaj recikliranog PET-a na vrstu bitumena (PG)

Vrsta veziva	HT [°C]	LT [°C]	HT [°C] Poboljšanje	LT [°C] Poboljšanje	Vrsta bitumena (PG)
B	65,2	-25,7	-	-	PG 64-22
B+2P	66,4	-27,3	1,2	-1,6	PG 64-22
B+4P	66,7	-27,8	1,5	-2,1	PG 64-22
B+6P	70,0	-32,0	4,8	-6,3	PG 70-28
B+8P	67,0	-28,6	1,8	-2,9	PG 64-28
B+10P	65,9	-26,3	0,7	-0,6	PG 64-22

na temperaturu se smanjila te su veziva kruto-elastična. Utvrdilo se da dolazi do povećanja otpornosti bitumena s dodanim PET-om na trajne deformacije pri visokim temperaturama te na pukotine izazvane zamorom pri srednjim temperaturama.

### 3.4. Rezultati ispitivanja savijanja grede reometrom (BBR)

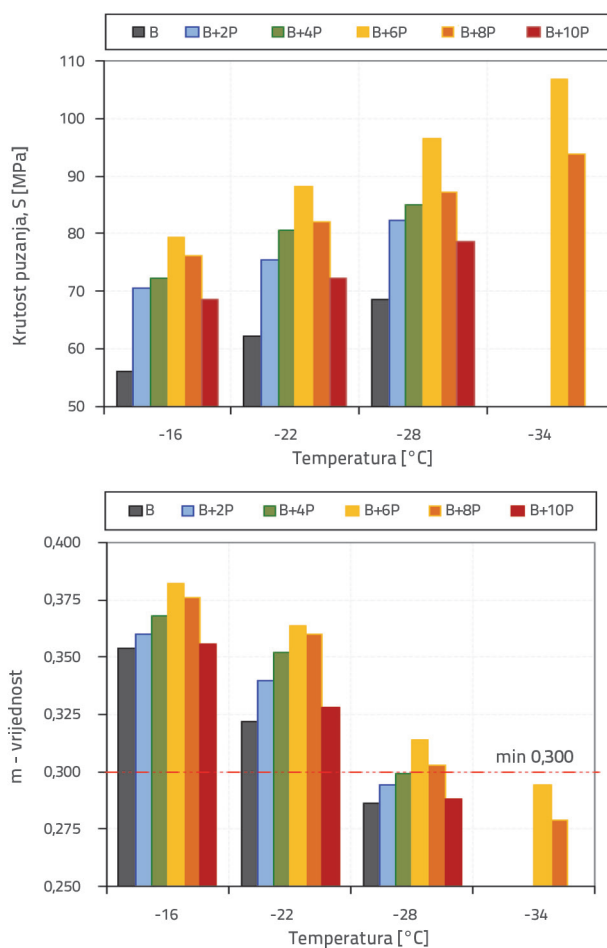
Kako bi se odredila otpornost bitumenskih veziva na toplinsko pucanje pri niskim temperaturama, provedeno je ispitivanje savijanja grede reometrom (BBR) veziva ostarjelog PAV metodom. Procijenjena su svojstva svih veziva pri niskim temperaturama upotrebom vrijednosti krutosti puzanja (S) i brzine promjene krutosti puzanja (m), a koje su se dobile kao rezultat ispitivanja. Slika 8. prikazuje odnos između vrijednosti S i m u svim vezivima te temperature.

Slika 8. prikazuje da povećanjem aditiva PET-a dolazi do povećanja čvrstoće modificiranih bitumena (pogotovo sa 6 % udjela PET-a) u usporedbi s čistim bitumenom. Međutim, unatoč tim povećanjima, krutost puzanja dobivena je dosta ispod granice (maks. 300MPa), kako je navedeno u specifikaciji (ASTM D 6648). To pokazuje da su veziva s dodatkom PET-a kruto-elastična te da na njih ne utječu niske temperature u velikoj mjeri. Proučavajući m-vrijednost na slici uočava se da su sva veziva u skladu s granicom specifikacije od 0,300 pri temperaturi od -16 °C i -22 °C. Međutim, osim veziva sa 6 % i 8 % PET-a na temperaturi od -28 °C, ostala su veziva ostala ispod te granice. Taj rezultat pokazuje da je udio od 6 % PET-a kritična vrijednost te da je promjena u čvrstoći veziva niska s tim udjelom.

Kad su se zajedno procijenile vrijednosti S i m, utvrdilo se da su veziva otpornija na toplinske pukotine i to do temperatura -25,7, -27,3, -27,8, -32,0, -28,6, odnosno -26,3 °C. Prema tome, odredila su se niskotemperaturna svojstva veziva, i to prema graničnim vrijednostima specifikacije koje su iznosile -22, -22, -22, -28, -28, odnosno -22 °C. Ti rezultati pokazuju da 6 % PET-a značajno utječe na niskotemperaturna svojstva veziva. Kad se zajedno uzmu u obzir svojstva svih veziva pri visokim i niskim temperaturama (tablica 6.), određuje se vrsta bitumena PG 64-22, PG 64-22, PG 64-22, PG 70-28, PG 64-28, odnosno PG 64-22.

Prema tome, može se reći da upotrebom 6 % recikliranog aditiva PET-a u modifikaciji bitumena vrlo pozitivno utječe na

otpornost na trajnu deformaciju pri visokim temperaturama te na otpornost na toplinsko pucanje pri niskim temperaturama.



Slika 8. Utjecaj PET-a na krutost puzanja (gore) i m-vrijednost bitumena B 70/100 (dolje)

## 4. Zaključak

Rezultati koji su se dobili analizom i provedenim ispitivanjima u ovom istraživanju navode se u nastavku.

- Rezultati kemijske karakterizacije pokazali su da kemikalija TEOA i PET stvaraju dobar kemijski spoj s bitumenom, a



- pogotovo je modificirani spoj sa 6 % PET-a imao homogenu jednofaznu strukturu. Zbog te svoje strukture, koja je najočitiiji rezultat ispitivanja, otklonit će se problem faznog razdvajanja u bitumenu modificiranom polimerom.
- Prema rezultatima fizikalnog ispitivanja, pogotovo sa 6 % PET-a, bitumen je otvrdnuo i prešao u bitumen B 50/70 jače konzistencije. Ta promjena konzistencije modificiranog bitumena znači da se može koristiti protiv trajnih deformacija u toplijim područjima.
  - Rezultati RV ispitivanja pokazali su da, iako su se konzistentnost i toplinska svojstva modificiranog bitumena promijenili na kritičnoj vrijednosti sa 6 % PET-a, nije postojala značajna promjena u temperaturi miješanja i zbijanja. To pokazuje da se modificirani bitumen koji se dobio dodavanjem 6 % aditiva PET-a (B 50/70) može koristiti u cestovnim kolnicima uz manju potrošnju energije.
  - Rezultati DSR ispitivanja pokazali su da se povećala otpornost veziva s dodatkom PET-a na trajne deformacije pri visokim temperaturama. Otpornost čistog bitumena pri temperaturi 65,2 °C povećala se do 70,0 °C sa 6 % aditiva PET-a. To pokazuje da se veziva s dodatkom PET-a mogu koristiti u područjima toplijih klima. Osim toga, iako se čvrstoća veziva povećava aditivom PET-a, ona pokazuju veliku otpornost na zamor pri srednjim temperaturama zato što su kruto-elastična.
- Rezultati BBR ispitivanja pokazali su da se povećala otpornost veziva s dodatkom PET-a na toplinska naprezanja pri niskim temperaturama. Otpornost čistog veziva pri temperaturi -25,7 °C dobila se na -32,0 °C sa 6 % aditiva PET-a. Smanjenje pokazuje da se veziva s dodatkom PET-a mogu koristiti u hladnijim područjima. Smatra se da je taj rezultat takav zbog činjenice da su veziva s dodatkom PET-a kruto-elastična.
- Prema tome, kombinirana upotreba PET-a i TEOA-e u modifikaciji bitumena omogućila je da modificirani bitumen bude homogena jednofazne strukture. Jednako tako, uočilo se da je 6 % PET-a kritična vrijednost te da taj udio aditiva PET-a značajno utječe na povećanje otpornosti bitumena na trajnu deformaciju pri visokim temperaturama i na toplinsko pucanje pri niskim temperaturama. Zato se smatra da će aditiv PET-a koji se upotrebljava kao modifikator u cestovnom inženjerstvu, biti koristan u izvedbi cestovnih kolnika, ali i u otklanjanju štete koju PET ima za okoliš.

## Zahvala

Ovo istraživanje potpomogla je Koordinacijska jedinica znanstvenoistraživačkih projekata (BAP) Sveučilišta Inonu u okviru projekta IU-BAP FYL 2016/118.

## LITERATURA

- [1] Xu, D., Yang, S., Su, Y., Xiong, Y., Zhang, S.: Catalytic conversion of plastic wastes using cost-effective bauxite residue as catalyst into H<sub>2</sub>-rich syngas and magnetic nanocomposites for chrome (VI) detoxification, *Journal of Hazardous Materials*, 413 (2021), pp. 125289. doi: 10.1016/j.jhazmat.2021.125289
- [2] Jang, Y., Lee, G., Kwon, Y., Lim, J., Jeong, J.: Recycling and management practices of plastic packaging waste towards a circular economy in South Korea, *Resources, Conservation and Recycling*, 158 (2020), pp.104798, <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2020.104798>
- [3] Bahij, S., Omary, S., Feugeas, F., Faqiri, A.: A Fresh and hardened properties of concrete containing different forms of plastic waste – A review, *Waste Management*, 113 (2020), pp. 157–175, <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2020.05.048>
- [4] Ameli, A., Maher, J., Mosavi, A., Nabipour, N., Babagoli, R., Norouzi, N.: Performance evaluation of binders and Stone Matrix Asphalt (SMA) mixtures modified by Ground Tire Rubber (GTR), waste Polyethylene Terephthalate (PET) and Anti Stripping Agents (ASAs), *Construction and Building Materials*, 251 (2020), pp. 118932, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118932>
- [5] Almeshal, I., Tayeh, B.A., Alyousef, I., Alabduljabbar, H., Mohamed, A.M., Alaskar, A.: Use of recycled plastic as fine aggregate in cementitious composites: A review, *Construction and Building Materials*, 253 (2020), pp. 119146, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.119146>
- [6] Siddiqui, J., Pandey, G.: A review of plastic waste management strategies, *International Research Journal of Environment Science*, 2 (2013) 12, pp. 84–88.
- [7] *Plastics the Facts 2017*, [www.plasticseurope.org/application/files/5715/1717/4180/Plastics\\_the\\_facts\\_2017\\_FINAL\\_for\\_website\\_one\\_page.pdf](http://www.plasticseurope.org/application/files/5715/1717/4180/Plastics_the_facts_2017_FINAL_for_website_one_page.pdf). 21.09.2021.
- [8] Moghaddam, T.B., Soltani, M., Karim, M.R., Baaj, H.: Optimization of asphalt and modifier contents for polyethylene terephthalate modified asphalt mixtures using response surface methodology, *Measurement*, 74 (2015), pp. 159–169, <https://doi.org/10.1016/j.measurement.2015.07.012>
- [9] Wu, S., Montalvo, L.: Repurposing waste plastics into cleaner asphalt pavement materials: A critical literature review, *Journal of Cleaner Production*, 280 (2021), pp. 124355, <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.124355>
- [10] Behl, A., Sharma, G., Kumar, G.: A sustainable approach: utilization of waste PVC in asphaltting of roads, *Construction and Building Materials*, 54 (2014), pp. 113–117, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2013.12.050>
- [11] Ahmedzade, P., Fainleib, A., Günay, T., Grygoryeva, O.: Modification of bitumen by electron beam irradiated recycled low density polyethylene, *Construction and Building Materials*, 69 (2014), pp. 1–9, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.07.027>
- [12] Murugan, L.: Use of e-plastic waste in bituminous pavements, *GRAĐEVINAR*, 70 (2018) 7, pp. 607–615, <https://doi.org/10.14256/JCE.1375.2015>
- [13] Geçkil, T., Önal, Y., İnce, C.B.: Moisture resistance of bituminous hot mixtures modified with waste PET, *Journal of Polytechnic*, 24 (2021) 2, pp. 461–471, <https://doi.org/10.2339/politeknik.699662>

- [14] Moghaddam, T.B., Soltani, M., Karim, M.R.: Evaluation of permanent deformation characteristics of unmodified and Polyethylene Terephthalate modified asphalt mixtures using dynamic creep test, *Materials and Design*, 53 (2014), pp. 317–324, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.07.015>
- [15] Shukla, S.R., Harad, A.M.: Aminolysis of polyethylene terephthalate waste, *Polymer Degradation and Stability*, 91 (2006), pp. 1850–1854, <https://doi.org/10.1016/j.polymdegradstab.2005.11.005>
- [16] Navarro, R., Ferrandiz, S., Lopez, J., Segui, V.J.: The influence of polyethylene in the mechanical recycling of Polyethylene Terephthalate, *Journal of Materials Processing Technology*, 195 (1) (2008), pp. 110–116, <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2007.04.126>
- [17] Almeida e Silva, J.A., Lucena, L.C.F.L., Rodrigues, J.K.G., Carvalho, M.W., Costa, D.B.: Use of Micronized Polyethylene Terephthalate (Pet) Waste in Asphalt Binder, *Petroleum Science and Technology*, 33 (2015) 15–16, pp. 1508–1515, <https://doi.org/10.1080/10916466.2015.1079538>
- [18] Ameri, M., Nasr, D.: Properties of asphalt modified with devulcanized polyethylene terephthalate, *Petroleum Science and Technology*, 34 (2016) 16, pp. 1424–1430, <https://doi.org/10.1080/10916466.2016.1202968>
- [19] Leng, Z., Sreeram, A., Padhan, R.K., Tan, Z.: Value-added application of waste PET based additives in bituminous mixtures containing high percentage of reclaimed asphalt pavement (RAP), *Journal of Cleaner Production*, 196 (2018), pp. 615–625, <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.06.119>
- [20] El-Naga, I.A., Ragab, M.: Benefits of utilization the recycle polyethylene terephthalate waste plastic materials as a modifier to asphalt mixtures, *Construction and Building Materials*, 219 (2019), pp. 81–90, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.05.172>
- [21] Ponnada, S., Krishina, V.: Experimental investigation on modification of rheological parameters of bitumen by using waste plastic bottles, *Materials Today: Proceedings*, 32 (2020) 4, pp. 692–697, <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.03.243>
- [22] Modarres, A., Hamed, H.: Effect of waste plastic bottles on the stiffness and fatigue properties of modified asphalt mixes, *Materials and Design*, 61 (2014), pp. 8–15, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.04.046>
- [23] Denghan, Z., Modarres, A.: Evaluating the fatigue properties of hot mix asphalt reinforced by recycled PET fibers using 4-point bending test, *Construction and Building Materials*, 139 (2017), pp. 384–393, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.02.082>
- [24] Ahmadinia, E., Zargar, M., Karim, M.R., Abdelaziz, M., Shafiq, P.: Using waste plastic bottles as additive for stone mastic asphalt, *Materials and Design*, 32 (2011), pp. 4844–4849, <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2011.06.016>
- [25] Jasso, M., Hampl, R., Vacin, O., Bakos, D., Stastn, J., Zanzotto, L.: Rheology of Conventional Asphalt Modified with SBS, Elvaloy and Polyphosphoric acid, *Fuel Processing Technology*, 140 (2015), pp. 172–179, <https://doi.org/10.1016/j.fuproc.2015.09.002>
- [26] Polacco, G., Filippi, S., Merusi, F., Stastna, G.: A Review of the Fundamentals of Polymer-Modified Asphalts: Asphalt/Polymer Interactions and Principles of Compatibility, *Advances in Colloid and Interface Science*, 224 (2015), pp. 72–112, <https://doi.org/10.1016/j.cis.2015.07.010>
- [27] Xu, X., Leng, Z., Jan, J., Wang, W., Yu, J., Bai, Y., Sreeram, A., Hu, J.: Sustainable Practice in Pavement Engineering through Value-Added Collective Recycling of Waste Plastic and Waste Tyre Rubber, *Engineering*, (2020) (Pre-proof). <https://doi.org/10.1016/j.eng.2020.08.020>
- [28] Hansen, C.M.: *Hansen Solubility Parameters User's Handbook*, NewYork Washington D.C., 2000.
- [29] Paseta, L., Potier, G., Abbott, S., Coronas, J.: Using Hansen solubility parameters to study the encapsulation of caffeine in MOFs, *Organic & Biomolecular Chemistry*, 6 (2015), pp. 1724–1731, <https://doi.org/10.1039/c5ob90016f>
- [30] Redelius, P.: Bitumen Solubility Model Using Hansen Solubility Parameter, *Energy & Fuels*, 18 (2004), pp. 1087–1092.
- [31] Gupta, S., Patidar, D., Baboo, M., Sharma, K., Saxena, N.S.: Investigation of Al Schottky junction on n-type CdS film deposited on polymer substrate, *Frontiers of Optoelectronics in China*, 3 (2010) 3, pp. 321–327, <https://doi.org/10.1007/s12200-010-0102-0>
- [32] Gupta, S., Sharma, K., Saxena, N.S.: Temperature Dependent Mechanical Analysis of Chalcogenide (CdS, ZnS) Coated PET Films, *Hindawi Publishing Corporation ISRN Polymer Science*, (2013), pp. 952612, <https://doi.org/10.1155/2013/952612>
- [33] Geçkil, T., Seloğlu, M.: Performance properties of asphalt modified with reactive terpolymer, *Construction and Building Materials*, 173 (2018), pp. 262–271, <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.04.036>
- [34] McGennis, R.B., Shuler, S., Bahia, H.U.: *Background of Superpave Asphalt Binder Test Methods*, Publication FHWA-SA-94-069, Federal Highway Administration, 1994.
- [35] Zaniwski, J.P., Pumphrey, M.E.: *Evaluation of Performance Graded Asphalt Binder Equipment and Testing Protocol*, Asphalt Technology Program, West Virginia, 2004.