



TALLINNA TEHNIKAÜLIKOOL
INSENERITEADUSKOND
Ehituse ja arhitektuuri instituut

**RTFOT BITUUMENI VANANDAMISE MEETODI
UURIMINE NING KATSETULEMUSTE
VÕRDLEMINE REAALSE VANANEMISE
OLUKORRAGA**

**INVESTIGATION OF RTFOT BITUMEN AGING METHOD
AND COMPARISON OF TEST RESULTS WITH REAL
AGING SITUATION**

MAGISTRITÖÖ

Üliõpilane: Indrek Kuldmaa

Üliõpilaskood: 177471EATI

Juhendaja: Kristjan Lill,
TalTech Teede ja liikluse
teadus- ja katselaboratooriumi
kvaliteedijuht

Tallinn 2022

AUTORIDEKLARATSIOON

Olen koostanud lõputöö iseseisvalt.

Lõputöö alusel ei ole varem kutse- või teaduskraadi või inseneridiplomit taotletud. Kõik töö koostamisel kasutatud teiste autorite tööd, olulised seisukohad, kirjandusallikatest ja mujalt pärinevad andmed on viidatud.

"....." 20....

Autor:

/ allkiri /

Töö vastab magistritööle esitatud nõuetele

"....." 20....

Juhendaja:

/ allkiri /

Kaitsmisele lubatud

"....."20....

Kaitsmiskomisjoni esimees

/ nimi ja allkiri /

Lihtlitsents lõputöö reprodutseerimiseks ja lõputöö üldsusele kättesaadavaks tegemiseks¹

Mina, Indrek Kuldmaa

1. Annan Tallinna Tehnikaülikoolile tasuta loa (lihtlitsentsi) enda loodud teose

„RTFOT bituumeni vanandamise meetodi uurimine ning katsetulemuste võrdlemine reaalse vananemise olukorraga”,

mille juhendaja on Kristjan Lill,

1.1 reprodutseerimiseks lõputöö säilitamise ja elektroonse avaldamise eesmärgil, sh Tallinna Tehnikaülikooli raamatukogu digikogusse lisamise eesmärgil kuni autoriõiguse kehtivuse tähtaja lõppemiseni;

1.2 üldsusele kättesaadavaks tegemiseks Tallinna Tehnikaülikooli veebikeskkonna kaudu, sealhulgas Tallinna Tehnikaülikooli raamatukogu digikogu kaudu kuni autoriõiguse kehtivuse tähtaja lõppemiseni.

2. Olen teadlik, et käesoleva lihtlitsentsi punktis 1 nimetatud õigused jäävad alles ka autorile.

3. Kinnitan, et lihtlitsentsi andmisega ei rikuta teiste isikute intellektuaalomandi ega isikuandmete kaitse seadusest ning muudest õigusaktidest tulenevaid õigusi.

_____ (kuupäev)

¹ Lihtlitsents ei kehti juurdepääsupiirangu kehtivuse ajal vastavalt üliõpilase taotlusele lõputööle juurdepääsupiirangu kehtestamiseks, mis on allkirjastatud teaduskonna dekaani poolt, välja arvatud ülikooli õigus lõputööd reprodutseerida üksnes säilitamise eesmärgil. Kui lõputöö on loonud kaks või enam isikut oma ühise loomingu tegevusega ning lõputöö kaas- või ühisautor(id) ei ole andnud lõputööd kaitsvale üliõpilasele kindlaksmääratud tähtjaks nõusolekut lõputöö reprodutseerimiseks ja avalikustamiseks vastavalt lihtlitsentsi punktidele 1.1. ja 1.2, siis lihtlitsents nimetatud tähtaja jooksul ei kehti.

Ehituse ja arhitektuuri instituut

LÕPUTÖÖ ÜLESANNE

Üliõpilane: Indrek Kuldmaa, 177471EATI
Õppekava, peeriala: EATI02/17 - Teedeehitus ja geodeesia
Juhendaja: TalTech Teede ja liikluse teadus- ja katselaboratooriumi
kvaliteedijuht, Kristjan Lill, 53022437

Lõputöö teema:

RTFOT BITUUMENI VANANDAMISE MEETODI UURIMINE NING KATSETULEMUSTE
VÕRDLEMINE REAALSE VANANEMISE OLUKORRAGA
INVESTIGATION OF RTFOT BITUMEN AGING METHOD AND COMPARISON OF TEST
RESULTS WITH REAL AGING SITUATION

Lõputöö põhieesmärgid:

1. Anda ülevaade bituumenist kui ehitusmaterjalist ning selle omadustest;
2. Tutvustada bituumeni vananemise protsesse ning vananemist põhjustavaid tegureid;
3. Tutvustada RTFOT meetodit kui laboratoorset meetodit bituumeni lühiajalise vananemise simuleerimiseks;
4. Uurida RTFOT vanandamise mõju bituumenile erinevaid sisendparameetreid muutes;
5. Võrrelda RTFOT meetodil vanandatud bituumeni omadusi reaalse vananemise olukorraga.

Lõputöö etapid ja ajakava:

Nr	Ülesande kirjeldus	Tähtaeg
1.	Katsetamiseks vajalikud bituumeniproovid võetud	20.10.2022
2.	Lõputöö teoreetiline osa kirjutatud, katsed sooritatud	29.11.2022
3.	Lõputöö valmis	01.01.2023

Töö keel: Eesti **Lõputöö esitamise tähtaeg:** 09.01.2023

Üliõpilane: Indrek Kuldmaa ".....".....20.....a
/allkiri/

Juhendaja: Kristjan Lill ".....".....20.....a
/allkiri/

Programmijuht: Mihkel Kask ".....".....20.....a
/allkiri/

SISUKORD

EESSÕNA	7
Lühendite ja tähiste loetelu.....	8
SISSEJUHATUS	9
1 NAFTABITUUMENITE TOOTMISPROTSESS.....	10
2 BITUUMENI KEEMIA TEOREETILINE TAUST	12
2.1 Bituumeni keemiline koostis.....	12
2.2 Bituumeni komponentide mõju selle omadustele	15
2.3 Bituumeni viskoelastsus	16
2.4 Bituumeni elementkoostis.....	16
3 BITUUMENI VANANEMINE.....	18
3.1 Vananemist mõjutavad tegurid.....	18
3.1.1 Oksüdatsioon.....	19
3.1.2 Lendumine	19
3.1.3 Steerilised või füüsikalised tegurid.....	20
3.1.4 Õlide eritumine	20
3.2 Bituumeni vananemine erinevates etappides.....	20
3.2.1 Bituumeni vananemine asfaltsegu segamisel.....	21
3.2.2 Bituumeni vananemine asfaltsegu kuumladustamise, transpordi ja laotamise käigus	22
3.2.3 Bituumeni vananemine asfaltkatte eksploatatsiooni käigus	22
4 LABORATOORNE BITUUMENI VANANDAMINE	24
4.1 RTFOT katse väljaarenemine ning kirjeldus.....	24
4.2 RTFOT katse erinevatel temperatuuridel – varasem kogemus.....	26
4.3 RTFOT katse erinevatel kestustel– varasem kogemus Hiina näitel.....	29
5 LABORATOORSED TÖÖD NING KATSETUSED	32
5.1 Laboratoorsete tööde käigus tehtud toimingutele vastavad standardid	34
5.2 OSA A tarbeks tehtud katsed ning katseseadmete kirjeldus	34
5.2.1 Nõelpenetratsiooni määramine.....	34
5.2.2 Pehmenemistäpi määramine kuuli-rõnga meetodil	36
5.2.3 RTFOT vanandamise meetod.....	37
5.3 OSA B tarbeks tehtud katsed ning katseseadmete kirjeldus	39
5.3.1 Bituumeni ekstraheerimine segust.....	39
5.3.2 Bituumeni eraldamine rotatsioonaurustiga destilleerides.....	40
5.3.3 Taastatud bituumeni penetratsiooni ja pehmenemistäpi määramine.....	41
6 OSA A KATSETULEMUSTE ANALÜÜS.....	42
6.1 Tehasest võetud bituumeniproovide võrdlus.....	42

6.2	Bituumeni penetratsioon ja pehmenemistäpp erinevatel temperatuuridel vanandades	42
6.3	Bituumeni penetratsioon ja pehmenemistäpp erinevatel kestustel vanandades	44
6.4	Bituumeni penetratsioon ja pehmenemistäpp erinevatel õhuvooludel vanandades	46
6.5	Standardse RTFOT katse tulemuste erinevus sõltuvalt kasutatavate klaasanumate kujust.....	48
7	OSA B KATSETULEMUSTE ANALÜÜS.....	50
7.1	Tehasest ja objektilt võetud seguproovidest eraldatud bituumenite penetratsioon.....	51
7.2	Tehasest ja objektilt võetud seguproovidest eraldatud bituumenite pehmenemistäpp.....	52
8	KATSETUSTE JÄRELDUSED	54
	KOKKUVÕTE	55
	SUMMARY.....	57
	KASUTATUD KIRJANDUSE LOETELU	59

EESSÕNA

Magistritöö esmase temaatilise suunitluse pakkus välja juhendaja Kristjan Lill. Ühiste arutelude tulemusel sõnastati lõplik teema ning pandi paika täpne plaan. Kõik töös sooritatud laboratoorsed tööd ning katsed tehti TalTech Teede ja liikluse teadus- ja katselaboratooriumis.

Magistritöö peamiseks eesmärgiks on laboratoorsete katsetuste kaudu uurida bituumeni lühiajalise vananemise protsessi ning olemust. Töös katsetatakse ja analüüsitakse RTFOT vanandamise mõju bituumeni omadustele erinevaid sisendparameetreid muutes ning võrreldakse saadud tulemusi tehasesest ja objektilt võetud seguproovidest eraldatud bituumeni näitajatega.

Autor soovib tänada TalTech Teede ja liikluse teadus- ja katselaboratooriumi kvaliteedijuhti Kristjan Lille, kes oli lõputöö juhendaja, kogu laborimeeskonda, kes aitasid kaasa katsetuste sooritamisele ning ettevõtet Tariston AS, kelle bituumeni- ja seguproovidega sooritati laboratoorsed katsed.

Võtmesõnad: bituumen, bituumeni vananemine, laboratoorne bituumeni vanandamine, RTFOT, bituumeni vananemine asfaltsegus, magistritöö

Lühendite ja tähiste loetelu

AASHTO - Ameerika Riigimaanteeede ja Transpordiametnike Ühendus (*ing. American Association of State Highway and Transportation Officials*)

AC surf – Kulumiskihi asfaltsegu

AC base – Kandevkihi asfaltsegu

ASTM – Ameerika Materjalide Testimise Ühing (*ing. American Society for Testing and Materials*)

DSR – Seade, mida kasutatakse selleks, et hinnata bituumenite vastupidavust roobaste tekkele ja väsimuspragunemisele (*ing. Dynamic Shear Rheometer*)

FTIR – Infrapunaspetskoopia. (*ing. Fourier Transform Infrared Spectroscopy*).

PAV – Katse, millega simuleeritakse sideaine pikaajalist vananemist (*ing. Pressure Ageing Vessel*)

RTFOT - Katse, millega simuleeritakse sideaine lühiajalist vananemist (*ing. Rolling Thin Film Oven Test*)

SARA – Bituumenite neli peamist keemiliste komponentide gruppi, milleks on küllastunud ühendid, aromaatsed ühendid, vaigud ja asfalteenid (*ing. Saturates, Aromatics, Resins, Asphaltenes*)

TFOT - Katse, millega simuleeritakse sideaine lühiajalist vananemist (*ing. Thin Film Oven Test*). Erinevalt RTFOT-ist bituumenit katse ajal ei segata ega pöörata.

UV – Katse, millega simuleeritakse bituumenis UV-kiirguse toimel aset leidvat vananemist (*ing. Ultraviolet Testing*).

SISSEJUHATUS

Bituumen on materjal, mis on orgaanilise päritoluga. Orgaanilise päritolu tõttu on bituumenil võime reageerida õhuhapnikuga (oksüdeeruda), mille tulemusel see vananeb. Peamiseks bituumeni vananemist põhjustavaks teguriks peetaksegi oksüdatsiooni, kuid vähemal määral avaldavad mõju ka muud tegurid. Vananedes muutub bituumen jäigaks ning rabedaks ja see põhjustab bituumensideainega segudest valmistatud katete lagunemist. Lagunenud teekatted aga mõjutavad oluliselt liiklejate sõidumugavust ning võivad põhjustada liiklusohutlikke olukordi.

Teede ehitamisel on bituumensideained üheks kallimaks komponendiks. Kui kasutatav bituumen osutub tee valmimise järgselt halvakvaliteediliseks, on tagajärjed majanduslikus mõttes rasked nii tee omanikule kui selle kasutajatele [1]. Teadlased ning insenerid üle maailma otsivad lahendusi, kuidas võimalikult madalate kuludega luua võimalikult kaua püsivaid teekatteid. Püsivate teekatete loomiseks tuleb aga mõista bituumeni vananemise fenomeni. Seetõttu on välja töötatud mitmesuguseid laboratoorseid meetodeid asfaltsegude koosseisus esineva bituumensideaine vananemise simuleerimiseks.

Käesoleva magistritöö peamiseks eesmärkideks on anda ülevaade bituumenist kui ehitusmaterjalist ning selle omadustest, tutvustada bituumeni vananemise protsesse ning vananemist põhjustavaid tegureid, tutvustada RTFOT meetodit kui laboratoorset meetodit bituumeni lühiajalise vananemise simuleerimiseks, uurida RTFOT vanandamise mõju bituumenile erinevaid sisendparameetreid muutes ning võrrelda erinevatel tingimustel vanandatud bituumenite omadusi reaalse vananemise olukorraga.

Magistritöö esimesed neli peatükki moodustavad töö teoreetilise taustainfo. Esimeses peatükis kirjeldatakse naftabituumenite tootmisprotsessi. Teises osas selgitatakse lähemalt bituumeni keemia teoreetilist tausta. Kolmandas osas kirjeldatakse bituumeni vananemise protsesse ja vananemist põhjustavaid tegureid. Neljandas osas tutvustatakse RTFOT meetodit ning varasemaid uuringuid, mis käsitlevad RTFOT parameetrite muutmist.

Magistritöö peatükid 5 – 8 moodustavad töö praktilise poole. Viiendas peatükis kirjeldatakse töös sooritatud katsetusi ning kasutatud katseseadmeid. Kuuendas ja seitsmendas osas analüüsitakse vastavalt OSA A ning OSA B katsetulemusi. Kaheksandas peatükis esitatakse järeldused OSA A ning OSA B katsetulemuste põhjal.

1 NAFTABITUUMENITE TOOTMISPROTSESS

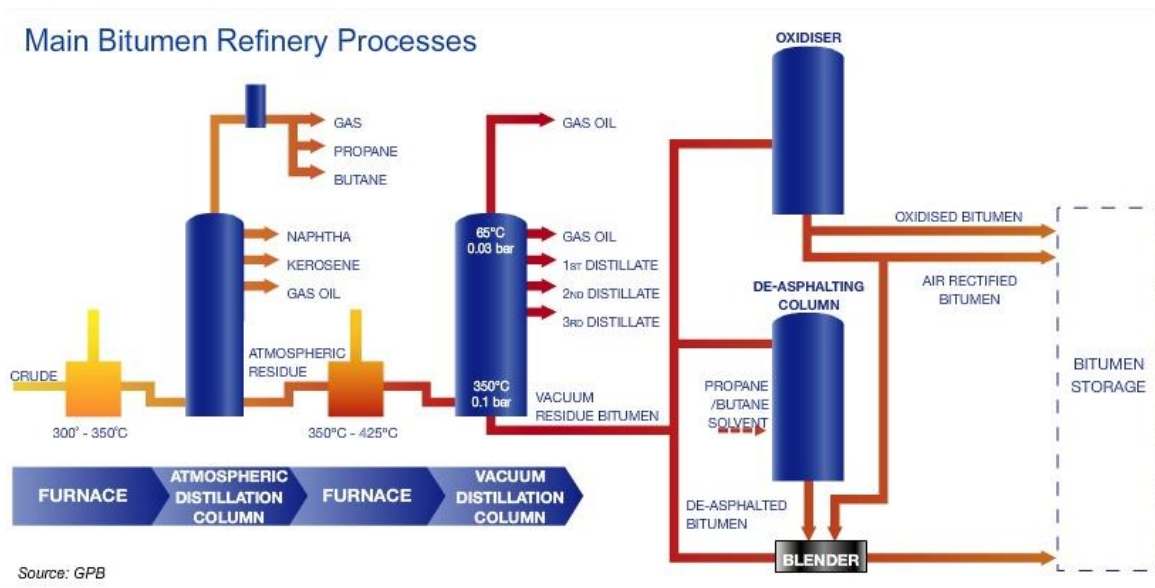
Naftabituumenite tootmise lähteproduktiks on toornafta, mis on segu erineva molekulaarmassiga süsivesinikest. Rafineerimistehastes toimub toornafta hoiustamine spetsiaalsetes mahutites ligikaudu 60 °C juures. Sealt pumbatakse see läbi soojusvaheti, millega tõstetakse toornafta temperatuur 300 kuni 350 kraadini. Sellise temperatuuri ning tavarõhu tingimuste korral hakkavad lähteproduktist eralduma erinevad kergemad ning raskemad komponendid. Kergemateks osisteks on antud protsessi käigus lahustid, kergemad kütused ja gaas, mis kerkivad rafineerimistornis ülespoole ning rasked kütused ja õlid, mis on raskemad osised, vajuvad rafineerimistornis allapoole [1]. Esimese etapi järel jääb rafineerimistorni põhja jääk, mis suunatakse taaskord läbi soojusvaheti, kus sellele rakendatakse seekord temperatuuri 350 kuni 425 °C ning juhitakse vaakumdestillatsiooni torni. Seal leiab kontrollitud rõhu all vahemikus 1-10 kPa aset täiendav kergemate ning raskemate koostisosade separeerimine. Teise protsessi järel vaakumdestillatsiooni torni põhja jäänud jääksaadust nimetataksegi bituumeniks [2]. Täpsemalt on tegu „*straight run*“ bituumeniga, mille penetratsioon tavaliste tootmise tingimuste juures on valdavalt vahemikus 160/220 [1]. Protsess on visualiseeritud joonisel 1.1.

Alternatiivse meetodina saab bituumenit toota ka vaakum-destillatsiooni jäägi töötlemisel gaasidega või lahustitega. Parafiinsete lahustite kasutamise korral toimub kergemate komponentide ekstraheerimine, seevastu asfalteenid, mis on suurema molekulaarmassiga, sadestuvad [3]. Gaasiga destilleerimise puhul on võimalik luua paremate omadustega bituumen, kuid rafineerimistehase tootlus on sel juhul väiksem [1].

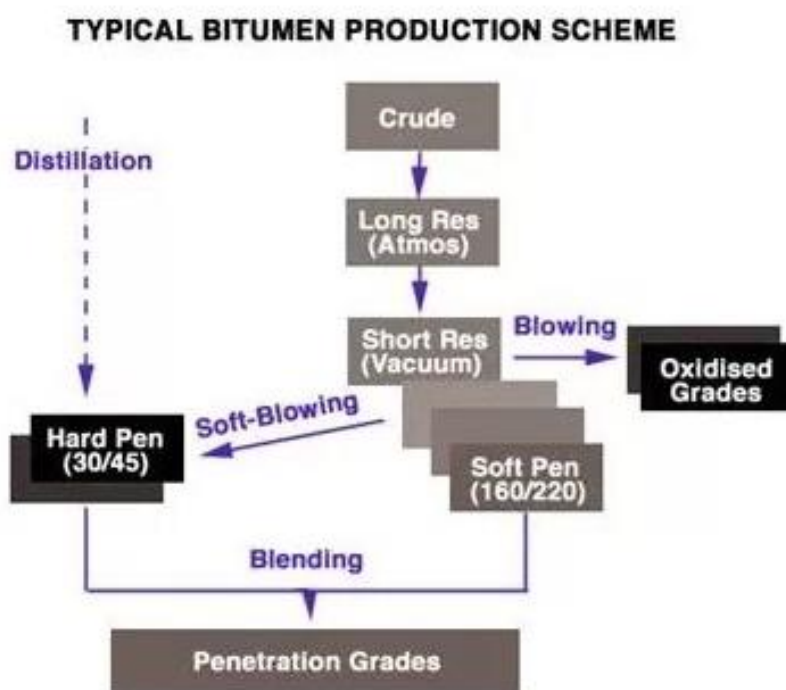
Pärast tootmist saab bituumenit selle füüsiliste omaduste parandamiseks täiendavalt töödelda puhumisprotsessi teel. Sel juhul juhitakse sellesse õhku kõrgendatud temperatuuril ligikaudu 200 kuni 280 °C. Antud protsessi eesmärk on soodustada asfalteenide moodustumist bituumenis [3]. Keemilise reaktsioonina leiab aset bituumenis sisalduvate aromaatsete ühendite muundumine vaikudeks ning nendest moodustuvad uued asfalteenid [1]. Puhumise toime suureneb bituumeni jäikus ning sellega kaasneb penetratsiooni langus ning pehmenemistäpi tõus [3].

Erisuguste penetratsioonidega bituumenite saamiseks võidakse kasutada ka segamise meetodit. Seda rakendatakse väga sitkete ning asfalteeniderohkete töödeldud toornafta jääkide korral, millest on valdav osa kergemaid, lenduvaid komponente eemaldatud. Sobivate omadustega bituumeni saamiseks väärustatakse tekkinud massi õlide ja oksüdeerimata gudroonidega, millega luuakse vajalik, terviklik koloidne süsteem

asfaltenide, vaikude ja aromaatsete ühendite vahel [1]. Protsess on visualiseeritud joonisel 1.2.



Joonis 1.1 Ülevaade naftabituumeni rafineerimisprotsessist (inglise keeles) [4]

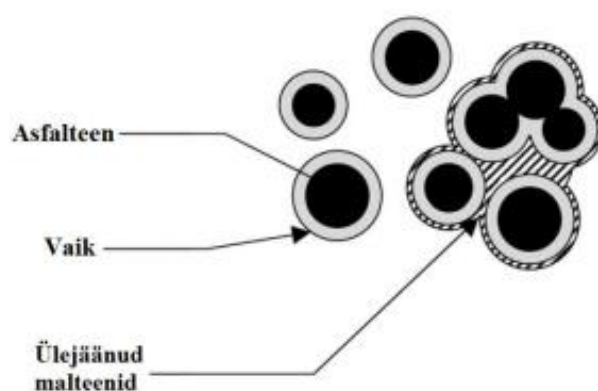


Joonis 1.2 Ülevaade sobivate omadustega bituumeni saamiseks segamise teel (inglise keeles) [5]

2 BITUUMENI KEEMIA TEOREETILINE TAUST

2.1 Bituumeni keemiline koostis

Bituumenid on oma keemilise ehituse poolest keerukad ning koosnevad väga paljudest erinevatest keemilistest ühenditest. Tihti defineeritakse bituumeneid ka kui kolloidset süsteemi, mis koosneb kõrge molekulaarmassiga polaarsetest asfalteenidest, mis paiknevad väiksema molekulaarmassiga ning mittepolaarsete malteenide sees [6]. Bituumeni koostist lihtsustatud kujul kujutab joonis 2.1.



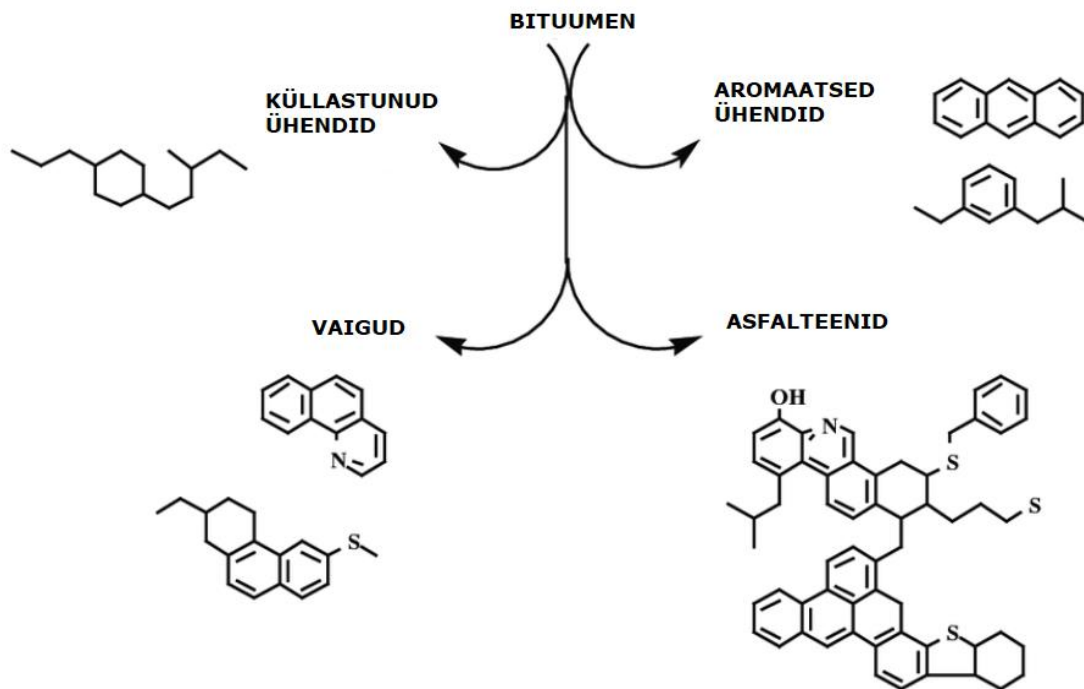
Joonis 2.1 Bituumeni koostis lihtsustatud kujul [1]

Malteenid jagunevad veel omakorda küllastunud ühenditeks, aromaatsseteks ühenditeks ning vaikudeks. Neid bituumenite nelja peamist keemiliste komponentide gruppi, milleks on küllastunud ühendid, aromaatsed ühendid, vaigud ja asfalteenid nimetatakse SARA fraktsioonideks. Struktuurinäited bituumeni SARA fraktsioonidest on esitatud joonisel 2.2. Nimetus SARA tuleneb komponentide ingliskeelsete nimetuste esitähedest [7]:

- Küllastunud ühendid (*ing. Saturates*) – moodustavad tavaliselt 5-15 massiprotsenti bituumeni kogumassist. Toatemperatuuril formeerivad värvitu või kergelt värvilise vedeliku, mille klaasüldtemperatuur on ligikaudu -70 °C juures. See temperatuur on väga madal, kui võtta arvesse, et bituumeni kui terviku klaasüldtemperatuur on valdavalt 40 °C kõrgem. Nende vesinike-süsinike suhe on umbes 2 ja tihedus 20 °C temperatuuri juures ca $0,9\text{ g/cm}^3$.
- Aromaatsed ühendid (*ing. Aromatics*) – nimetatakse ka naftenseteks aromaatsseteks ühenditeks ning moodustavad koos vaikudega bituumenis kõige suurema osa, mis on 30-45 massiprotsendi vahemikus. Toatemperatuuril formeerivad kollaka või punaka vedeliku ning on natuke viskoossemad kui

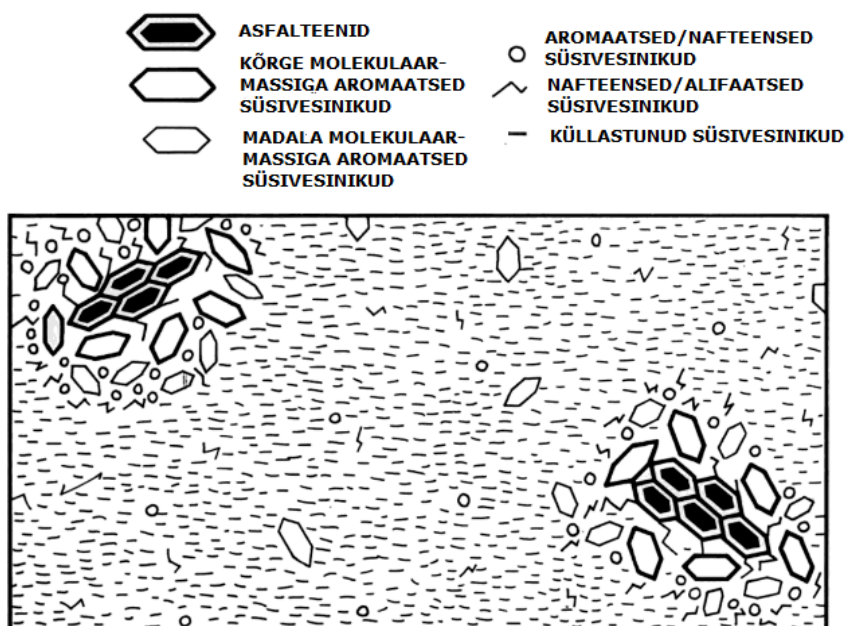
küllastunud ühendite fraktsioon. Aromaatsete ühendite fraktsiooni klaasiirdetemperatuur jääb ligikaudselt samasse kanti nagu bituumenil endal, olles ca -20 °C ringis. Tihedus 20 °C temperatuuri juures on ligilähedal, kuid veidi väiksem kui 1 g/cm³.

- Vaigud (*ing. Resins*) – nimetatakse ka polaarseteks aromaatseteks ühenditeks ja sarnaselt aromaatsete ühendite fraktsiooniga jääb nende osakaal 30-45 massiprotsendi juurde. Sõltuvalt kasutatavast segust võib nende osakaal ka ületada aromaatsete ühendite osakaalu. Erinevalt küllastunud ühenditest ja aromaatsetest ühenditest, mis on toatemperatuuril õlised vedelikud, moodustavad vaigud toatemperatuuril musta värvi tahke või pooltahke olekuga kleepuva aine. Seni pole veel kindlaks tehtud, kas klaasistumisprotsess neis toimub või mitte. Koostise poolest sarnanevad vaigud asfalteenidega. Erinevusteks nende kahe vahel on see, et vaikudel on veidi madalam molaarmass, ligikaudu 1100 g/mol ning mõnevõrra kõrgem vesinike-süsinike suhe, mis jääb vahemikku 1,38-1,69. Samuti eristab vaike asfalteenidest nende vähem keerukas aromaatne struktuur. 20 °C temperatuuri juures jääb vaikude tihedus ligikaudu 1,07 g/cm³ juurde. Oluline roll on neil ka bituumeni stabiilsuses, kuna toimivad asfalteenide stabilisaatorina.
- Asfalteenid (*ing. Asphaltenes*) – kuna asfalteenid mängivad kõige olulisemat rolli bituumenite viskoossuses, siis on need teadlaste poolt kõige rohkem uuritud bituumeni fraktsioon. Toatemperatuuril esinevad need musta värvi pulbrina ning nende sisaldus bituumenis varieerub valdavalt 5-20 massiprotsendi vahemikus. Asfalteenid ongi peamiseks põhjuseks, miks bituumenid on musta värvusega. Nende molaarmass on erinevate uuringute järgi vahemikus 800-3500 g/mol ning tihedus 20 °C temperatuuril ca 1,15 g/cm³. Asfalteenid pakuvad suurt huvi ka nafta uurivatele keemikutele, kuna neil on suur tähtsus toornafta töötlemisprotsessis. Asfalteene on määratletud ka kui bituumeni või toornafta osa, mis on lahustumatu n-heptaanis, kuid lahustuv tolueenis. Siinkohal on mõeldud lahustuvuse all mitte molekulaarset lahustuvust, vaid kui omadust sadet mitte tekitada, kuna tolueenis moodustavad asfalteenid väikeseid osakesi, mida tuntakse mitsellidena. Mõnikord defineeritakse asfalteene kui bituumeni lahustumatut osa ka teistes lahustites nagu n-pentaan või n-hektaan [7].



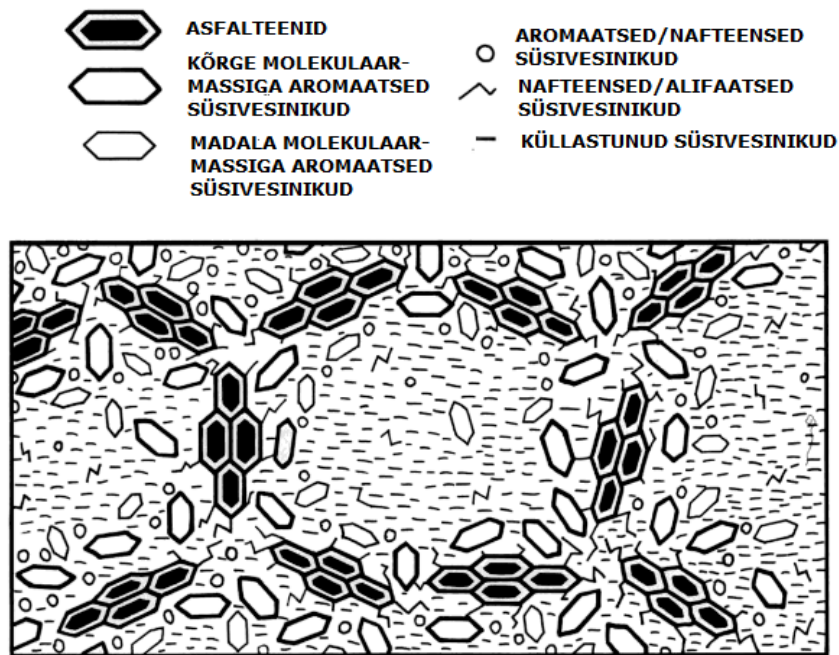
Joonis 2.2 Bituumeni SARA fraktsioonide struktuurinäide [8]

Piisava koguse aromaatsete malteenide olemasolekul on asfalteenid täielikult peptiseeritud ning nendest tekkinud mitsellidel on bituumenis hea liikuvus. Selliseid bituumeneid nimetatakse lahus-tüüpi (*ing. sol-type*) bituumeniteks [6]. Lahus-tüüpi bituumeneid iseloomustavad kõrged duktiilsusnäitajad, suur temperatuuritundlikkus ning hea vastupidavus vananemisele [1]. Skeem esitatud joonisel 2.3.



Joonis 2.3 Lahus-tüüpi bituumeni skemaatiline esitus [6]

Kui aromaatsed malteene ei esine piisavas koguses mitsellide tekkeks või on neil ebapiisav lahustusvõime, siis saavad asfalteenid paikneda omavahel koondunult ning moodustada ühendatud struktuuri. Selliseid bituumeneid tuntakse kui geel-tüüpi (*ing. gel-type*) bituumenid [6]. Vastupidiselt lahus-tüüpi bituumentele iseloomustab geel-tüüpi bituumeneid madalad duktiilsusnäitajad, madal temperatuuritundlikkus ning halb vastupidavus vananemisele [1]. Skeem esitatud joonisel 2.4.



Joonis 2.4 Geel-tüüpi bituumeni skemaatiline esitus [6]

2.2 Bituumeni komponentide mõju selle omadustele

Uuringute käigus, mis käsitlevad bituumeni komponentide (SARA fraktsioonid) mõju selle omadustele, on täheldatud, et asfalteenide kontsentratsiooni konstantsena hoides ent muutes samal ajal teisi komponente ilmnevad järgmised seosed:

- Aromaatsete ühendite kontsentratsiooni suurendamisel ning konstantse küllastunud ühendite ja vaikude suhte juures avaldub väike nihkejõudude vastuvõtlikkuse vähenemine.
- Konstantse vaikude ning aromaatsete ühendite suhte säilitamine ja küllastunud ühendite sisalduse suurendamine pehmedab bituumenit.
- Vaikude lisamine muudab bituumeni jäigemaks, vähendab penetratsiooni ja nihkejõudude vastuvõtlikkust, kuid suurendab viskoossust.

Samuti on täheldatud, et bituumeni reoloogilised omadused sõltuvad tugevalt asfalteenisisaldusest. Konstantsel temperatuuril suureneb bituumeni viskoossus, kui

suurendada asfalteenide kontsentratsiooni. Usutakse, et bituumeni asfalteenid on plaaditaoliste lehtede kogumikud, mis on moodustatud aromaatsetest/nafteensetest tsüklilistest ühenditest. Bituumeni viskoossus sõltub asfalteeniosakeste kujust. Nende suurus on oluline vaid siis, kui kuju muutub suuruse kasvades oluliselt. Kõrgetel temperatuuridel katkevad aga asfalteeniühendeid koos hoidvad sidemed, mille tulemuseks on klastrite suuruse ning kuju muutumine. Järelikult viskoossus temperatuuri tõustes langeb [9].

2.3 Bituumeni viskoelastsus

Bituumenid on viskoelastsed materjalid, mis tähendab, et nende puhul võib märgata nii viskoosset (kõrgetel temperatuuridel käitub vedelikuna) kui ka elastset käitumist (madalatel temperatuuridel käitub tahke ja elastse aina). Selline toimimine sõltub temperatuurist, rakendatud koormusest ning koormuse ajalisest kestvusest. Väikesel ajavahemikul, kuid kõrgel temperatuuril ning rakendatud koormuse all on bituumeni voolavus sama, kui pikal ajavahemikul, madalamal temperatuuril ja koormust rakendamata [9].

Kõrgetel temperatuuridel on bituumenitele iseloomulik käitumine Newtoni vedelikuna, mille viskoossus temperatuuri tõustes väheneb. See on ka põhjus, miks bituumeneid tuleb käitlemiseks ning sihtotstarbeliseks kasutamiseks kuumutada [10]. Newtoni vedelikel on rakendatava nihkejõu ja voolamiskiiruse vahel lineaarne sõltuvus, see tähendab, et kui neile rakendada kaks korda suuremat jõudu, hakkavad nad liikuma kahekordsel kiirusel. Sõltumata avaldatavast jõust on sellistel materjalidel konstantne viskoossus. Madala temperatuuri tingimustel võib bituumen kiirelt avalduva koormuse korral käituda elastsena ehk minna pärast koormuse eemaldamist tagasi oma esialgsesse asendisse [1].

2.4 Bituumeni elementkoostis

Bituumenite elementkoostis on üldjuhul üsna sarnane, kuid võivad esineda mõned erinevused sõltuvalt toornafta päritolust ja rafineerimisprotsessist. Üldiselt on bituumenid süsivesinike kompleksed segud, mis sisaldavad suurt hulka erinevaid suhteliselt suure molekulmassiga keemilisi ühendeid. Bituumenis esinevad molekulid on kombinatsioonid alkaanidest, tsükloalkanidest, aromaatsetest struktuuridest ja heteromolekulidest, mis sisaldavad väävlit, hapnikku, lämmastikku ja metalle [10]. Tüüpiline bituumeni elementkoostis on toodud tabelis 2.1.

Bituumeni funktsionaalsus on suuresti seotud sellega, kuidas molekulid omavahel käituvad. Väävli, lämmastiku, hapniku ja metallide sisaldus mõnes molekulis muudab

need kergelt polaarseks. Heteroaatomeid sisaldavate molekulide tähtsus bituumeni keemilises koostises seisneb võimes moodustada molekulaarseid ühendeid, mis mõjutavad tugevalt bituumeni füüsikalisi omadusi ja toimivust [10].

Tabel 2.1 Tüüpiline bituumeni elementkoostis [10]

Element	Sisalduse vahemik
Süsinik, %w	80,2-84,3
Vesinik, %w	9,8-10,8
Lämmastik, %w	0,2-1,2
Väävel, %w	0,9-6,6
Hapnik, %w	0,4-1,0
Nikkel, ppm	10-139
Vanaadium, ppm	7-1590
Raud, ppm	5-147
Mangaan, ppm	0,1-3,7
Kaltsium, ppm	1-355
Magneesium, ppm	1-134
Naatrium, ppm	6-159

3 BITUUMENI VANANEMINE

3.1 Vananemist mõjutavad tegurid

Sarnaselt kõigile teistele ehitusmaterjalidele on ka bituumenil oma eksploatatsiooniaeg ning mingi aja jooksul kaotab see väliste mõjurite toimel oma nõutava kvaliteedi. Seda protsessi tuntakse bituumeni vananemisena. Aja jooksul muutub teekatte konstruktsioonis sideainena esinev bituumen jäigaks ning rabedaks, mis viib lõpuks katte lagunemiseni. See aga muudab teed liiklejatele vähem turvaliseks ning vähendab sõidumugavust [11]. Vananemise protsess seisneb bituumeni koostise püsivates muutustes ning selle arengu kiiruse määravad ehitatud katendi omadused ja eksploatatsioonitingimused [12]. Bituumeni jäigenemist on uuritud juba mitmeid aastaid ning on tuvastatud kuni 15 erinevat bituumeni vananemist mõjutavat tegurit, mis on kirjeldatud tabelis 3.1.

Kõige olulisemad nendest 15-st tegurist on [9]:

- Oksüdatsioon
- Lendumine
- Steerilised või füüsikalised tegurid
- Õlide eritumine.

Tabel 3.1 Bituumeni vananemise mehhanism [9]

BITUUMENI VANANEMISE MEHCHANISM							
Tegurid, mis mõjutavad bituumeni vananemist	On mõjutatud					Esineb	
	Aeg	Kuumus	Hapnik	Päikesevalgus	Beta ja gamma kiirgus	Pinnal	Segu sees
Oksüdatsioon (pimedas)	✓	✓	✓			✓	
Fotooksidatsioon (otsene valgus)	✓	✓	✓	✓		✓	
Lendumine	✓	✓				✓	✓
Fotooksidatsioon (peegeldunud valgus)	✓	✓	✓	✓		✓	
Fotokeemilised (otsene valgus)	✓	✓		✓		✓	
Fotokeemilised (peegeldunud valgus)	✓	✓		✓		✓	✓
Polümerisatsioon	✓	✓				✓	✓
Steerilised või füüsikalised	✓					✓	✓
Õlide eritumine	✓	✓				✓	
Muutused tuumaenergiast	✓	✓			✓	✓	✓
Vee mõjutused	✓	✓	✓	✓		✓	

Tahke aine absorptsioon	✓	✓				✓	✓
Komponentide absorptsioon tahke aine pinnal	✓	✓				✓	
Keemilised reaktsioonid	✓	✓				✓	✓
Mikrobioloogilised lagunemised	✓	✓	✓			✓	✓

3.1.1 Oksüdatsioon

Oksüdatsioon on õhuhapniku pöördumatu keemiline reaktsioon bituumeniga. Asfaldis sisalduv bituumen võib oksüdeeruda kogu asfaltkatte eluea jooksul: selle segamisel, paigaldamisel ning ekspluatatsiooni käigus [13].

Bituumen on orgaanilist päritolu materjal, mille tõttu kaotab ta oma omadusi õhuhapnikuga ning UV-kiirgusega kokkupuutel. Õhuhapnik ja UV-kiirgus reageerivad esialgu katte pinnaga, tekitades sellesse pragusid. Pärast pragude teket imbub õhk asfaldikihtidesse ja põhjustab seal bituumeni oksüdeerumist. Protsessi ulatus võib esineda kuni 15mm sügavusel pinnakihist allpool [14].

Samuti põhjustab oksüdeerumine muutusi SARA fraktsioonides. L. W. Corbett ja R. E. Merz leidsid uuringute käigus, milles analüüsiiti 18 aasta vanuseid teekatteid, et oksüdatsiooni tõttu ei esinenud märkimisväärset kadu küllastunud ühendite fraktsioonis, samas esines ülejäänud kolmes SARA fraktsioonis olulisi erinevusi. Protsessi toimel leiab aset bituumenis sisalduvate aromaatsete ühendite vähenemine, mis muutuvad esmalt vaikudeks ning nendest moodustuvad seejärel uued asfalteenid [15]. Bituumenimolekulides moodustuvad hapnikuga funktsionaalsed rühmad, mille tulemuseks on vaikude ja aromaatsete ühendite fraktsioonide vähenemine ning asfalteenide fraktsiooni suurenemine. Bituumeni oksüdatsiooni võib seletada karbonüül- ja sulfoksiidirühmade moodustumisega ning see allub esimest järku kineetilistele reaktsioonidele [14].

Oksüdatsiooni tulemusel muutub bituumen jäigemaks ning hapramaks. Oksüdatsiooni kiirus sõltub suuresti ka temperatuurist. Protsessi kiirus kahekordistub iga 10 °C temperatuuri tõusu korral temperatuuril üle 100 °C. Vananemise peamiseks põhjuseks peetaksegi oksüdatsioonist tingitud jäigenemist. Sellegipoolest on uuringud näidanud, et kuigi muud tegurid on üldiselt vähem olulised, on nende mõju siiski mõõdetav [9].

3.1.2 Lendumine

Temperatuuri tõus asfaldi tootmise, ladustamise, transportimise ja paigaldamise ajal põhjustab volatilsete komponentide lendumist, mis on iseloomulik nähtus asfaltsegu

lühiajalisel vananemisel. Temperatuuridel, mis ulatuvad 150 °C või sellest rohkem, hakkavad bituumeni fraktsioonid aurustuma. Täiendava 10-12 °C temperatuuri tõusu korral võib lendumine kahekordistuda. Kui õhuke bituumenikiht puutub asfaldi segamisel kokku täitematerjalidega temperatuuril 150 °C või rohkem, aurustuvad aromaatsed fraktsioonid kiiresti ja asfalteenide sisaldus suureneb üldiselt 1-4 massiprotsenti [14].

Lendumise peamine efekt seisneb bituumeni massi vähenemises aurustumise tõttu. Massi langus vähendab omakorda bituumeni voolavust. Teadlased on teinud kindlaks, et viskoossus suureneb 150 - 400% [14].

3.1.3 Steerilised või füüsikalised tegurid

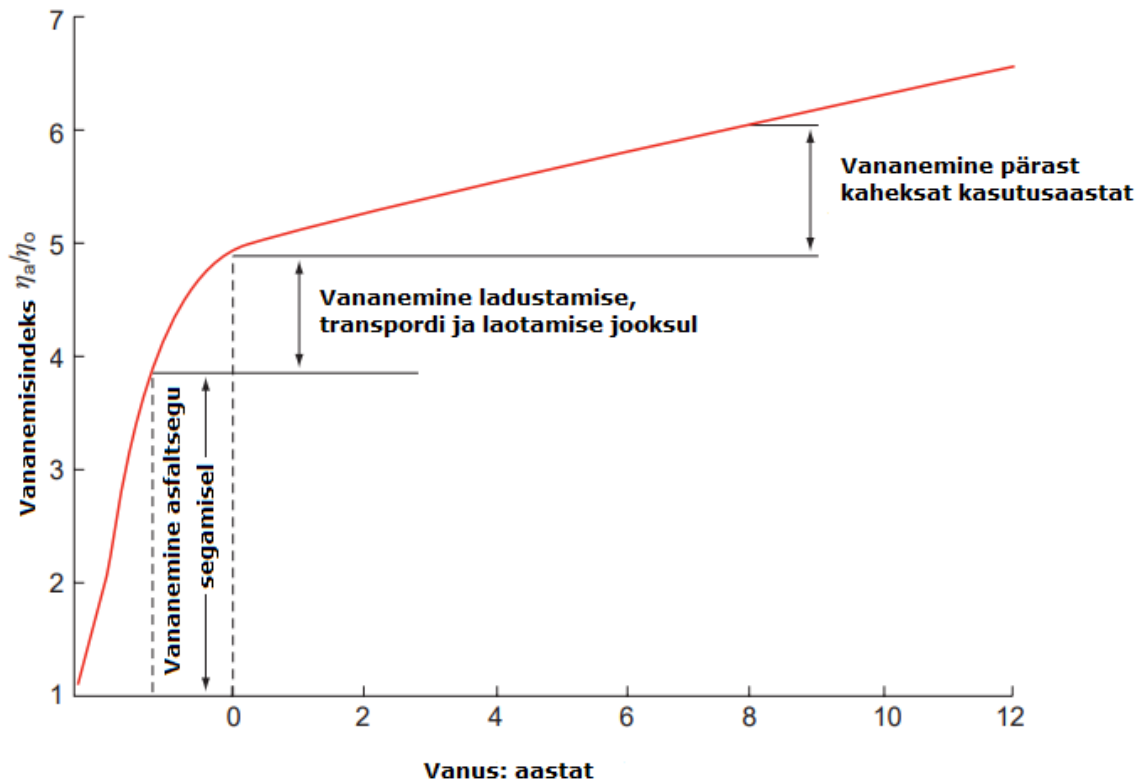
Pöörduva jäigenemise nähtust kirjeldas esmakordselt 1944. aastal Traxler, kui täheldas, et 25 °C juures säilitatud bituumeniproovides esines viskoossuse tõus. Seda füüsikalist kõvenemist seostatakse tavaliselt bituumenis sisalduvate molekulide ümberorienteerimise või ümberstruktureerimisega ja vahade aeglase kristalliseerumisega. Molekulaarne ümberorienteerumine, mille tulemusel esineb kõvenemise efekt, on soojuse rakendamisel pöörduv. Traxler märkis, et säilitustemperatuuri tõstmine 70 °C-ni pööras muutunud struktuuri tagasi ning bituumen taastas esialgse viskoossuse [9].

3.1.4 Õlide eritumine

Eksudatsiooni teel tekkiv kõvenemine tuleneb bituumenist erituvate õlikomponentide liikumisest mineraalsete täitematerjalide sisse. See sõltub nii bituumeni kalduvusest eksudatsioonile kui ka täitematerjali poorsusest [9].

3.2 Bituumeni vananemine erinevates etappides

Bituumeni kasutamise puhul sideainena asfaltsegude valmistamiseks ilmneb kaks erinevat vananemise liiki. Esimene on tuntud kui lühiajaline vananemine (*ing. short term ageing*), mis leiab aset kõrgetel temperatuuridel segamise, ladustamise, laotamise ning tihendamise ajal. Teiseks vananemise liigiks on pikaajaline vananemine (*ing. long term ageing*), mis leiab aset kogu laotatud asfaltsegu ekspluatatsioonaja jooksul hapniku ning UV-kiirguse toimel [16]. Bituumeni vananemisprotsessi kulgu iseloomustab joonis 3.1.



Joonis 3.1 Bituumeni vananemine asfaltsegu segamise, hilisema ladustamise, transpordi, laotamise ning ekspluatatsiooni ajal (vananemisindeks leitud viskoossuse põhjal) [17]

Bituumeni vananemisprotsessi tulemusi saab hinnata vananemisindeksi I_a põhjal. Vananemisindeks on defineeritud kui sideaine mõne omaduse suhe pärast teatud vananemisastet ning enne vananemist. Oluline on mainida, et vananemisindeks ei ole kindlalt defineeritud parameeter, vaid suhe kahest väärtusest (nt. viskoossus, jäikus, penetratsioon), mis on mõõdetud erineval etapil (valem 3.1) [17]:

$$I_a = \frac{\text{Vananenud bituumeni füüsikaline omadus}}{\text{Originaalse bituumeni füüsikaline omadus}} \quad (3.1)$$

3.2.1 Bituumeni vananemine asfaltsegu segamisel

Nagu eelnevalt mainitud, liigitub asfaltsegu segamisel toimuv vananemine lühiajalise vananemise hulka. On täheldatud, et segamisprotsessi käigus kaetakse kogu täitematerjali ning filleri pind õhukese bituumenkihiga (*ing. bitumen film*), mille paksus jääb tavaliselt vahemikku 5-15 μm . Seega, kui bituumen segatakse kuuma täitematerjaliga ning sellest moodustuvad õhukesed bituumeni kihid täitematerjalide pinnal, loob see head tingimused oksüdeerumiseks ja bituumenis sisalduvate lenduvate fraktsioonide kadumiseks [16].

Ligikaudu väheneb asfaldisegistis kuumade täitematerjalidega segamise teel bituumeni penetratsioon 30%. Jäigenemise ulatus sõltub aga mitmest erinevast tegurist, nagu

temperatuur, segamise aeg, täitematerjale katva bituumenkihi paksus jne. Jäigenemise minimeerimiseks segamise ajal tuleb kõiki neid tegureid kontrollida. Temperatuuri ning bituumenisisalduse jälgimine on sobivate omaduste saavutamiseks kriitiliselt oluline [16].

3.2.2 Bituumeni vananemine asfaltsegu kuumladustamise, transpordi ja laotamise käigus

Asfaltsegu segamise järgselt võib bituumeni mõningane jäigenemine toimuda ka selle kuumladustamise ning transpordi käigus. Nagu eespool mainitud, siis jäigenemise ulatus sõltub peamiselt hapnikuga kokkupuute kestusest, bituumenkihi paksusest ja segu temperatuurist. Kui segu juhitakse hoidlasse, siseneb koos sellega mingi kogus õhku, mis jääb materjali tühimikesse. Ladustamise kestel reageerib osa kaasahaaratud õhus sisalduvast hapnikust bituumeniga. Kui mahutisse ei satu lisaõhku, siis bituumeni oksüdeerumine lakkab. Oluline on, et sisse- ja väljalaskeavad oleksid õhukindlad. Samuti peaks mahuti olema võimalikult täis, et minimeerida vaba õhu hulka mahuti ülaosas. Lisaks on täheldatud, et kui segu suunata segistist otse veoautosse, siis on transpordi ajal esinev jäigenemine üsna sarnane asfaldimahutites toimuvaga [9].

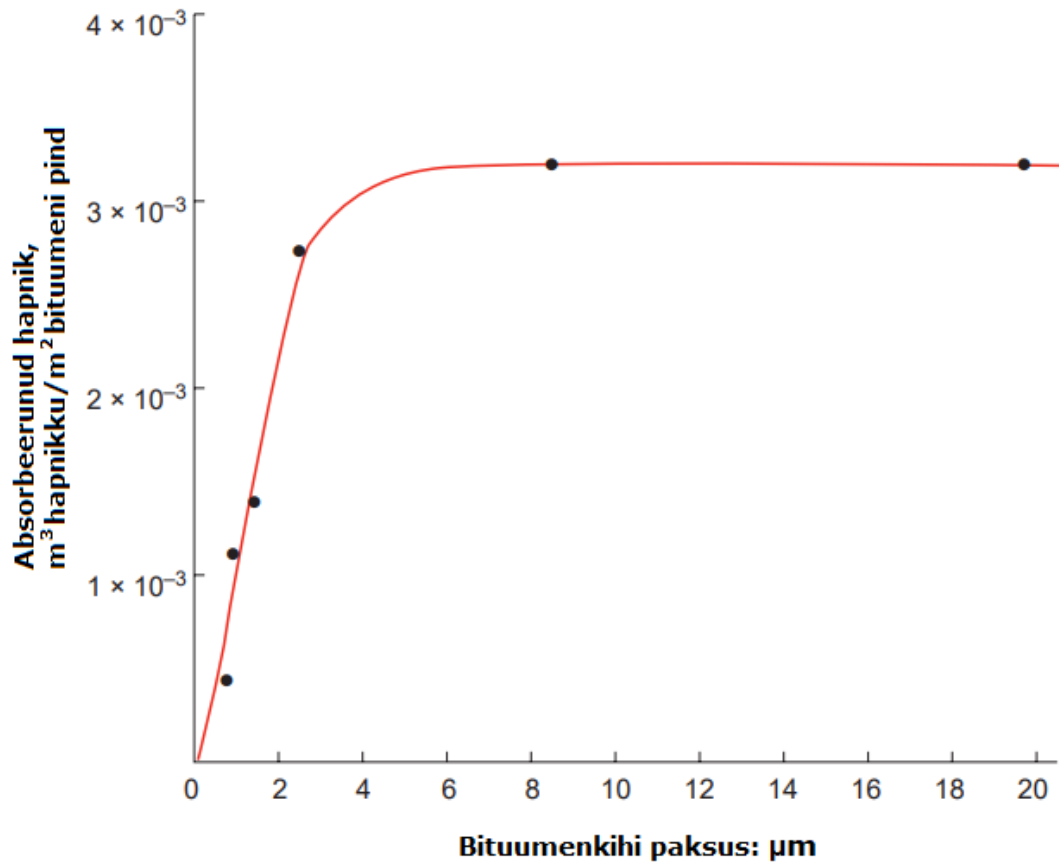
Kui segu paigaldatakse madalatel temperatuuridel või kui seda tuleb hoida mõnda aega hoidlates, siis tekib sageli tahtmine tõsta segamistemperatuuri, et neid kahte faktorit tasakaalustada. Selline teguviis aga kiirendab oluliselt bituumeni oksüdatsiooni kiirust ning tõstab viskoossust, mis lõppkokkuvõttes võib mõjutada asfaltsegu pikaajalist toimivust [9].

3.2.3 Bituumeni vananemine asfaltkatte eksploatatsiooni käigus

Asfaltsegu koosseisus oleva bituumeni pikaajaline vananemise protsess algab koheselt pärast segu laotamist ning kulgeb kogu asfaltsegu eksploatatsiooniea jooksul. Pikaajalise vananemise ulatus oleneb veest ning selle ligipääsust katendisse, UV-kiirgusest, kliimatingimustest, täitematerjalide ümber oleva bituumenkihi paksusest ja õhu ligipääsust katendisse [18]. Nende tegurite mõjul muutub bituumen kõvaks ja rabadaks ning see soodustab lagunemist, väsimuspragude teket ja madalatest temperatuuridest tingitud kokkutõmbumise pragude teket [19]. Joonisel 3.2 on kujutatud seos 50 °C juures absorbeerunud hapniku ja bituumenkihi paksuse vahel.

Campen, Smith, Erickson ja Mertz tõestasid bituumenuuringute käigus, et paksemad bituumenkihid tekitasid segusid, mis olid elastsed ja vastupidavad, samas kui õhukesed kihid tekitasid segusid, mis olid rabadad, kaldusid liigselt pragunema ning vähendasid asfaltsegu kasutusiga. Nende analüüsitud andmete põhjal leiti, et keskmised

bituumenkihi paksused vahemikus 6-8 μm on andnud kõige kvaliteetsemad teekatte segud. Samuti jõudsid nad järeldusele, et kihi paksus väheneb, kui täitematerjali pindala suureneb [20].



Joonis 3.2 Seos 50 °C juures absorbeerunud hapniku ja bituumenkihi paksuse vahel [9]

4 LABORATOORNE BITUUMENI VANANDAMINE

Sideainena asfaltsegudes kasutatavate bituumenite vananemistähtuste jäljendamiseks erinevate etappide jooksul tootmisest kuni kasutusele on välja töötatud mitmeid laboratoorseid katseid. Need hõlmavad sageli endas temperatuuri tõstmist, bituumenikihi paksuse vähendamist, hapniku rõhu suurendamist või nende kõigi kombinatsioone, mis on viis raskete vananemistingimuste tekitamiseks [16].

Tänapäeval kõige laialdasemat kasutust leidnud laboratoorsed katsed bituumeni vanandamiseks on TFOT (*Thin Film Oven Test*), RTFOT (*Rolling Thin Film Oven Test*), PAV (*Pressure Ageing Vessel*) ja UV (*Ultraviolet Testing*). Esimest kahte TFOT ja RTFOT kasutatakse asfaltsegu segamise, ladustamise, transpordi ja paigaldamise ajal aset leidva lühiajalise vananemise simuleerimiseks. Ülejäänud kahte PAV ja UV kasutatakse pikaajalise vananemise simuleerimiseks materjali kasutusele jooksul [16].

Käesoleva magistritöö raames keskendutakse lähemalt lühiajalise vananemise protsessi uurimisele, mida simuleeritakse RTFOT katseseadet kasutades.

4.1 RTFOT katse väljaarenemine ning kirjeldus

RTFOT katse eelkäijaks on 1940. aastal Lewise ja Welborni poolt kasutusele võetud TFOT katseseade, mille eesmärgiks oli eristada erineva volatiilsus- ja kõvenemisomadustega bituumeneid. TFOT katsel asetatakse 50 ml bituumeniproov lamedasse 140 mm läbimõõduga anumasse, mille tulemuseks saadakse 3,2 mm paksune bituumenikiht. Kaks või enam neist anumatest asetatakse seejärel pöörlevale riulile (5-6 pööret minutis) ahjus 5 tunniks temperatuuril 163 °C. AASHTO võttis TFOT-i kasutusele 1959. aastal ja ASTM 1969. aastal. TFOT katse peamine miinus on see, et kuna bituumenit katse ajal ei segata ega pöörata, siis võib vananemine (peamiselt volatiilsete ainete kadu) piirduda ainult bituumeniproovi pinnaga [21].

RTFOT on tõenäoliselt TFOT-i kõige olulisem modifikatsioon, mis hõlmab endas bituumeni asetamist klaaspurki (pudelisse) ja selle pöörämist õhemate bituumenikihtidena kui TFOT-is kasutatav 3,2 mm kiht. Seetõttu simuleerib RTFOT palju paremini reaalselt bituumeni vananemist asfaltsegu segamise ajal [21].

RTFOT töötati välja California Maanteed Osakonna (*California Division of Highways*) poolt. Selles katses on kaheksa klaaspudelit, millest igaühete pannakse 35 g bituumenit. Seejärel asetatakse need vertikaalselt pöörlevale riulile ning juhatakse igasse proovipudelisse pöörlemise ajal kuuma õhku. Katse käigus voolab bituumen pidevalt

mööda iga anuma sisepinda suhteliselt õhukeste 1,25 mm paksuste kihtidena. Katse sooritatakse üldjuhul temperatuuril 163 °C ning see kestab 75 minutit. Pöörlemiskiirus on tavaliselt 15 pööret minutis ja õhuvool juhitakse proovidesse 4000 ml/min. See meetod tagab kogu bituumeni kokkupuute kuumuse ning õhuga ning pideva pöörlemise korral ei teki nn bituumeni kaitsvat nahakihti. RTFOT katseseadme eestvaade ning õhuvoolu skemaatiline esitus on esitatud joonisel 4.1. Katse tingimused pole küll identsed reaalses praktikas esinevate tingimustega, kuid kogemus on näidanud, et vananemise ulatus RTFOT katse käigus korreleerub suhteliselt hästi tavalise segamisprotsessi käigus täheldatud vananemisega. ASTM võttis RTFOT-i kasutusele 1970. aastal [21].

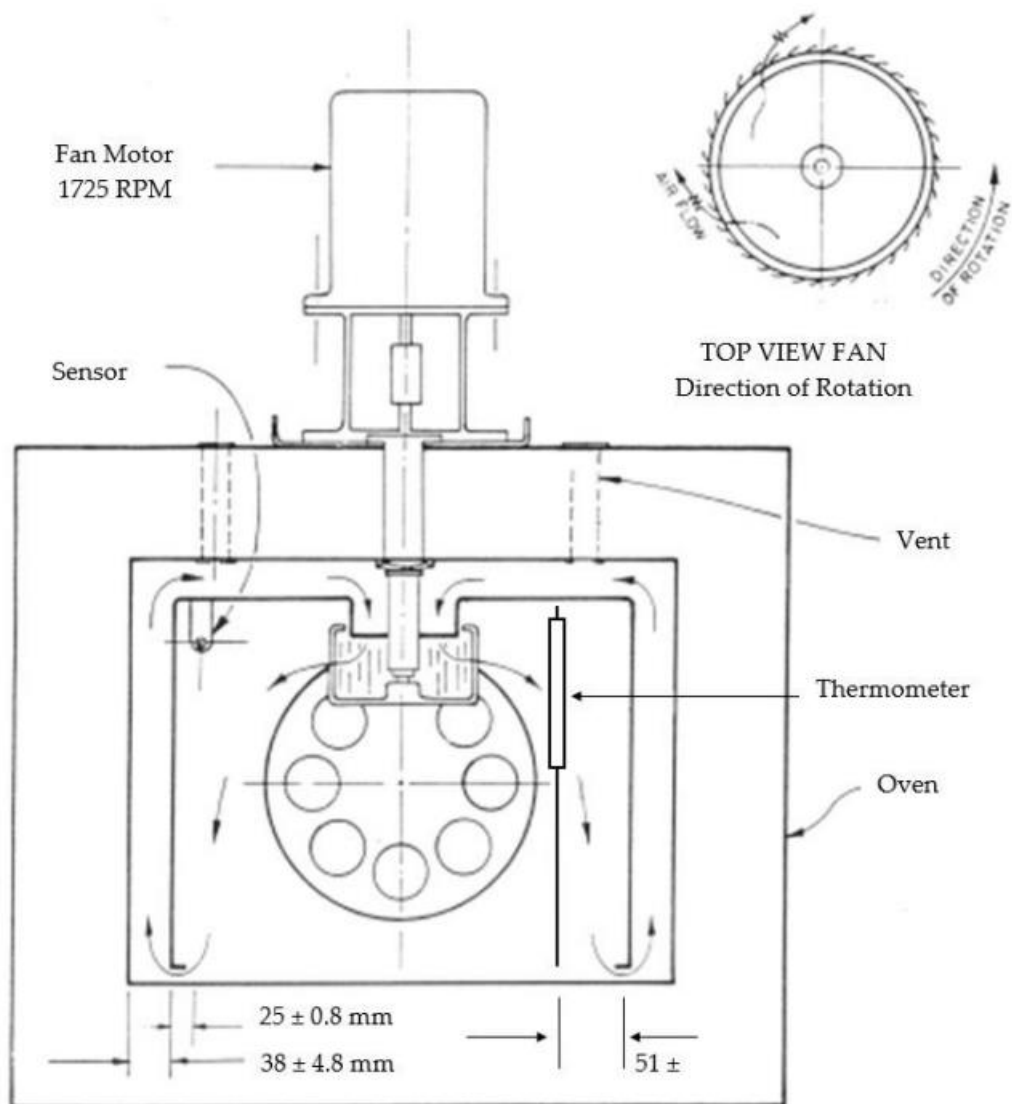


FIGURE 1

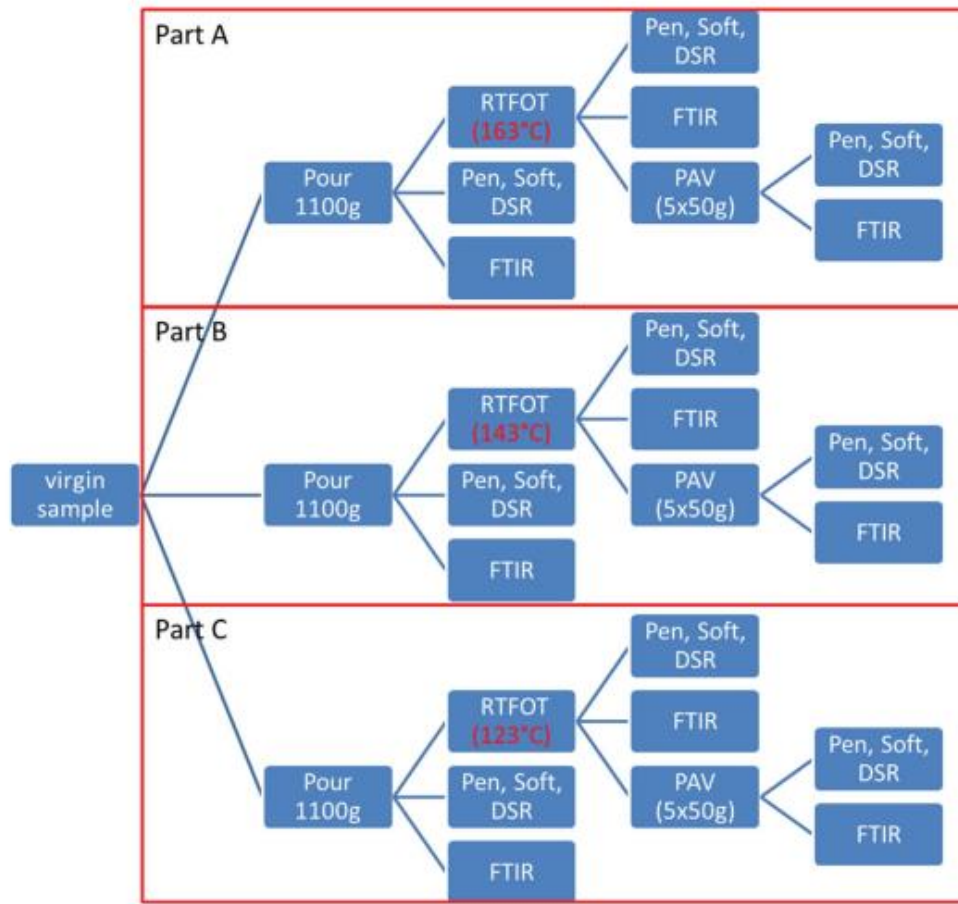
Joonis 4.1 RTFOT katseseadme eestvaade ning õhuvoolu skemaatiline esitus (inglise keeles) [22]

4.2 RTFOT katse erinevatel temperatuuridel – varasem kogemus

Alapeatükk 4.2 põhineb uuringul „Effect of short-term ageing temperature on bitumen properties“ [23]. Uuringu valmimisel töötas koos 10 laboratooriumit viiest erinevast riigist, esindatud olid nii akadeemilised institutsioonid kui ka tööstused. Kaasatud laboratooriumid olid Technical University of Vienna Austriast, Empa Šveitsist, University of Braunschweig Saksamaalt, Arizona Chemical Hollandist, IMP Šveitsist, Nynas Rootsist, Michigan Technical University USA-st, Q8 Hollandist, Repsol Hispaaniast ja University of Nottingham Suurbritanniast.

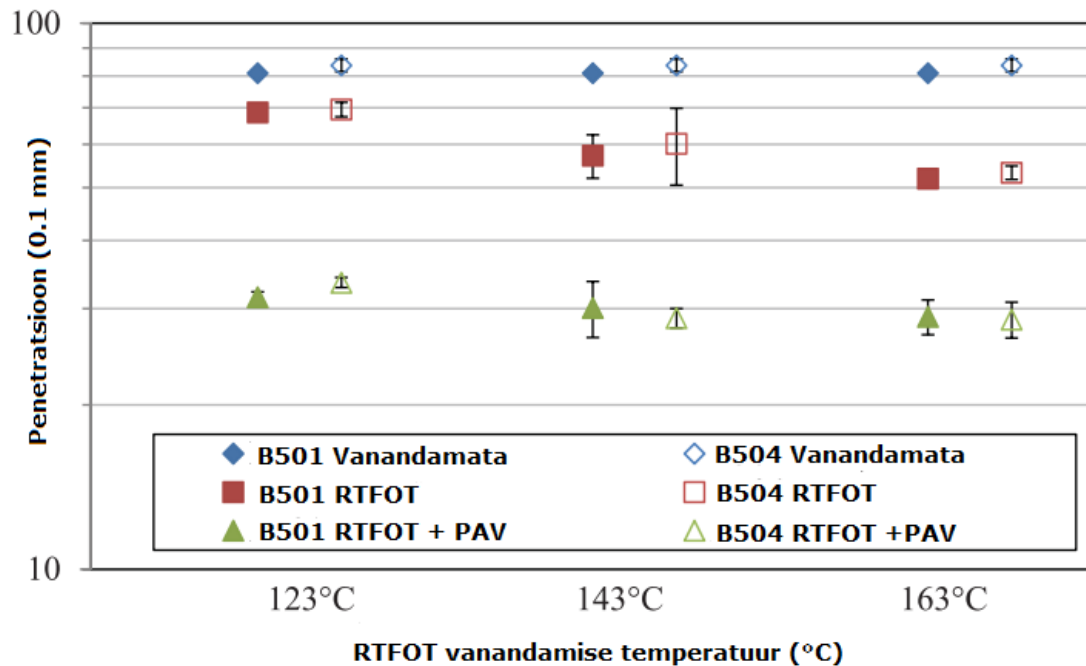
Uuringus kasutati nelja erineva päritoluga bituumensideainet, mis vastavalt EN 12591 standardile olid penetratsiooniga 70/100. Need on märgistatud vastavalt B501, B502, B503 ja B504. Esialgsete testide kaudu ilmnes, et nende hulgas oli kaks eristatavat bituumeni tüüpi ning lähemalt keskenduti bituumenite B501 ja B504 tulemuste uurimisele.

Katseprogrammi ülevaade on toodud joonisel 4.2. See koosneb kolmest osast, mis erinevad üksteisest RTFOT-i katsetemperatuuri poolest: 163 °C osa A puhul, 143 °C osa B puhul 123 °C osa C puhul. Kõigi vanandamata, lühiajaliselt vanandatud ja pikaajaliselt vanandatud proovide puhul viidi läbi DSR test ning ka penetratsiooni ja pehmenemistäpi määramine (kuuli-rõnga meetod). Vananemise keemiliseks iseloomustamiseks sooritati proovidega ka FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*).



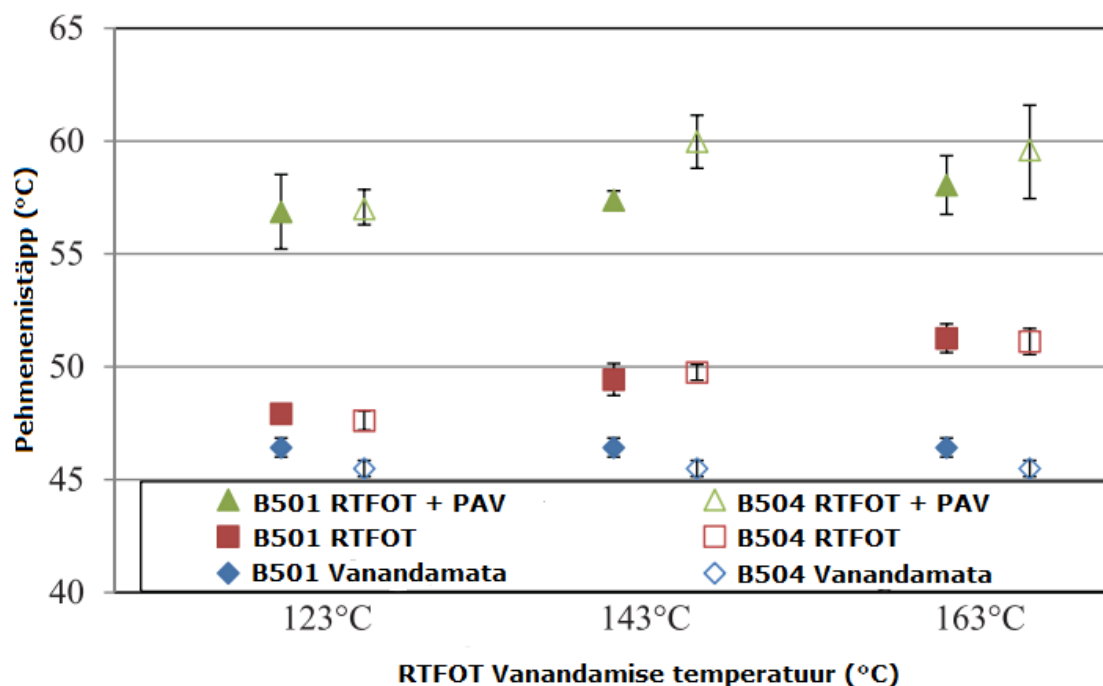
Joonis 4.2 Läbiviidud katseprogrammi ülevaade (inglise keeles)

Vaadeldavate bituumenite B501 ja B504 penetratsiooni muutuseid kõigis kolmes etapis (A, B ja C) kajastab joonis 4.3. Sealt nähtub, et esialgu on vanandamata bituumenite penetratsioon ligikaudu $80 \times 0,1$ mm. Selgelt on eristatav RTFOT-i vananemine erinevatel temperatuuridel. RTFOT-i temperatuuri tõstmine suurendab vananemise intensiivsust. $163 \text{ }^{\circ}\text{C}$ juures sooritatud katse käigus langes proovide penetratsioon suurusjärku $50 \times 0,1$ mm, temperatuuril $143 \text{ }^{\circ}\text{C}$ saadi tulemus ligikaudu $60 \times 0,1$ mm ja temperatuuril $123 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ligikaudu $70 \times 0,1$ mm. Kuid pärast järgnevat PAV vanandamist vähenes kõigi erinevatel RTFOT temperatuuridel vanandatud bituumeniproovide penetratsiooni väärtus suurusjärguni $30 \times 0,1$ mm. Siit järeldub, et erinevused penetratsioonis, mis tekivad RTFOT vanandamisel temperatuuri muutes ühtlustuvad pärast PAV vanandamist.



Joonis 4.3 Bituumenite B501 ja B504 Penetratsioon erinevatel RTFOT temperatuuridel vanandades ning edasise PAV vanandamise tulemusel

Bituumenite B501 ja B504 pehmenemistäpi muutumine kõigis kolmes (A, B ja C) uurimisetapis on kujutatud joonisel 4.4. Algselt oli bituumeniproovide pehmenemistäpp 46 °C kandis. Pärast RTFOT vanandamist temperatuuril 123 °C tõusis pehmenemistäpp u 48 °C juurde. Sama protsessi 143 °C temperatuuril läbi viies saadi proovide pehmenemistäpiks ligikaudu 50 °C ja pärast 163 °C juures vanandamist veidi üle 51 °C. Sarnaselt penetratsioonile ühtlustusid erinevatel RTFOT temperatuuridel vanandatud proovide pehmenemistäpid pärast PAV vanandamist. PAV vanandamine pärast RTFOT-i temperatuuril 123 °C tõstis nii proovi B501 kui ka B504 pehmenemistäpi 57 °C juurde. PAV pärast RTFOT-i temperatuuril 143 °C ja 163 °C tõstis bituumenite B501 ja B504 pehmenemistäpid vastavalt ca 58 °C ja 59 °C-ni. Samuti tuleb ära märkida, et tulemuste standardhälve pärast PAV vanandamist oli suurem kui pärast RTFOT vanandamist. Katse põhjal võib järeldada, et RTFOT-i puhul kasutatav vananemistemperatuur ei mõjuta pärast PAV vanandamist olulisel määral pehmenemistäppe.

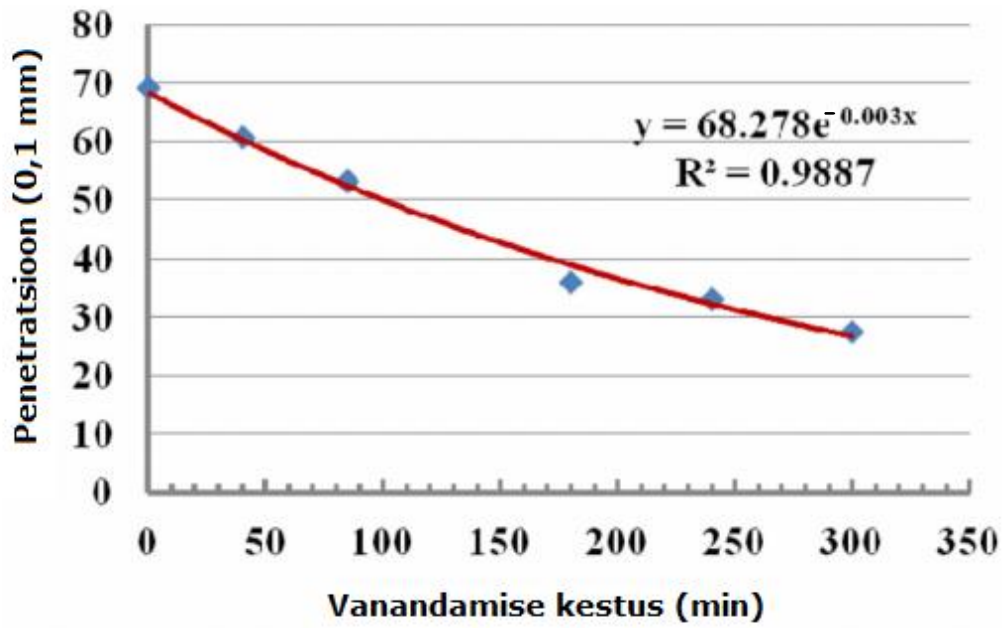


Joonis 4.4 Bituumenite B501 ja B504 pehmenemistäpi muutumine erinevatel RTFOT temperatuuridel vanandades ning edasise PAV vanandamise tulemusel

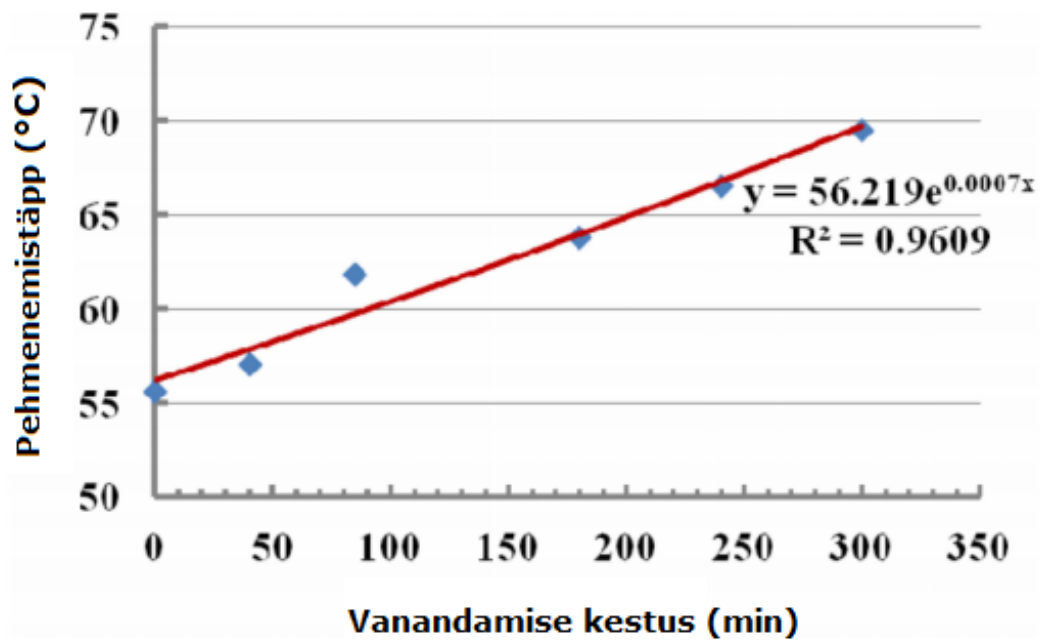
4.3 RTFOT katse erinevatel kestustel – varasem kogemus Hiina näitel

Alapeatükk 4.3 põhineb uuringul „Mechanism analysis of different ageing road asphalt by RTFOT and IR methods“ [24]. Uuring viidi läbi Hiina ülikooli Hunan University of Science and Technology poolt ning koostajateks olid Y.Nie, J.Ding ja D.Li.

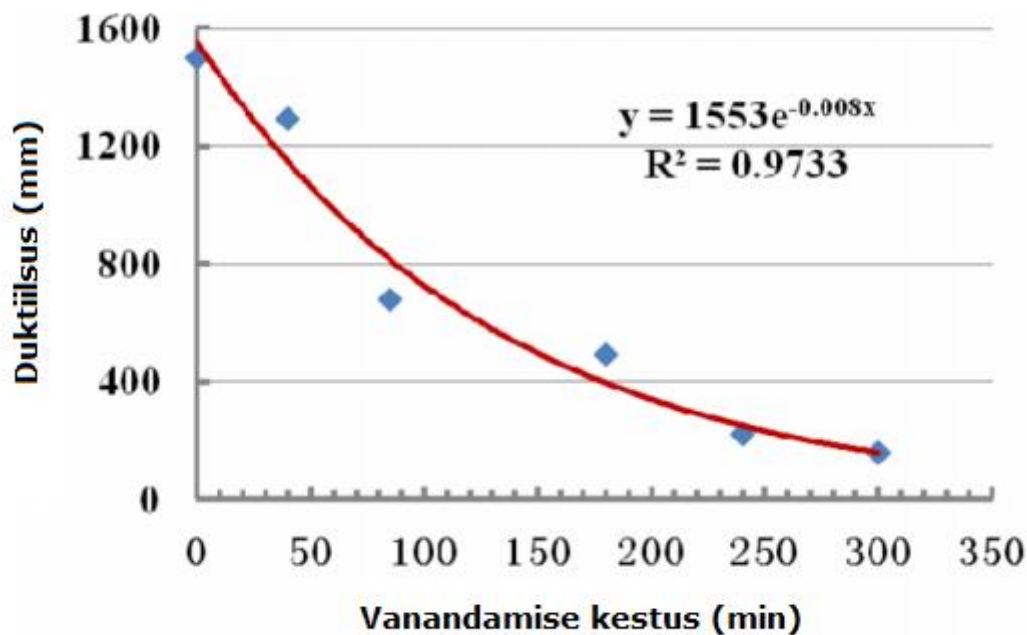
Uuringu käigus vanandati RTFOT meetodil bituumeniproovi penetratsiooniga veidi alla 70 erinevatel vanandamise kestustel: 0 min, 40 min, 85 min, 180 min, 240 min ja 300 min. Seejärel mõõdeti penetratsiooni, pehmenemistäppi ja duktiilsust. Penetratsiooni määramine sooritati Hiina standardi T0604-2011, duktiilsuse määramine standardi T0605-2011 ja pehmenemistäpi määramine standardi T0606-2011 kohaselt. RTFOT-i puhul juhinduti standardist T0610-2011, välja arvatud osas, mis käsitleb vanandamise kestuse muutmist. Nimetatud kolme parameetri mõõtmistulemused erinevatel RTFOT kestustel on toodud joonistel 4.5 – 4.7.



Joonis 4.5 Bituumeni penetratsiooni muutus erinevatel vanandamise kestustel



Joonis 4.6 Bituumeni pehmenemistäpi muutus erinevatel vanandamise kestustel



Joonis 4.7 Bituumeni duktiilsuse muutus erinevatel vanandamise kestustel

Jooniselt 4.5 nähtub, et vanandamise kestuse pikenedes väheneb bituumeni penetratsioon. Algselt oli vanandamata bituumen penetratsiooniga veidi alla 70 x 0,1 mm. 85 minuti (Hiina standardijärgne RTFOT kestus) möödudes oli penetratsiooni väärtus pisut üle 50 x 0,1 mm ja pärast 300 minutit vanandamist ligikaudu 27-28 x 0,1 mm. Korrelatsioonikordaja joonise 4.5 andmete põhjal on 0,989.

Jooniselt 4.6 saab välja lugeda, et vanandamise kestuse pikenedes bituumeni pehmenemistäpp tõuseb. Vanandamata bituumeni Pehmenemistäpp jäi 56 °C kanti. Standardi T0610-2011 järgsel RTFOT kestusel vanandades tõusis proovi pehmenemistäpp ligikaudu 62 °C juurde ning 300 min vanandamise järel jäi pehmenemistäpp natuke alla 70 °C. Korrelatsioonikordajaks joonise 4.6 andmete põhjal on 0,961.

Joonis 4.7 näitab, et mida suurem on vanandamise kestus, seda väiksem on vanandatud bituumeni duktiilsus. Vanandamata bituumeni puhul mõõdeti duktiilsuseks ligikaudu 1500 mm. Pärast RTFOT-i 85 minuti juures saadi duktiilsuseks ca 700 mm ning 300 minutise vanandamise korral langes näitaja juba 150 mm kanti. Korrelatsioonikordajaks joonise 4.7 andmete põhjal on 0,973.

Tulemuste põhjal võib järeldada, et penetratsiooni, pehmenemistäpi kui ka duktiilsuse tulemused kuuel erineval RTFOT vanandamise kestusel moodustavad eksponentsiaalse funktsiooni. Samuti võib ära märkida, et duktiilsuse väärtuste amplituud on palju suurem kui penetratsiooni ja pehmenemistäpi puhul.

5 LABORATOORSED TÖÖD NING KATSETUSED

Käesoleva magistritöö üheks eesmärgiks on laboratoorsete katsetuste kaudu uurida bituumeni lühiajalise vananemise protsessi ning olemust. Bituumeni lühiajalise vananemise protsessi mõju hindamine on oluline, kuna just asfaltsegu koosseisus sideainena esineva bituumeni jäigenemine ning rabedaks muutumine on üheks peamiseks teguriks, mille tõttu katted lagunema hakkavad.

Sooritatud katsetustes kasutati bituumeni lühiajalise vanandamise laboratoorse meetodina eelnevalt kirjeldatud RTFOT seadet. Uuringu käigus muudeti seadme erinevaid sisendparameetreid (temperatuur, õhuvool, vanandamise kestvus) ning vaadati, mil määral avaldab see mõju bituumeni kahele põhilisele vananemist iseloomustavale parameetrile, milleks on penetratsioon ja pehmenemistäpp. Selleks võeti tehast kaks erinevat bituumeniproovi (mõlemad penetratsiooniga 70/100), millest ühte kasutati segu AC 16 surf valmistamiseks ning teist AC 32 base segamiseks. Esialgsete katsetuste tulemusel aga selgus, et bituumenid olid praktiliselt identsete näitajatega ning seetõttu mindi edasi ühe bituumeniprooviga.

Samuti oli üheks eesmärgiks hinnata standardse RTFOT katse (temperatuur 163 °C, õhuvool 4000 ml/min, kestus 75 minutit) pädevust imiteerida asfaltsegu segamise, ladustamise, transpordi ja paigaldamise ajal aset leidvat lühiajalist vananemist. Selleks võeti lisaks kahele bituumeniproovile tehast ka valmissegatud AC 16 surf ja AC 32 base segude proovid ning sama protsessi korrati ka objektil laoturi juures.

Üldises pildis saabki teostatud katsetuste plaani esitada kahes osas:

1. Bituumeni RTFOT vanandamise uurimine, seadme erinevaid sisendparameetreid muutes (OSA A).
 - Bituumeniproovide võtmine tehast.
 - Penetratsiooni ja pehmenemistäpi mõõtmise vanandamata bituumenitel.
 - RTFOT temperatuuridel 143 °C, 163 °C ja 183 °C, õhuvoolul 4000 ml/min ja kestusel 75 min.
 - Erinevatel temperatuuridel vanandatud bituumeniproovide penetratsiooni ja pehmenemistäpi määramine.
 - RTFOT õhuvooludel 3500 ml/min, 4000 ml/min ja 4500 ml/min, temperatuuril 163 °C ja kestusel 75 min.
 - Erinevatel õhuvooludel vanandatud bituumeniproovide penetratsiooni ja pehmenemistäpi määramine.
 - RTFOT kestustel 55 min, 75 min ja 95 min, temperatuuril 163 °C ja õhuvoolul 4000 ml/min.

- Erinevatel kestustel vanandatud bituumeniproovide penetratsiooni ja pehmenemistäpi määramine.
- Tulemuste hindamine ning analüüs

2. Tehasest ning laoturist võetud segudest AC 16 surf ja AC 32 base bituumeni eraldamine ning selle võrdlemine standardse RTFOT katse teel vanandatud bituumeniga (OSA B).

- Proovide võtmine tehasest ja objektilt
- Tehasest võetud AC 16 surf ja AC 32 base seguproovidest bituumeni eraldamine.
- Eraldatud bituumenitel penetratsiooni ja pehmenemistäpi määramine.
- Laoturist võetud AC 16 surf ja AC 32 base seguproovidest bituumeni eraldamine.
- Eraldatud bituumenitel penetratsiooni ja pehmenemistäpi määramine.
- Tulemuste võrdlemine standardsel RTFOT katsel vanandatud bituumeni näitajatega.

Eesti teebituumeni (margiga 35/50 kuni 160/220) standardi EVS 901-2:2016 kohased nõuded on välja toodud tabelis 5.1.

Tabel 5.1 Teebituumeni standardi EVS 901-2:2016 järgsed nõuded [25]

Omadus	Ühik	35/50	50/70	70/100	100/150	160/220	Katsemeetod
Penetratsioon, 25 °C	0.1 mm	35–50	50–70	70–100	100–150	160–220	EVS-EN 1426
Pehmenemistäpp	°C	50–58	46–54	43–51	39–47	35–43	EVS-EN 1427
Kinemaatiline viskoossus, 135 °C	mm ² /s	≥ 370	≥ 295	≥ 230	≥ 175	≥ 135	EVS-EN 12595
Dünaamiline viskoossus, 60 °C	Pa·s	≥ 225	≥ 145	≥ 90	≥ 55	≥ 30	EVS-EN 12596
Fraassi murdumistäpp	°C	≤ miinus 5	≤ miinus 8	≤ miinus 10	≤ miinus 12	≤ miinus 15	EVS-EN 12593
Leektäpp, Clevelandi lahtine tiigel	°C	≥ 240	≥ 230	≥ 230	≥ 230	≥ 220	EVS-EN ISO 2592
Lahustuvus toluenis	massi%	≥ 99,0	≥ 99,0	≥ 99,0	≥ 99,0	≥ 99,0	EVS-EN 12592
Penetratsiooniindeks	-	miinus 1,5 kuni pluss 0,7					Lisa C
Pärast kuumutamist, RTFOT, 163 °C:							EVS-EN 12607-1
— massi muutus, max	massi%	±0,5	±0,5	±0,8	±0,8	±1,0	
— jääkpenetratsioon	%	≥ 53	≥ 50	≥ 46	≥ 43	≥ 37	
— pehmenemistäpi tõus	°C	≤ 8	≤ 9	≤ 9	≤ 10	≤ 11	

5.1 Laboratoorsete tööde käigus tehtud toimingutele vastavad standardid

Usaldusväärsete ning ühesugustel tingimustel läbiviidud katsetulemuste saamise puhul on oluline, et kõik sooritatud katsed ning mõõtmised oleksid kooskõlas vastava standardiga, milles on antud protsessidele esitatavad nõudmised välja toodud. Samuti on oluline, et kõik katse- ning mõõteseadmed oleksid kalibreeritud.

Järgnevalt on tabelis 5.2 välja toodud standardid, millest sooritatud tööde/katsete tegemisel on lähtutud:

Tabel 5.2 Töödele/katsetustele vastavad standardid

Sooritatud töö nimetus	Sooritatud tööle vastav standard
Bituumeniproovide võtmine	EVS-EN 58:2012
Asfaltsegude proovide võtmine	EVS-EN 12697-27:2017
Nõelpenetratsiooni määramine	EVS-EN 1426:2015
Pehmenemistäpi määramine kuuli-rõnga meetodil	EVS-EN 1427:2015
RTFOT standardijärgsetel tingimustel	EVS-EN 12607-1:2014
Bituumeni ekstraheerimine segust	EVS-EN 12697-1:2020
Bituumeni destilleerimine	EVS-EN 12697-3:2013 +A1:2018

5.2 OSA A tarbeks tehtud katsed ning katseseadmete kirjeldus

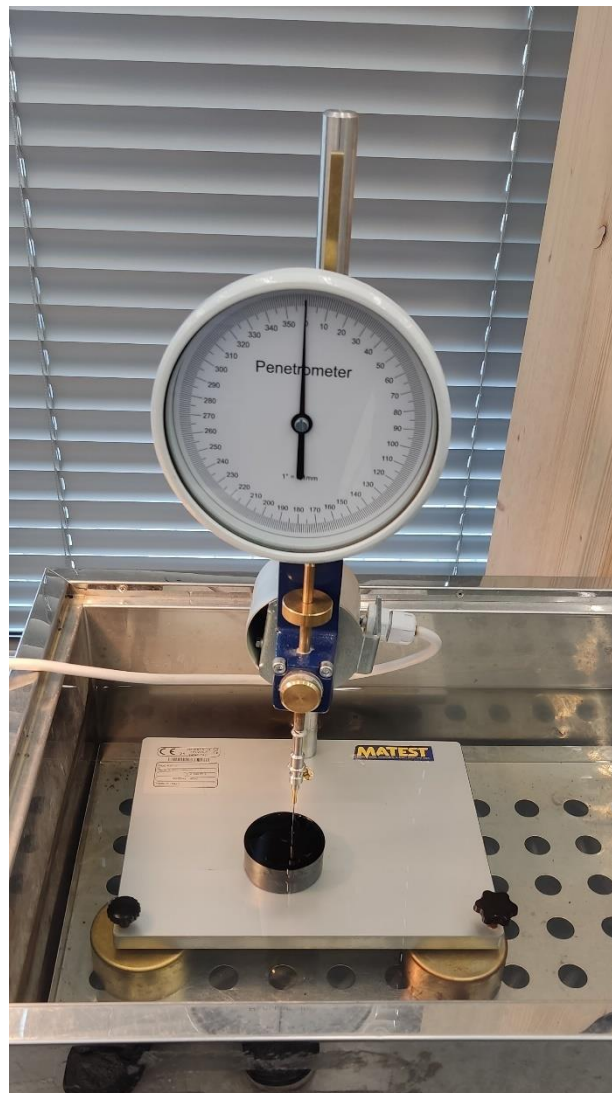
5.2.1 Nõelpenetratsiooni määramine

Nõelpenetratsiooni määramisel järgiti standardis EVS-EN 1426:2015 [26] juhiseid. Katse põhimõte kujutab endast standardse nõela läbitungimist tingimustele vastavas katseproovis. Kuna katsetatavate bituumenite penetratsioon jääb vahemikku kuni 330 mm x 0,1 mm, siis sai valitud katseparameetriteks temperatuur 25 °C, rakendatav koormus 100g ning koormamise aeg 5 s.

Katse läbiviimiseks kasutatud seadmed olid järgmised:

- Penetromeeter – seade, mis võimaldab nõelahoidjal liikuda vertikaalselt märkimisväärse hõõrdeta ning määrata nõela sissevajumist täpsusega 0,1 mm.
- Penetratsiooninõel – vastab standardis toodud nõuetele.
- Katseproovi tops – metallist silindriline ning lamedapõhjaline.
- Veevann (termostaatvann) – katse läbiviimisel oli vee temperatuur 25 °C. Penetratsioonikatseid teostati otse vannis.
- Taimer – koormamise aega (5 s) määrati taimeriga, mis alustas aja võtmist koheselt pärast seadme vabastamist. Mõõtetäpsuseks 0,1 s.

Iga proovi puhul teostati kolm penetratsiooni määramist kolme eri nõelaga katseproovi pinnal, mis asuvad topsi seintest ja üksteisest vähemalt 10 mm kaugusel. Katse on visualiseeritud joonisel 5.1.



Joonis 5.1 Nõelpenetratsiooni määramine

5.2.2 Pehmenemistäpi määramine kuuli-rõnga meetodil

Pehmenemistäpi määramisel kuuli-rõnga meetodiga järgiti standardis EVS-EN 1427:2015 [27] juhiseid. Katse käigus kuumutatakse vedelikuvannis kahte õlgnikuga messingrõngasse valatud horisontaalset bituumensideainest ketast, mis mõlemad kannavad endal teraskuuli. Pehmenemistäpp esitatakse temperatuuride keskmisena, mille juures kaks bituumenketast pehminevad piisaval määral, mis võimaldab kummalgi bituumensideainest ümbritsetud kuulil vajuda allapoole $25 \text{ mm} \pm 0,4 \text{ mm}$ ulatuses.

Katse läbiviimiseks kasutatud seadmed olid järgmised:

- Kuuli-rõnga seade – koosneb alltoodud osadest
 - Automaatne mõõteseade.
 - Rõngad – kaks täisnurkõlgnikuga messingist rõngast standardis antud mõõtmega.
 - Valamisplaat – metallist lame ning sile plaat standardis toodud mõõtmega.
 - Kuulid – kaks roostevabast terasest kuuli läbimõõduga $9,50 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$ ja massiga $3,50 \text{ g} \pm 0,05 \text{ g}$.
 - Kuulide tsentreerimisjuhikud – kaks messingist teraskuulide tsentreerimiseks mõeldud juhikut, üks kummalegi rõngale.
 - Komplekt rõngastehoidjaga – roostevabast terasest või messingist koos hoidjaga kahe rõnga kandmiseks horisontaalses asendis.
 - Kuumutuskindel keeduklaas – 600 ml madala vormiga keeduklaas.
 - Temperatuuri mõõtvad seadmed.
 - Segur – magnetsegur, et tagada ühtlane soojuse jaotumine ning vältida turbulentsi kogu vannis. Seguri paigutus peab olema selline, et see ei häiriks katse sooritamise ajal proove.

Iga kuuli-rõnga katse puhul protokolliti temperatuur, mille korral kuuli ümbritsev bituumen katkestab seadme poolt läbi keeduklaasi juhitud valguskiire. Tulemused esitatakse mõlema bituumenrõnga puhul valguskiire katkemise hetkel fikseeritud temperatuuride keskmise väärtusena. Katse on visualiseeritud joonisel 5.2.



Joonis 5.2 Pehmenemistäpi määramine kuuli-rõnga meetodil

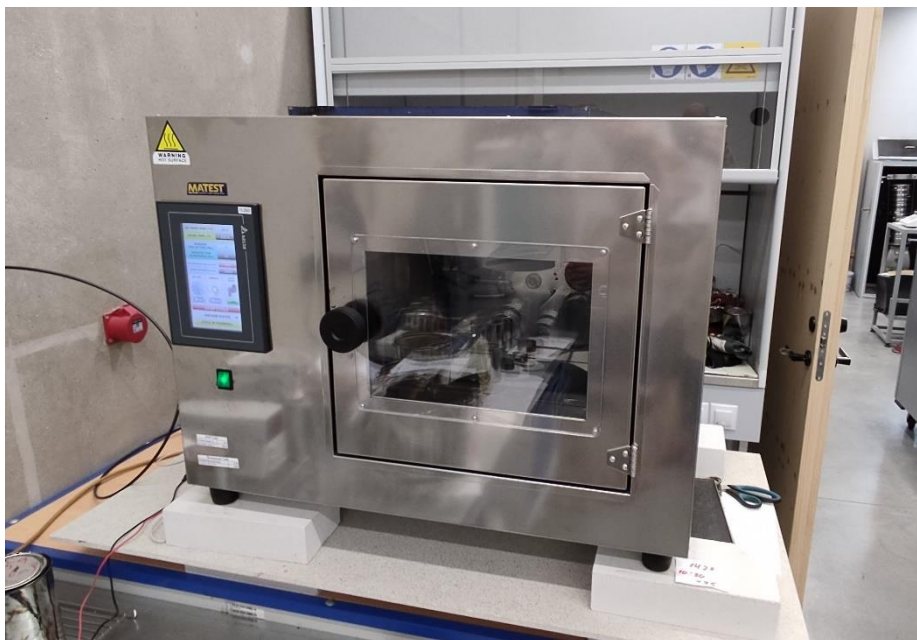
5.2.3 RTFOT vanandamise meetod

RTFOT katse põhimõtet on kirjeldatud alapunktis 4.1. Katsete sooritamisel järgiti standardi EVS-EN 12607-1:2014 [28] juhiseid, välja arvatud osas, mis sisaldas endas sisendparameetrite muutmist.

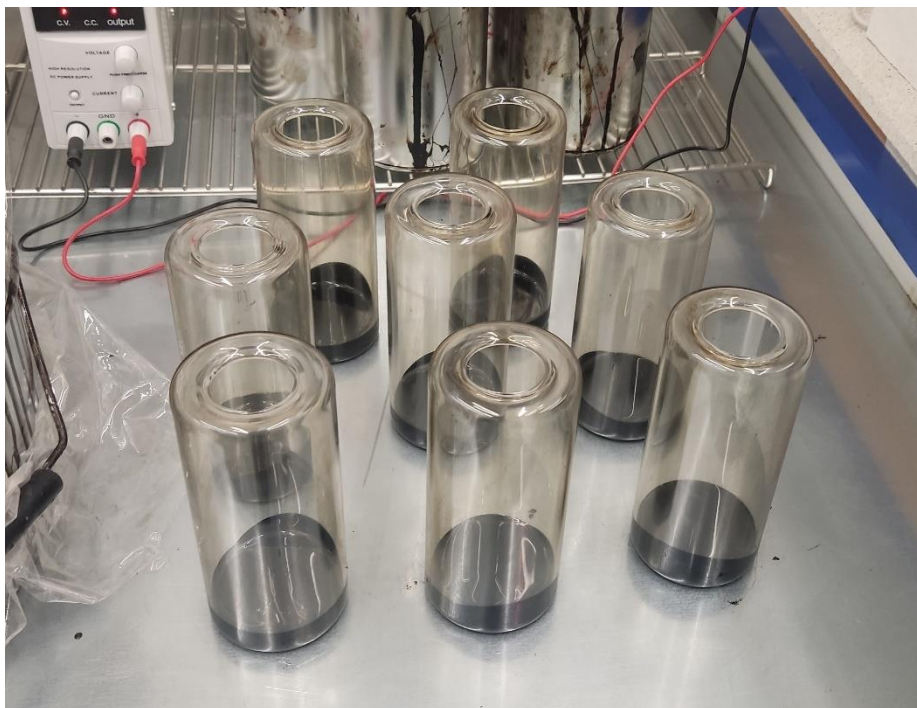
Katse läbiviimiseks kasutatud seadmed olid järgmised:

- RTFOT ahi (kujutatud joonisel 5.3) – standardis esitatud nõuetele vastav.
- Õhuvoolu mõõtur – peab olema võimeline mõõtma õhuvoolu $4,0 \pm 0,2$ l/min.

- Temperatuuri mõõtev seade – peab suutma mõõta temperatuure vähemalt vahemikus 150 °C kuni 200 °C.
- Klaasanumad (kujutatud joonisel 5.4) – valmistatud kuumakindlast klaasist ning standardis toodud mõõtudega.
- Kaal – täpsusega ± 1 mg.



Joonis 5.3 RTFOT ahi



Joonis 5.4 RTFOT klaasanumad koos 35 g katsetatava bituumeniga

5.3 OSA B tarbeks tehtud katsed ning katseseadmete kirjeldus

5.3.1 Bituumeni ekstraheerimine segust

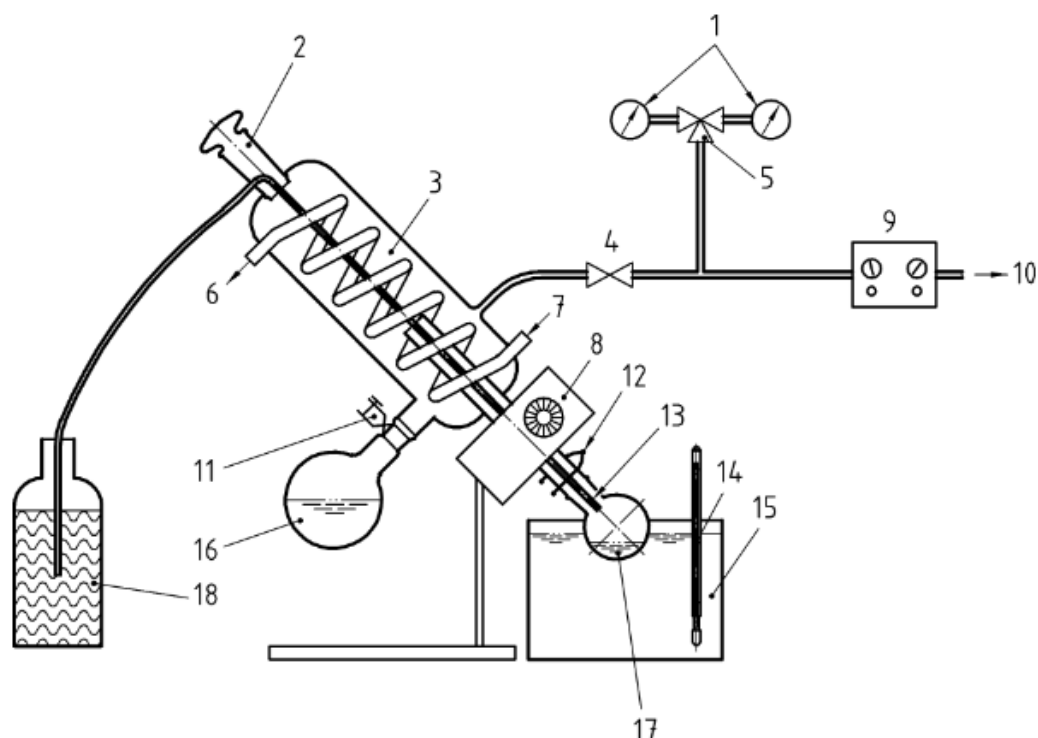
Bituumeni ekstraheerimisel segudest järgiti standardis EVS-EN 12697-1:2020 [29] juhiseid. Esmalt segati piisavas koguses välja mõõdetud asfaltseguproov lahustiga, milleks kasutati metüleenkloriidi. Lahusti eesmärgiks on lahustada segus sideainena kasutatav bituumen. Pärast seda valati proov poolautomaatsesse ekstraheerimise seadmesse (kujutatud joonisel 5.5). Ekstraheerimise tagajärjel eraldati omavahel täitematerjalid ning lahusti koos lahustunud bituumeniga. Viimane koguti kokku, et teostada edasine bituumeni eraldamine rotatsioonaurustiga destilleerides.



Joonis 5.5 Poolautomaatne ekstraheerimise seade

5.3.2 Bituumeni eraldamine rotatsioonaurustiga destilleerides

Pärast täitematerjalide eemaldamist tuleb omakorda eraldada bituumeni taastamiseks lahusest metüleenkloriid. Selleks sooritati bituumenilahusega vaakumdestillatsioon kasutades rotatsioonaurustit. Bituumeni eraldamisel rotatsioonaurustiga destilleerimise meetodil järgiti standardis EVS-EN 12687-3:2013+A1:2018 [30] juhiseid. Seadme osad on kujutatud joonisel 5.6.



Key

- 1 vacuum gauge
- 2 induction stopcock
- 3 condenser
- 4 auxiliary air inlet
- 5 change-over valve
- 6 water outlet
- 7 water inlet
- 8 rotary drive motor
- 9 vacuum regulator
- 10 to vacuum pump
- 11 screw clip
- 12 spring clip
- 13 delivery tube (end approximately 1/3 of way into flask)
- 14 thermometer
- 15 oil bath
- 16 receiving flask
- 17 rotating evaporating flask
- 18 bitumen solution

Joonis 5.6 Klassikalise rotatsioonaurusti elemendid (inglise keeles) [30]

5.3.3 Taastatud bituumeni penetratsiooni ja pehmenemistäpi määramine

Kui asfaltsegudest on bituumeni ja metüleenkloriidi lahus ekstraheeritud ning destilleerimise teel on lahusest eraldatud bituumen, siis järgnevalt sooritati taastatud bituumeniga juba alapunktis 5.2.1 kirjeldatud nõelpenetratsiooni määramine ning alapunktis 5.2.2 kirjeldatud pehmenemistäpi määramine kuuli-rõnga meetodil.

6 OSA A KATSETULEMUSTE ANALÜÜS

6.1 Tehasest võetud bituumeniproovide võrdlus

Tehasest võeti kaks erinevat vanandamata bituumeni proovi, mis mõlemad olid penetratsiooniga 70/100. Proovid on tähistatud vastavalt 1420 ja 1421. Bituumenit number 1420 kasutati segu AC 32 base valmistamiseks ning bituumenit number 1421 AC 16 surf segamiseks. Selleks, et teha kindlaks, kui suurel määral antud bituumeniproovide omadused üksteisest erinevad, sooritati mõlemaga nii penetratsiooni kui ka pehmenemistäpi mõõtmised. Mõõtetulemused on esitatud tabelis 6.1.

Tabel 6.1 Bituumeniproovide 1420 ja 1421 penetratsioon ning pehmenemistäpp

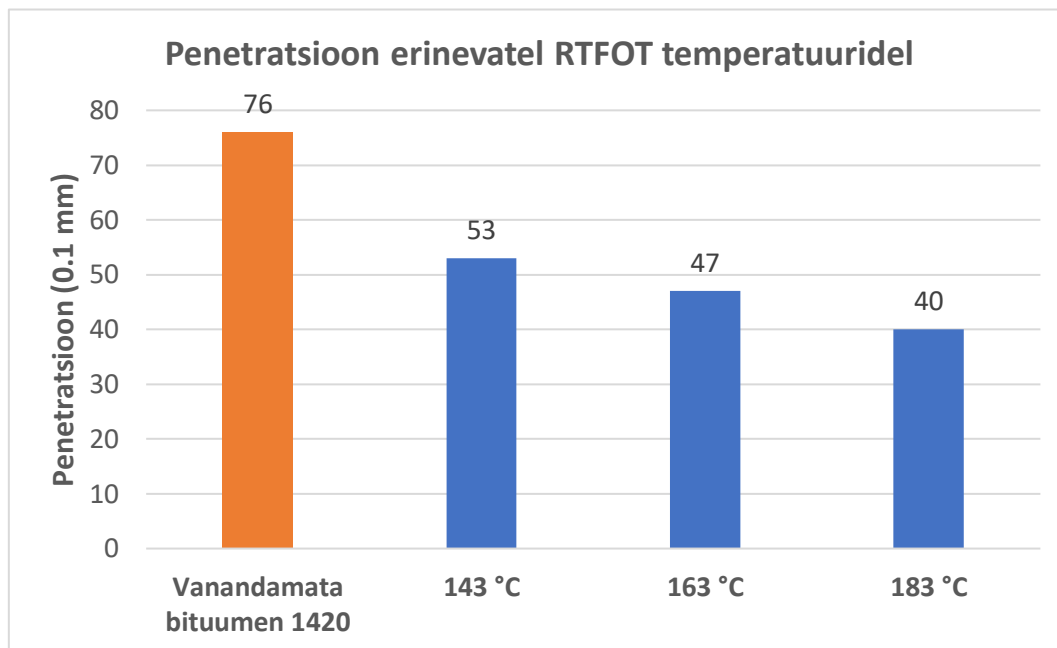
Proovi tähis	Penetratsioon (0,1 mm)			Pehmenemistäpp (°C)	
	1. katse	2. katse	3. katse	Vasak	Parem
1420	77	76	76	47.7	48.2
	Keskmine		76	Keskmine	48.0
1421	77	76	77	48.0	47.6
	Keskmine		77	Keskmine	47.8

Tabelist 6.1 nähtub, et bituumeni nr 1420 kolme katse keskmine penetratsioon on 76 x 0,1 mm ning pehmenemistäpp kahe bituumenketta keskmisena 48 °C. Proovi nr 1421 keskmiseks penetratsiooniks mõõdeti aga 77 x 0,1 mm ja pehmenemistäpiks 47,8 °C. Seega jõudsimme tulemuste põhjal järeldusele, et katsetatavad bituumenid on praktiliselt identsete näitajatega ning pole põhjust järgnevaid katsetusi sooritada eraldi mõlema bituumeniprooviga. Sellest tulenevalt kasutati edasiste katsetuste käigus vaid proovi nr 1420.

6.2 Bituumeni penetratsioon ja pehmenemistäpp erinevatel temperatuuridel vanandades

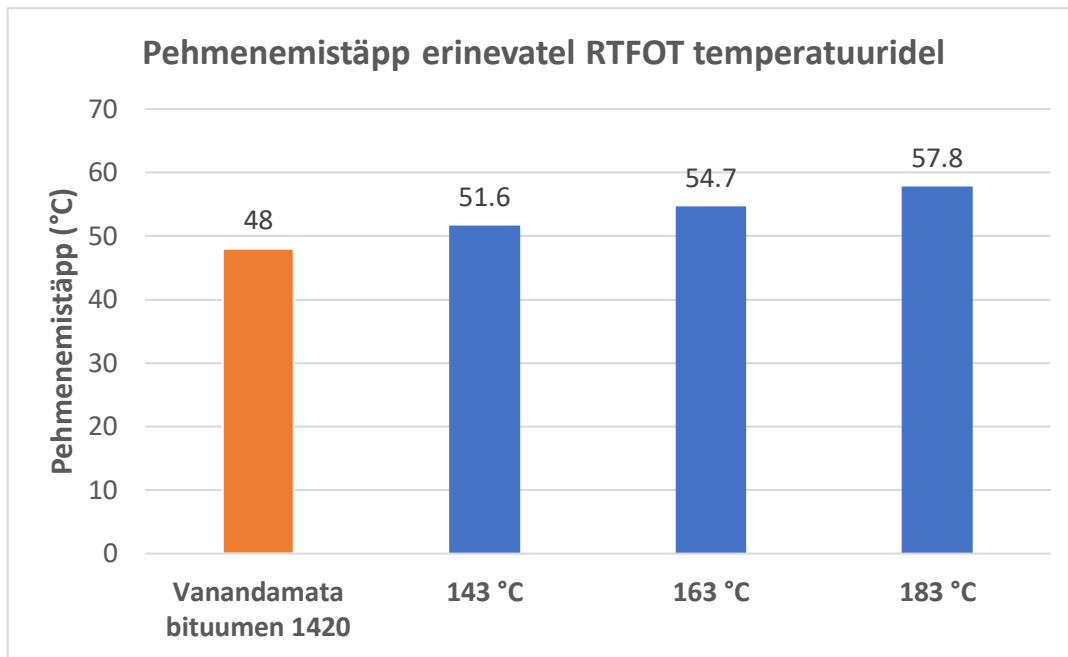
Esmalt uuriti, mil moel mõjutab RTFOT katse käigus rakendatav vanandamise temperatuur bituumeni nr 1420 penetratsiooni ning pehmenemistäppi. Nagu eelnevalt mainitud, viiakse Eestis kasutusel oleva standardi EVS-EN 12607-1:2014 kohaselt RTFOT katse läbi temperatuuril 163 °C, õhuvoolul 4000 ml/min ning kestusel 75 minutit. Lisaks standardsel temperatuuril sooritatud RTFOT katsele viidi antud uurimistöökäigus läbi RTFOT temperatuuridel 143 °C ja 183 °C, jättes kestuse ning õhuvoolu muutmata.

Erinevatel temperatuuridel vanandatud bituumeni penetratsiooni väärtused on kujutatud joonisel 6.1 ja pehmenemistäpi väärtused joonisel 6.2.



Joonis 6.1 Bituumeni nr 1420 penetratsioon erinevate RTFOT temperatuuride korral

Joonisel 6.1 on näha, et RTFOT-i temperatuuri muutmine on selgelt kajastuv vanandatud bituumeni penetratsioonis. Mida kõrgem on vanandamise temperatuur, seda väiksem on vanandatud bituumeni penetratsioon. See kinnitab efektiivselt väidet, et asfaltsegu segamise temperatuuri tõstmine muudab selles sideainena kasutatava bituumeni kõvemaks. Standardsel temperatuuril sooritatud RTFOT-i puhul langes bituumeni penetratsioon 76 x 0,1 mm pealt 47 x 0,1 mm peale ehk languseks oli ligi 38 %. Kui katse sooritati 143 °C juures, siis saadi penetratsiooniks 53 x 0,1 mm, mis on esialgselt penetratsioonist ca 30 % väiksem ning 183 °C puhul oli tulemus 40 x 0,1 mm, mis teeb languseks ca 47 %. Samuti saab temperatuuridel 163 °C ja 143 °C läbi viidud katse tulemusi võrrelda peatükis 4.2 välja toodud uuringu tulemustega. Seal oli bituumeni esialgne penetratsioon ca 80 x 0,1 mm, mis langes pärast 163 °C juures vanandamist u 37 % ning pärast 143 °C juures vanandamist u 25 %. Võib järeldada, et protsentuaalselt on langus sarnane antud töös saadud tulemustega.



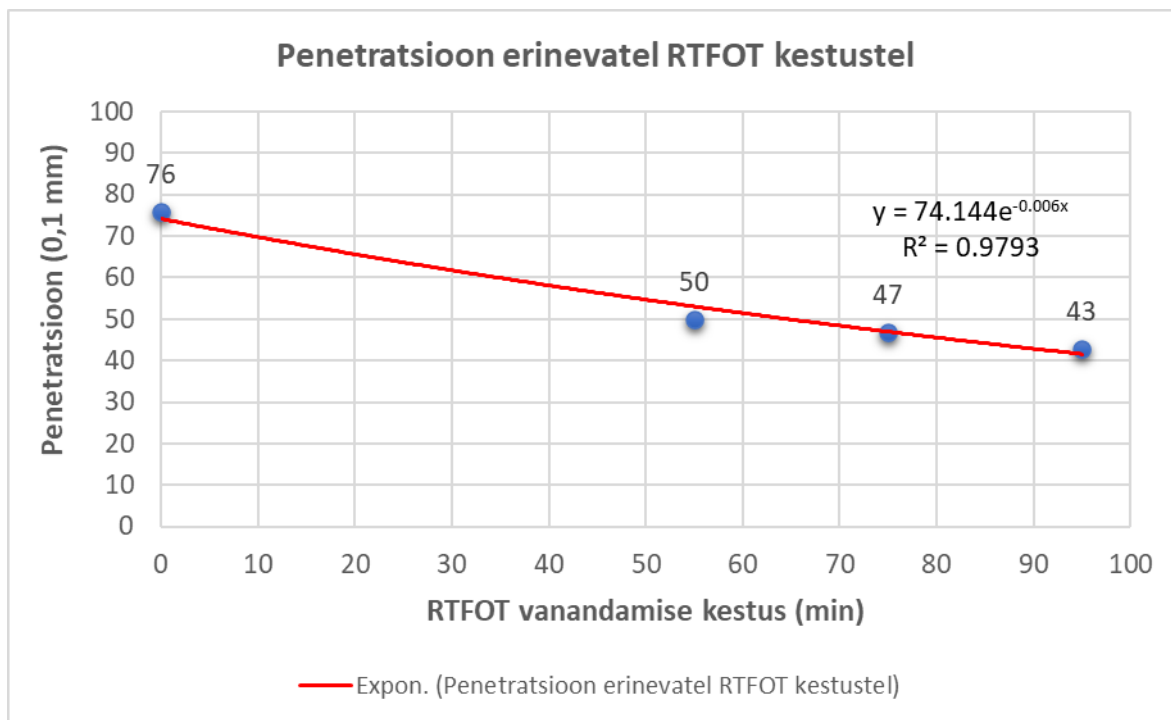
Joonis 6.2 Bituumeni nr 1420 pehmenemistäpp erinevate RTFOT temperatuuride korral

Joonis 6.2 näitab, et RTFOT-i temperatuuri muutmine kajastub hästi ka vanandatud bituumeni pehmenemistäpi mõõtetulemustes. Erinevalt penetratsioonist esineb pehmenemistäpi tulemustel RTFOT temperatuuri kasvades vastupidine tendents ehk mida kõrgem on vanandamise temperatuur, seda kõrgem on ka vanandatud bituumeni pehmenemistäpp. Standardse temperatuuri juures läbi viidud RTFOT-i puhul kasvas bituumeni pehmenemistäpp 48 °C pealt 54,7 °C peale ehk tõusis ligi 14 % võrra. 143 °C korral sooritatud katse andis tulemuseks 51.6 °C, mis teeb esialgse pehmenemistäpiga võrreldes tõusuprotsendiks u 8 %. Vanandamisel 183 °C temperatuuril tõusis pehmenemistäpp ligi 20 % ehk 57,8 °C peale. Peatükis 4.2 välja toodud uuringus oli bituumeni esialgne pehmenemistäpp 46 °C. Pärast vanandamist 163 °C juures tõusis see u 11 % ning 143 °C juures vanandades u 9 %. Taaskord saab järeltada, et protsentuaalselt on tõus küllaltki sarnane antud töös saadud tulemustega.

6.3 Bituumeni penetratsioon ja pehmenemistäpp erinevatel kestustel vanandades

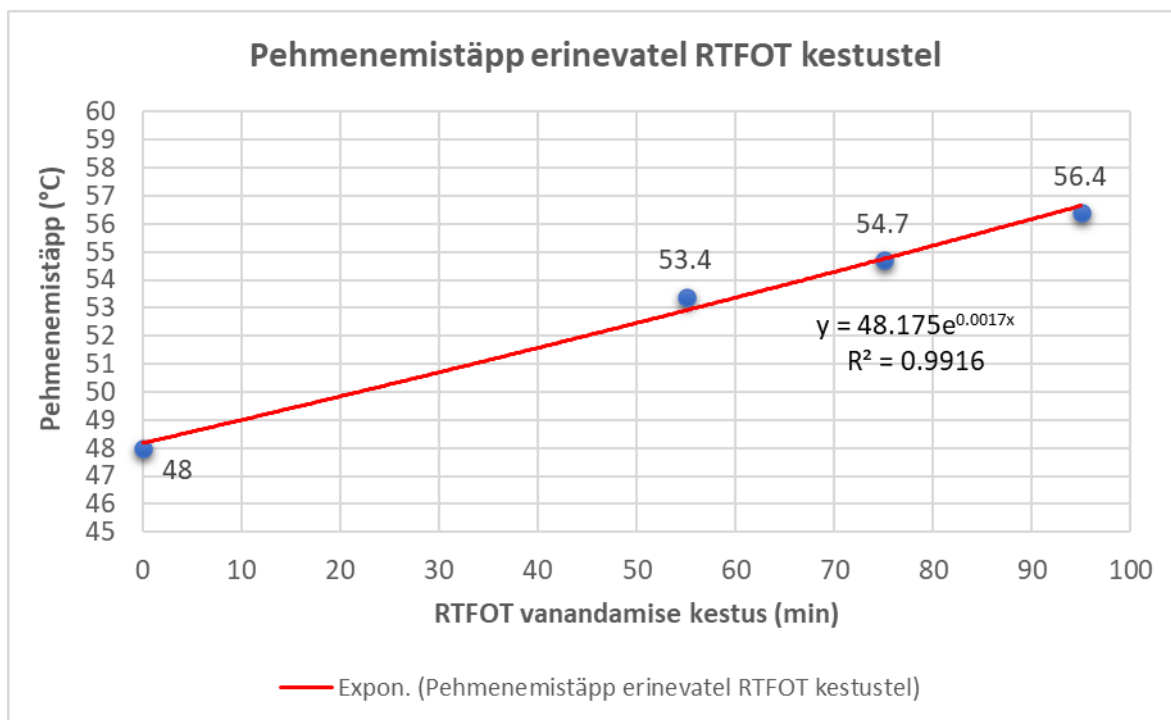
Teise RTFOT katseseadme sisendparameetrina muudeti vanandamise ajalist kestust, et analüüsida, mil moel mõjutab see bituumeni nr 1420 penetratsiooni ning pehmenemistäppi. Lisaks standardijärgsele 75 minutile sooritati katse veel 20 minutit lühemal kestusel ehk 55 minuti juures ning ka 20 minutit pikemal kestusel ehk 95 minuti juures. Temperatuur ja õhuvool jäeti seejuures muutmata. Kuna ajalisel kestusel 0 minutit vanandatud bituumeni saab lugeda võrdseks vanandamata bituumeniga, siis

on võimalik penetratsiooni ning pehmenemistäpi muutuse sõltuvus vanandamise kestusest esitada eksponentsiaalse funktsioonina. Erinevatel kestustel vanandatud bituumeni penetratsiooni väärtused on kujutatud joonisel 6.3 ning pehmenemistäpi väärtused joonisel 6.4.



Joonis 6.3 Bituumeni nr 1420 penetratsioon erinevate RTFOT kestuste korral

Jooniselt 6.3 nähtub, et vanandamata bituumeni penetratsiooniga võrreldes langeb 55 minutilisel vanandamise kestusel proovi penetratsioon ligikaudu 34 % ehk 50 x 0,1 mm peale. Erinevus standardijärgsel kestusel sooritatud vanandamisega on üsna väike, kõigest 3 x 0,1 mm. 95 minutilise vanandamise järgselt mõõdeti bituumeni penetratsiooniks 43 x 0,1 mm, mis teeb esialgse penetratsiooniga võrreldes langusprotsendiks ca 43 %. Erinevus 75 minutilise vanandamise järgse tulemusega on 4 x 0,1 mm. Antud tulemustele tuginedes saab järeldada, et vanandamise ajalise kestuse suurendamisel väheneb bituumenproovi penetratsioon eksponentsiaalselt vastavalt funktsioonile $y = 74.144e^{-0.006x}$. Korrelatsioonikordaja R^2 on seejuures 0.9793. Võrreldes peatükis 4.3 välja toodud Hunan University of Science and Technology poolt läbi viidud sarnase katsega, kus vanandati bituumenit penetratsiooniga 68 x 0.1 mm erinevatel kestustel, on antud töös märgata palju järsemat penetratsiooni langust. Samas võib erinevus tuleneda asjaolust, et Hiina ülikool lähtus katsetuste läbiviimisel oma riigi kehtivatest standarditest, mis võivad mingil määral erineda meie omadest.



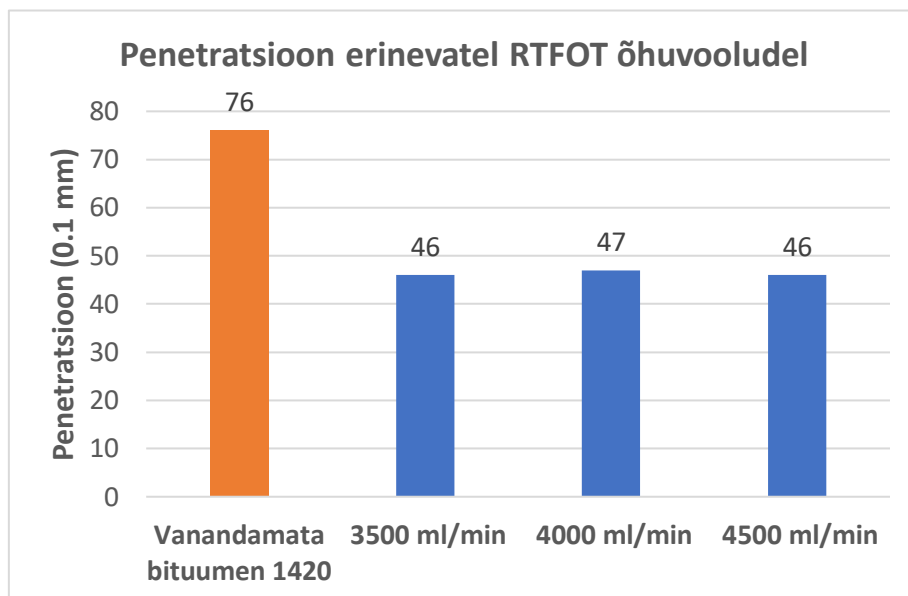
Joonis 6.4 Bituumeni nr 1420 pehmenemistäpp erinevate RTFOT kestuste korral

Joonist 6.4 vaadates on arusaadav, et vanandamise kestust pikendades tõuseb bituumeni pehmenemistäpp. 55 minutilise vanandamise järel mõõdeti bituumeni pehmenemistäpiks 53,4 °C. Võrreldes esialgse pehmenemistäpiga teeb see tõusuks ligi 11 %. Erinevus võrreldes 75 minutilisel kestusel vanandatud bituumeni pehmenemistäpiga on 1,3 °C. RTFOT katse 95 minutilisel kestusel andis pehmenemistäpi väärtuseks 56,4 °C, mis on vanandamata bituumeni omast u 18 % kõrgem ja erineb standardsel kestusel vanandatud bituumeni omast 1,7 °C võrra. Tulemused näitavad, et RTFOT-i kestuse pikenedes kasvab bituumenproovi pehmenemistäpp vastavalt eksponentsiaalsele funktsioonile $y = 48.175e^{0.0017x}$. Korrelatsioonikordaja R^2 on seejuures 0.9916. Võrreldes saadud tulemusi peatükis 4.3 kirjeldatud uuringus esitatud pehmenemistäpi-vanandamise aja graafikuga on samuti märgatav, et käesolevas töös on pehmenemistäpi tõus järsem.

6.4 Bituumeni penetratsioon ja pehmenemistäpp erinevatel õhuvooludel vanandades

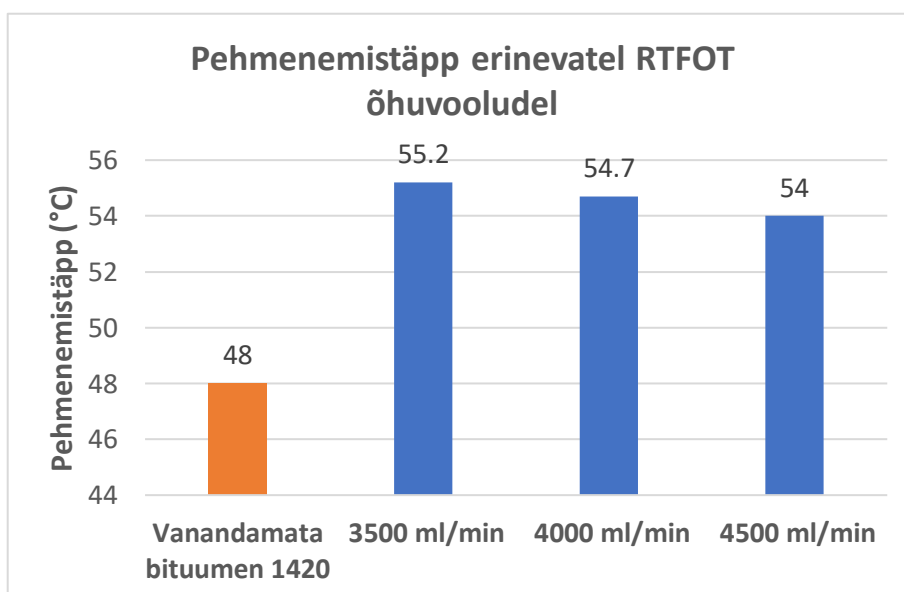
Lisaks RTFOT-i temperatuurile ja kestusele uuriti ka, mil moel mõjutab RTFOT katse õhuvoolu muutmine bituumeni nr 1420 penetratsiooni ning pehmenemistäppi. Peale standardis esitatud õhuvoolule 4000 ml/min sooritati katse veel õhuvoolul 3500 ml/min ning 4500 ml/min. Seejuures jäeti muutmata vanandamise aeg ja temperatuur.

Erinevatel õhuvooludel vanandatud bituumeni penetratsiooni väärtused on kujutatud joonisel 6.5 ning pehmenemistäpi omad joonisel 6.6.



Joonis 6.5 Bituumeni nr 1420 penetratsioon erinevate RTFOT õhuvoolude korral

Joonise 6.5 põhjal tuleb välja, et kõigi kolme nimetatud õhuvoolu juures vanandatud bituumeni penetratsioonis ei esine märkimisväärset erinevust jäädes vahemikku 46 – 47 x 0,1 mm. Teoreetiliselt võiks ju eeldada, et õhuvoolu suurenemisel bituumeni penetratsioon langeb, kuid antud tulemused seda ei kajasta. RTFOT-i õhuvoolu mõju paremaks mõistmiseks soovitab autor edasiste uurimistegevuste käigus rakendada suuremat õhuvoolu vahemikku kui ± 500 ml/min.



Joonis 6.6 Bituumeni nr 1420 pehmenemistäpp erinevate RTFOT õhuvoolude korral

Joonisel 6.6 esitatud pehmenemistäpi mõõtetulemustes erinevatel RTFOT õhuvooludel esineb samuti teatav anomaalia. Õhuvoolul 3500 ml/min vanandades tõusis pehmenemistäpi väärtus vanandamata bituumeniga võrreldes 15 % võrra ehk temperatuurile 55,2 °C . See on aga kõrgem näitaja, kui standardijärgsel õhuvoolul saadud 54,7 °C . Õhuvoolul 4500 ml/min vanandades tõusis pehmenemistäpi väärtus aga 54 °C peale, mis teeb vanandamata bituumeniga võrreldes tõusuks ca 12%. See on aga omakorda 0,7 °C võrra madalam 4000 ml/min õhuvoolul vanandatud bituumeni pehmenemistäpist. Saadud tulemused näitaks justkui, et õhuvoolu tõustes muutub pehmenemistäpp madalamaks. Taaskord tuleb rõhutada, et antud tulemusi ei saa võtta absoluutse tõena ning teema nõuaks parema selguse saamiseks edasist uurimist ning katsetusi suuremal õhuvoolu vahemikul kui ± 500 ml/min.

6.5 Standardse RTFOT katse tulemuste erinevus sõltuvalt kasutatavate klaasanumate kujust

Standardi EVS-EN 12607-1:2014 kohaselt on RTFOT katse läbiviimisel lubatud kasutada kuju poolest kaht tüüpi klaasanumaid (näidatud joonisel 6.7). Üheks variandiks on sissepoole avatud klaasanumad ning teiseks väljapoole avatud klaasanumad. Peatükkides 6.1 – 6.4 kirjeldatud katsetulemused on kõik saadud sissepoole avatud klaasanumaid kasutades. Väljapoole avatud klaasanumate eeliseks on aga see, et neist on pärast vanandamist lihtsam bituumenit kätte saada ning need on kergemini puhastatavad. Et teha kindlaks, kas klaasanuma kuju avaldab mõju RTFOT katsel vanandatud bituumenite penetratsioonile ja pehmenemistäpile, sooritati standardijärgne RTFOT katse ka väljapoole avatud klaasanumaid kasutades. Mõlema klaasanuma kujuga tehtud katse tulemused on esitatud tabelis 6.2.

Tabel 6.2 Standardisel RTFOT katsel vanandatud bituumeni nr 1420 penetratsiooni ja pehmenemistäpi tulemuste võrdlus sissepoole avatud ning väljapoole avatud klaasanumate vahel

Klaasanuma kuju	Penetratsioon (0,1 mm)			Pehmenemistäpp (°C)	
	1. katse	2. katse	3. katse	Vasak	Parem
Sissepoole avatud	48	46	46	54.4	54.9
	Keskmine		47	Keskmine	54.7
Väljapoole avatud	47	47	46	54.0	55.1
	Keskmine		47	Keskmine	54.6

Tabelis 6.2 toodud tulemustest saab välja lugeda, et nii sissepoole kui ka väljapoole avatud klaase kasutades tuli kolme penetratsiooni mõõtmise keskmiseks 47 x 0,1 mm. Pehmenemistäpi keskmised tulemused on samuti praktiliselt identsed, olles sissepoole avatud klaaside puhul 54,7 °C ning väljapoole avatud klaaside korral 54,6 °C. See teeb

erinevuseks vaid 0,1 °C. Seega võib järeldada, et RTFOT katsel kasutatavate klaasanumate kuju ei avalda mõju vanandatud bituumenite penetratsioonile ja pehmenemistäpile.



Joonis 6.7 Standardi EVS-EN 12607-1:2014 kohaselt lubatud kaks eri kujuga klaasanumat RTFOT katse läbiviimiseks [31]

7 OSA B KATSETULEMUSTE ANALÜÜS

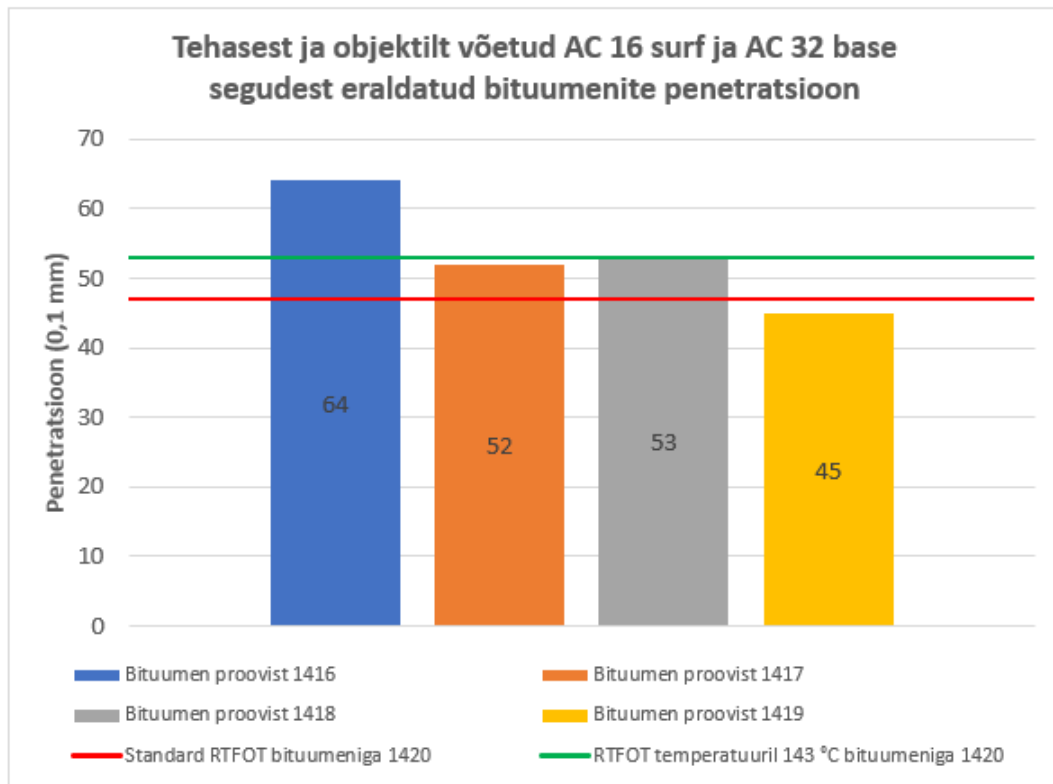
Selleks, et hinnata standardse RTFOT katse pädevust imiteerida asfaltsegu segamise, ladustamise, transpordi ja paigaldamise ajal aset leidvat lühiajalist vananemist, võeti lisaks peatükis 6.1 kirjeldatud kahele bituumeniproovile tehases ka valmissegatud AC 16 surf ja AC 32 base segude proovid ning sama protsessi korrati ka objektil laoturi juures. Kuna AC 32 base segamiseks kasutatud bituumen 1420 ning AC 16 surf segamiseks kasutatud bituumen 1421 olid praktiliselt samade omadustega, siis saab peatükkides 6.1 – 6.4 esitatud erinevatel RTFOT parameetritel saadud katsetulemusi kõrvutada mõlemast segust eraldatud bituumeni tulemustega.

Proovid tähistati järgmiselt:

- Proov 1416 – AC 32 base tehases võetud
- Proov 1417 – AC 32 base objektilt võetud
- Proov 1418 – AC 16 surf tehases võetud
- Proov 1419 – AC 16 surf objektilt võetud

Siinjuures tuleb ära mainida, et mõlema segu puhul oli transpordi aeg tehases objektile ca 45 minutit ning välistemperatuur transpordi käigus jäi vahemikku 8 – 10 °C.

7.1 Tehasest ja objektilt võetud seguproovidest eraldatud bituumenite penetratsioon

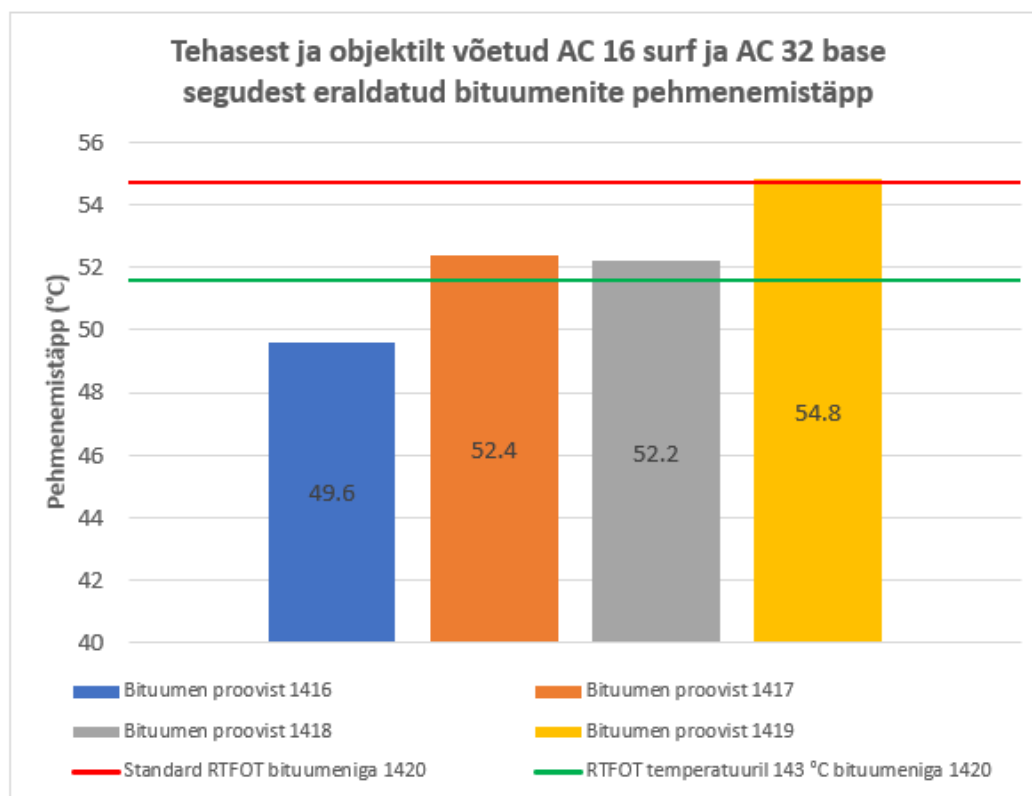


Joonis 7.1 Seguproovidest 1416 – 1419 eraldatud bituumenite penetratsioon koos standardse RTFOT-i ning 143 °C juures sooritatud RTFOT-i teel vanandatud bituumeni penetratsiooniga

Joonisel 7.1 on näha, et tehase seguproovist 1416 eraldatud bituumeni penetratsiooniks mõõdeti 64 x 0,1 mm. Objektilt võetud samast segust (proov 1417) eraldatud bituumeni penetratsioon oli aga 52 x 0,1 mm. See tähendab, et 45 minutilise transpordiaja jooksul tehases objektile jõudis segus AC 32 base kasutatud bituumeni penetratsioon väheneda ca 19 % võrra. Kui võrrelda proovist 1417 eraldatud bituumenit standardisel RTFOT meetodil vanandatud bituumeniga, siis on märgata, et RTFOT vanandamisel saavutatud penetratsioon on 5 x 0,1 mm võrra väiksem, mis pole väga suur erinevus. Antud olukorras andis täpsema tulemuse aga RTFOT vanandamine temperatuuril 143 °C, mille puhul saadi vastavaks väärtuseks 53 x 0,1 mm. Samuti ilmneb jooniselt, et tehases võetud AC 16 surf segust eraldatud bituumen ja objektilt võetud AC 32 base segust eraldatud bituumen on penetratsioonilt praktiliselt samad. Analüüsides omavahel proovidest 1418 ja 1419 saadud bituumenite penetratsioone, saab väita, et AC 16 surfis sisalduv bituumen on samuti transpordi käigus teinud läbi märgatava penetratsiooni languse, nimelt 53 x 0,1 mm pealt 45 x 0,1 mm peale, mis teeb langusprotsendiks ligi 15 %. Standardisel RTFOT meetodil vanandatud bituumeni penetratsioon erineb proovist

1419 eraldatud bituumeni omast vaid 2 x 0,1 mm võrra ehk meetod imiteerib hästi AC 16 surfli segamise ning transpordi käigus aset leidvat bituumeni penetratsiooni langust.

7.2 Tehasest ja objektilt võetud seguproovidest eraldatud bituumenite pehmenemistäpp



Joonis 7.2 Seguproovidest 1416 – 1419 eraldatud bituumenite pehmenemistäpp koos standardse RTFOT-i ning 143 °C juures sooritatud RTFOT-i teel vanandatud bituumeni pehmenemistäpiga

Analüüsidest lähemalt joonisel 7.2 esitatud katsetulemusi, on märgata, et pehmenemistäpp seguproovist 1416 eraldatud eraldatud bituumeni puhul oli 49,6 °C. Proovist 1417 eraldatud bituumeni puhul mõõdeti samaks näitajaks 52,4 °C. Järelikult 45 minutilise transpordiaja jooksul tehasest objektile jõudis segus AC 32 base kasutatud bituumeni pehmenemistäpp tõusta ca 6 % võrra. Proovist 1417 eraldatud bituumeni võrdlemisel standardisel RTFOT meetodil vanandatud bituumeniga nähtub, et RTFOT vanandamisel saavutatud pehmenemistäpp on 2,3 °C võrra kõrgem. Samaselt penetratsiooniga andis täpsema pehmenemistäpi tulemuse RTFOT vanandamine temperatuuril 143 °C, mille puhul mõõdeti vastavaks väärtuseks 51,6 °C. Pehmenemistäpp on praktiliselt sama ka tehasest võetud AC 16 surf segust eraldatud bituumenil ning objektilt võetud AC 32 base segust eraldatud bituumenil. Analüüsidest omavahel proovidest 1418 ja 1419 saadud bituumenite pehmenemistäppe, saab järeldada, et transpordi käigus on AC 16 surfis sisalduva bituumeni pehmenemistäpp

tõusnud ca 5 % jagu ehk 52,2 °C pealt 54,8 °C juurde. Standardisel RTFOT meetodil vanandatud bituumeni pehmenemistäpp erineb proovist 1419 eraldatud bituumeni omast kõigest 0,1 °C võrra ehk AC 16 surfis sisalduva bituumeni lühiajalisel vananemisel aset leidvat pehmenemistäpi tõusu imiteerib meetod väga täpselt.

Segudest eraldatud bituumeni penetratsiooni kui ka pehmenemistäpi tulemusi vaadates ilmneb, et segude segamise käigus on bituumen vananenud intensiivsemalt AC 16 surfi puhul. Selle põhjuseks võib olla näiteks kõrgem segamise temperatuur või pikem segamise aeg. Kuid erinevus segude vahel võib sisse tulla ka sellest, kui täitematerjal sisaldab endas segamise ajal vett ehk pole täiesti kuiv.

8 KATSETUSTE JÄRELDUSED

Tuginedes läbiviidud katsetustele saab välja tuua järgnevad järeldused:

1. RTFOT-i temperatuuri muutmine on kajastuv vanandatud bituumeni penetratsioonis. Mida kõrgem on vanandamise temperatuur, seda väiksem on vanandatud bituumeni penetratsioon.
2. RTFOT-i temperatuuri muutmine on kajastuv vanandatud bituumeni pehmenemistäpis. Mida kõrgem on vanandamise temperatuur, seda kõrgem on vanandatud bituumeni pehmenemistäpp.
3. RTFOT-i ajalise kestuse suurendamisel väheneb antud töös katsetatava bituumeni nr 1420 penetratsioon eksponentsiaalselt vastavalt funktsioonile $y = 74.144e^{-0.006x}$. Korrelatsioonikordaja R^2 on seejuures 0.9793.
4. RTFOT-i ajalise kestuse suurendamisel tõuseb antud töös katsetatava bituumeni nr 1420 pehmenemistäpp eksponentsiaalselt vastavalt funktsioonile $y = 48.175e^{0.0017x}$. Korrelatsioonikordaja R^2 on seejuures 0.9916.
5. Kui RTFOT-i standardijärgset õhuvoolu (4000 ml/min) suurendada või vähendada kuni 500 ml/min, siis ei esine märkimisväärset erinevust vanandatud bituumeni nr 1420 penetratsioonis.
6. RTFOT-i õhuvooludel 3500 ml/min, 4000 ml/min ja 4500 ml/min saadud bituumeni nr 1420 pehmenemistäpi tulemused näitavad, et selles vahemikus õhuvoolu suurendamisel muutub pehmenemistäpp madalamaks. Kuid antud tulemusi ei saa võtta absoluutse tõena ning teema nõuaks parema selguse saamiseks edasist uurimist.
7. RTFOT katsel kasutatavate klaasanumate kuju ei avalda mõju vanandatud bituumeni penetratsioonile ja pehmenemistäpile.
8. Asfaltsegu koosseisus vananeb bituumen intensiivselt nii segu segamise käigus kui ka selle hilisema transpordi jooksul tehasesst objektile.
9. Antud töös katsetatud segu AC 16 surf koosseisus oleva bituumeni lühiajalist vananemist (penetratsiooni ja pehmenemistäpi muutuse põhjal) imiteerib kõige täpsemalt standardsetel tingimustel läbiviidud RTFOT.
10. Antud töös katsetatud segu AC 32 base koosseisus oleva bituumeni lühiajalist vananemist (penetratsiooni ja pehmenemistäpi muutuse põhjal) imiteerib kõige täpsemalt RTFOT, mis sooritati 143 °C juures.

KOKKUVÕTE

Käesoleva magistritöö esimeses pooles kirjeldati töö teoreetilise osana naftabituumenite tootmisprotsessi, bituumeni keemia teoreetilist tausta, bituumeni vananemise protsesse ja vananemist põhjustavaid tegureid. Samuti tutvustati RTFOT meetodit ning varasemaid uuringuid, mis käsitlevad RTFOT parameetrite muutmist.

Töö praktilise poole sissejuhatuseks kirjeldati töös sooritatud katsetusi ning kasutatud katseseadmeid. OSA A raames uuriti RTFOT vanandamise mõju bituumeni omadustele erinevaid seadme sisendparameetreid muutes. Selle tarbeks võeti tehasest kaks erinevat vanandamata bituumeni proovi, mis mõlemad olid penetratsiooniga 70/100. Proovid tähistati vastavalt 1420 ja 1421. Bituumeni number 1420 kasutati segu AC 32 base valmistamiseks ning bituumeni number 1421 AC 16 surf segamiseks. Esialgsete penetratsiooni ja pehmenemistäpi mõõtmiste tulemusel aga selgus, et bituumenid olid praktiliselt identsete näitajatega ning seetõttu sooritati RTFOT vanandamise katsed vaid bituumeniga 1420. Vanandamata bituumeni penetratsioon oli $76 \times 0,1$ mm ja pehmenemistäpp 48 °C.

Esmalt sooritati bituumeniga RTFOT standardijärgne vanandamine (temperatuuril 163 °C, õhuvoolul 4000 ml/min ja kestusel 75 min). Vanandatud bituumeni penetratsiooniks mõõdeti $47 \times 0,1$ mm ja pehmenemistäpiks $54,7$ °C.

Lisaks standardijärgsele temperatuurile sooritati RTFOT veel temperatuuril 143 °C ja 183 °C. Õhuvool ja kestus jäeti seejuures muutmata. Temperatuuril 143 °C sooritatud RTFOT-i järgselt mõõdeti vanandatud bituumeni penetratsiooniks $53 \times 0,1$ mm ja pehmenemistäpiks $51,6$ °C. Temperatuuril 183 °C läbi viidud RTFOT andis samadeks tulemusteks $40 \times 0,1$ mm ning $57,8$ °C. Järelikult RTFOT-i temperatuuri tõustes langeb vanandatud bituumeni penetratsioon ning tõuseb pehmenemistäpp.

Lisaks standardijärgsele kestusele sooritati RTFOT veel kestusel 55 min ja 95 min. Õhuvool ja temperatuur jäeti seejuures muutmata. Kestusel 55 min sooritatud RTFOT-i järgselt mõõdeti vanandatud bituumeni penetratsiooniks $50 \times 0,1$ mm ja pehmenemistäpiks $53,4$ °C. Kestusel 95 min läbi viidud RTFOT andis samadeks tulemusteks $43 \times 0,1$ mm ning $56,4$ °C. RTFOT-i ajalise kestuse suurendamisel väheneb antud töös katsetatava bituumeni nr 1420 penetratsioon eksponentsiaalselt vastavalt funktsioonile $y = 74.144e^{-0.006x}$, pehmenemistäpp aga tõuseb eksponentsiaalselt vastavalt funktsioonile $y = 48.175e^{0.0017x}$.

Lisaks standardijärgsele õhuvoolule sooritati RTFOT veel õhuvooludel 3500 ml/min ja 4500 ml/min. Temperatuur ja kestus jäeti seejuures muutmata. Katsetulemuste põhjal tuli välja, et kõigi kolme nimetatud õhuvoolu juures ei esinenud vanandatud bituumeni penetratsioonis märkimisväärset erinevust jäädes vahemikku 46 – 47 x 0,1 mm. Pehmenemistäpiks mõõdeti õhuvoolul 3500 ml/min sooritatud RTFOT-i järgselt 55,2 °C ning õhuvoolul 4500 ml/min sooritatud RTFOT-i järgselt 54 °C. Tulemused näitavad, et nimetatud vahemikus õhuvoolu suurendamisel muutub pehmenemistäpp madalamaks. Saadud tulemusi ei saa aga võtta absoluutse tõena ning teema nõuaks parema selguse saamiseks edasist uurimist.

Selleks, et võrrelda erinevatel RTFOT tingimustel vanandatud bituumenite omadusi reaalse vananemise olukorraga, võeti OSA B raames lisaks kahele bituumeniproovile tehases ka valmissegatud AC 16 surf ja AC 32 base segude proovid ning sama protsessi korrati ka objektil laoturi juures. Tehasest võetud AC 32 base segust eraldatud bituumeni penetratsiooniks mõõdeti 64 x 0,1 mm ning pehmenemistäpiks 49,6 °C. Objektilt võetud samast segust eraldatud bituumeni puhul olid vastavateks näitajateks 52 x 0,1 mm ja 52,4 °C. Tehasest võetud AC 16 surf segust eraldatud bituumeni penetratsiooniks saadi aga 53 x 0,1 mm ning pehmenemistäpiks 52,2 °C. Objektilt võetud samast segust eraldatud bituumeni puhul mõõdeti vastavateks näitajateks 45 x 0,1 mm ja 54,8 °C. Tulemustest ilmneb, et mõlema segu koosseisus vananeb bituumen intensiivselt nii segu segamise käigus kui ka selle hilisema transpordi jooksul tehases objektile. Seejuures katsetatud segu AC 32 base koosseisus oleva bituumeni lühiajalist vananemist (penetratsiooni ja pehmenemistäpi muutuse põhjal) imiteerib kõige täpsemalt RTFOT, mis sooritati 143 °C juures, segu AC 16 surfi puhul aga standardsetel tingimustel läbiviidud RTFOT.

SUMMARY

In the first half of this master's thesis, as the theoretical part of the work, the production process of petroleum bitumens, the theoretical background of bitumen chemistry, the aging processes of bitumen and the factors causing aging were described. Also the RTFOT method and previous studies dealing with changing RTFOT parameters was introduced.

As an introduction to the practical side of the work, the tests performed in the work and the test equipment used were described. In PART A, the effects of RTFOT aging on bitumen properties were investigated by changing various device input parameters. For this purpose, two different unaged bitumen samples were taken from the plant, both of which had a penetration of 70/100. The samples were marked 1420 and 1421, respectively. Bitumen number 1420 was used for mixing AC 32 base and bitumen number 1421 for mixing AC 16 surf. However, as a result of initial penetration and softening point measurements, it turned out that the bitumens had practically identical parameters, and therefore the RTFOT aging tests were performed only with bitumen 1420. The penetration of the unaged bitumen was 76 x 0.1 mm and the softening point was 48 °C.

At first, standard RTFOT aging with bitumen was performed (at a temperature of 163 °C, an air flow of 4000 ml/min and a duration of 75 min). The penetration of the aged bitumen was measured as 47 x 0.1 mm and the softening point as 54.7 °C.

In addition to the standard temperature, RTFOT was also performed at 143 °C and 183 °C. The air flow and duration were left unchanged. After RTFOT at 143°C, the aged bitumen was measured to have a penetration of 53 x 0.1 mm and a softening point of 51.6°C. RTFOT performed at 183 °C gave the corresponding values of 40 x 0.1 mm and 57.8 °C. Consequently, as the RTFOT temperature increases, the penetration of the aged bitumen decreases and the softening point increases.

In addition to the standard duration, RTFOT was also performed with durations of 55 min and 95 min. The air flow and temperature were left unchanged. After the 55 min RTFOT, the aged bitumen was measured to have a penetration of 50 x 0.1 mm and a softening point of 53.4 °C. The RTFOT performed for 95 min gave the corresponding values of 43 x 0.1 mm and 56.4 °C. By increasing the time duration of RTFOT, the penetration of bitumen No. 1420 tested in this work decreases exponentially according to the function $y = 74.144e^{-0.006x}$, while the softening point increases exponentially according to the function $y = 48.175e^{0.0017x}$.

In addition to the standard airflow, RTFOT was also performed at airflows of 3500 ml/min and 4500 ml/min. The temperature and duration were left unchanged. Based on the test results, it turned out that there was no significant difference in the penetration of aged bitumen with all three mentioned air flows, remaining in the range of 46 - 47 x 0.1 mm. The softening point was measured as 55.2 °C after the RTFOT was performed at an air flow of 3500 ml/min and as 54 °C after the RTFOT was performed at an air flow of 4500 ml/min. The results show that the softening point becomes lower when the air flow is increased in the mentioned range. However, the obtained results cannot be taken as absolute truth, and the topic would require further research for better clarity.

In order to compare the properties of bitumens aged under different RTFOT conditions with the real aging situation (PART B), in addition to two bitumen samples, samples of AC 16 surf and AC 32 base mixtures were also taken from the factory, and the same process was also repeated at the construction site. The penetration of the bitumen extracted from the AC 32 base mixture taken from the factory was measured to be 64 x 0.1 mm and the softening point was 49.6 °C. In the case of bitumen separated from the same mixture taken from the construction site, the corresponding indicators were 52 x 0.1 mm and 52.4 °C. The penetration of the bitumen separated from the AC 16 surf mix taken from the factory was 53 x 0.1 mm and the softening point was 52.2 °C. In the case of bitumen separated from the same mixture taken from the construction site, the corresponding indicators were measured as 45 x 0.1 mm and 54.8 °C. The results show that the bitumen in the composition of both mixtures ages intensively both during the mixing of the mixture and during its subsequent transportation from the factory to the site. Also short-term aging of bitumen in mixture AC 32 base (based on penetration and softening point change) is most closely imitated by RTFOT performed at 143 °C, while for mixture AC 16 surf by RTFOT performed at standard conditions.

KASUTATUD KIRJANDUSE LOETELU

- [1] TTÜ Teedeinstituut, „Uued viisid bituumensideainete kvaliteediomaduste määramiseks ja võimalused nende rakendamiseks, pidades silmas konkreetsele objektile vastavaid kriteeriume sideaine eeldatavast elueast ja kasutuskohast lähtuvalt“, Tallinna Tehnikaülikooli teedeinstituut, Tallinn, 2015.
- [2] E. Prospero, E. Bocci, M. Bocci, „Effect of Bitumen Production Process and Mix Heating Temperature on the Rheological Properties of Hot Recycled Mix Asphalt“, *Sustainability*, vol. 14, no. 15, p. 9677, 2022, doi: <https://doi.org/10.3390/su14159677>. Kasutatud 03.11.2022.
- [3] H. Soenen, P. Redelius, „The effect of aromatic interactions on the elasticity of bituminous binders“, *Rheologica Acta*, vol. 53, issue 9, pp. 741-754, 2014, doi: <https://doi.org/10.1007/s00397-014-0792-0>. Kasutatud 03.11. 2022.
- [4] RAHA Bitumen Co. *Bitumen production processes*. [www] <https://rahabitumen.com/bitumen-production/>. Kasutatud 03.11.2022.
- [5] RAHA Bitumen Co. *Penetration Grade Bitumen*. [www] <https://rahabitumen.com/penetration-grade-bitumen/>. Kasutatud 03.11.2022.
- [6] Shell Bitumen, *The Shell bitumen industrial handbook*, Shell, 1995.
- [7] D. Lesueur, „The colloidal structure of bitumen: Consequences on the rheology and on the mechanisms of bitumen modification“, *Advances in Colloid and Interface Science*, vol. 145, issues 1-2, pp. 42-82, 2009, doi: <https://doi.org/10.1016/j.cis.2008.08.011>. Kasutatud 04.11.2022.
- [8] J. F. Masson, M. A. Lacasse, „A Review of adhesion mechanisms at the crack sealant/ asphalt concrete interface“, *3rd International RILEM Symposium on Durability of Building and Construction Sealants*, pp. 259-274, 1999.
- [9] R. N. Hunter, A. Self, J. Read, *The Shell Bitumen Handbook*, 6th ed. London: ICE Publishing, 2015.
- [10] A Joint Publication of Eurobitume and Asphalt Institute, *The Bitumen Industry – A Global Perspective*, 3rd ed. USA, 2015. [Online]. Loetud adressil: https://www.eurobitume.eu/public_downloads/General/The%20Bitumen%20Industry%203rd%20edition.pdf. Kasutatud 06.11.2022.
- [11] P. Mikhailenko, „Valorization of by-products and products from agro-industry for the development of release and rejuvenating agents for bituminous materials“, [Doktoridissertatsioon], Université Paul Sabatier – Toulouse III, 2015. [Online]. Loetud adressil: <https://theses.hal.science/tel-01445294/document>. Kasutatud 07.11.2022.
- [12] R. R. De Lira, D. D. Cortes, C. Basten, „Reclaimed asphalt binder aging and its implications in the management of RAP stockpiles“, *Construction and Building Materials*, vol. 101, part 1, pp. 611-616, 2015, doi: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2015.10.125>. Kasutatud 07.11.2022.
- [13] A. K. Apeageyi, „Laboratory evaluation of antioxidants for asphalt binders“, *Construction and Building Materials*, vol. 25, issue 1, pp. 47-53, 2011, doi: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.06.058>. Kasutatud 07.11.2022.

- [14] W. D. Fernández-Gómez, H. Rondón Quintana, F. Reyes Lizcano, „A review of asphalt and asphalt mixture aging“, *Ingeniería e Investigación*, vol. 33, no. 1, pp. 5-12, 2013. [Online]. Loetud adressil: <http://www.scielo.org.co/pdf/iei/v33n1/v33n1a02.pdf>. Kasutatud 07.11.2022.
- [15] L. W. Corbett, R. E. Mertz, „Asphalt Binder hardening in the Michigan Test Road after 18 years of service“, *Transportation Research Record*, issue 544, pp. 27-34, 1975. [Online]. Loetud adressil: <http://onlinepubs.trb.org/Onlinepubs/trr/1975/544/544-003.pdf>. Kasutatud 07.11.2022.
- [16] R. Tauste, F. Moreno-Navarro, M. Sol-Sánchez, M. C. Rubio-Gámez, „Understanding the bitumen ageing phenomenon: A review“, *Construction and Building Materials*, vol. 192, pp. 593-609, 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.10.169>. Kasutatud 08.11.2022.
- [17] J. Bražiūnas, H. Sivilevičius, R. Virbickas, „Dependences of SMA mixture and its bituminous binder properties on bitumen batching system, mixing time and temperature on asphalt mixing plant“, *Journal of Civil Engineering and Management*, vol. 19, issue 6, pp. 862-872, 2013, doi: <https://doi.org/10.3846/13923730.2013.843587>. Kasutatud 08.11.2022.
- [18] A. Grilli, M. I. Gnisci, M. Bocci, „Effect of ageing process on bitumen and rejuvenated bitumen“, *Construction and Building Materials*, vol. 136, pp. 474-481, 2017, doi: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.01.027>. Kasutatud 09.11.2022.
- [19] O. Sirin, M. Ohiduzzaman, E. Kassem, D. K. Paul, „Comprehensive evaluation of long-term aging of asphalt mixtures in hot climatic condition“, *Road Materials and Pavement Design*, vol. 21, issue 4, pp. 927-949, 2020, doi: <https://doi.org/10.1080/14680629.2018.1531777>. Kasutatud 09.11.2022.
- [20] P. S. Kandhal, S. Chakraborty, „Effect of asphalt film thickness on short-and long-term aging of asphalt paving mixtures“, *Transportation Research Record*, vol. 1535, issue 1, pp. 83-90, 1996, doi: <https://doi.org/10.1177/0361198196153500111>. Kasutatud 09.11.2022.
- [21] G. D. Airey, „State of the Art Report on Ageing Test Methods for Bituminous Pavement Materials“, *International Journal of Pavement Engineering*, vol. 4, issue 3, pp. 165-176, 2003, doi: <https://doi.org/10.1080/1029843042000198568>. Kasutatud 12.11.2022.
- [22] California Business, Transportation and Housing Agency, *Method of test for determining the effect of heat and air on a moving film of asphalt (Rolling Thin Film Oven Test)*. Sacramento, 2000. [Online]. Loetud adressil: <https://dot.ca.gov/-/media/dot-media/programs/engineering/documents/californiatestmethods-ctm/ctm-346-a11y.pdf>. Kasutatud 12.11.2022.
- [23] B. Hofko jt, „Effect of short-term ageing temperature on bitumen properties“, *Road Materials and Pavement Design*, vol. 18, issue sup. 2, pp. 108-117, 2017, doi: <https://doi.org/10.1080/14680629.2017.1304268>. Kasutatud 18.11.2022.

- [24] Y. Nie, J. Ding, D. Li, „Mechanism analysis of different ageing road asphalt by RTFOT and IR methods”, *Advances in Civil Engineering and Building Materials IV: Selected papers from the 2014 4th International Conference on Civil Engineering and Building Materials (CEBM 2014), 15-16 November 2014, Hong Kong*. London: CRC Press, 2015, pp. 69-72, doi: <https://doi.org/10.1201/b18415>. Kasutatud 28.11.2022.
- [25] Eesti standard, *EVS 901-2:2016 Tee-ehitus. Osa 2: Bituumensideained*, Eesti Standardikeskus, 2016.
- [26] Eesti standardiks ülevõetud Euroopa standard, *EVS-EN 1426:2015 Bituumen ja bituumensideained. Nõelpenetratsiooni määramine*, Eesti Standardikeskus, 2015.
- [27] Eesti standardiks ülevõetud Euroopa standard, *EVS-EN 1427:2015 Bituumen ja bituumensideained. Pehmenemistäpi määramine. Kuuli-rõnga meetod*, Eesti Standardikeskus, 2015.
- [28] Eesti standardiks ülevõetud Euroopa standard, *EVS-EN 12607-1:2014 Bitumen and bituminous binders - Determination of the resistance to hardening under influence of heat and air – Part 1: RTFOT method*, Eesti Standardikeskus, 2014.
- [29] Eesti standardiks ülevõetud Euroopa standard, *EVS-EN 12697-1:2020 Asfaltsegud. Katsemeetodid. Osa 1: Lahustuva sideaine sisaldus*, Eesti Standardikeskus, 2020.
- [30] Eesti standardiks ülevõetud Euroopa standard, *EVS-EN 12697-3:2013+A1:2018 Bituminous mixtures – Test methods – Part 3: Bitumen recovery: Rotary evaporator*, Eesti Standardikeskus, 2019.
- [31] InfraTest Prüftechnik GmbH. *Produkte*. [www] <https://infratest.net/produkt/glasgefaess-rtfot-konkave-oeffnung/>. Kasutatud 18.12.2022.