

Resultaten RILEM round robin op EN12697-11, Rolling bottle test.

Jeroen Besamusca
Kuwait Petroleum Research & Technology

Hilde soenen
Nynas NV

Laurent Porot
Arizona Chemical

Samenvatting

De RILEM groep TG1 van TC237 Sustainable Innovative Binders, heeft in het kader van een studie naar de affiniteit tussen bitumen en steenoppervlak, verschillende test methodes onderzocht waaronder de rolling bottle test. Deze bijdrage gaat dieper in op de resultaten van de rolling bottle test. De beschreven resultaten zijn gemeten door 6 verschillende deelnemers en elke deelnemer onderzocht drie verschillende bindmiddelen met vier verschillende aggregaten. Daarnaast is er gekeken naar de invloed van de tijdsduur van de test. Standaard is de test 6 uur maar er is ook gekeken naar 24 uur en enkele labs hebben zelfs 48 uur en 72 uur getest. De bindmiddelen omvatten twee 50/70 bitumen van verschillende oorsprong en een polymeer gemodificeerd bitumen. De aggregaten waren kalksteen, basalt, grauwacke en graniet. Alle deelnemende laboratoria werd gevraagd de test uit te voeren zoals beschreven in EN12697-11.

De resultaten tonen aan dat de hechting het meest beïnvloed werd door de steensoort en elk lab vond eenzelfde “best-hechtende” steen, de kalksteen. De bitumensoort had slechts een beperkte invloed op de ranking. Zoals verwacht resulteerde polymeermodificatie meestal in een betere hechting (hogere viscositeit dan 50/70 bitumen), vooral voor die steensoorten die minder goed waren. Daarnaast werd geconstateerd dat de spreiding tussen de verschillende deelnemers beperkt is als het gaat om een heel goede of om een heel slechte bedekkingsgraad. Maar voor tussenliggende percentages is de spreiding zeer groot. Daaruit blijkt dat onder andere, het beoordelen van de bedekking met de huidige criteria zeer moeilijk is; de beoordeling is zeer persoonsafhankelijk in het bijzonder voor tussenliggende percentages.

Steekwoorden: Round Robin, Rolling Bottle test, affiniteit

1. Inleiding

Adhesie is gedefinieerd als de reactie tussen twee verschillende materialen. Een adhesie eigenschap kan daarom alleen geanalyseerd worden door twee verschillende materialen aan een test te onderwerpen.

De ontwikkeling van een adhesie test voor toepassing in de wegenbouw begon omstreeks 1900. De Riedel and Weber test [1] is in 1933 gepubliceerd en maakte gebruik van een gekookte natrium carbonaat oplossing waarna de bedekking van het aggregaat visueel beoordeeld werd. In deze periode zijn verschillende andere visuele testen geïntroduceerd [2]. Andersland en Goetz toonde in 1955 [3] aan dat ook geluidsgolven informatie kunnen geven over de hechtingseigenschappen van asfalt. Een overzicht van verschillende testen met pro en con's is geschreven door Mathews in 1965 [4]. De introductie van andere testmethoden naar de interactie tussen bitumen en steen werd in 1973 uitgebreid met de micro calorimetrie methode [5].

In de jaren '80 en '90 zorgde het Strategic Highway Research Program (SHRP) voor een stroom aan onderzoek en aan beschikbare publicaties op internet. Onderzoek naar moleculaire structuren van bitumen componenten werden gecombineerd met steen structuren om adhesie en absorptie te identificeren [6, 7, 8, 9]. Andere onderzoeken combineerden test resultaten met ervaringen op de weg [10]. Verschillende malen werd de conclusie getrokken dat een ranking alleen mogelijk is bij de combinatie van bindmiddel met steen en niet als individuele karakterisering [11, 12]. Een overzicht van de beschikbare literatuur, ten tijde van het SHRP onderzoek, is beschreven door Renken [13]. Hij toonde aan dat gedurende twee tijds perioden, rond 1940 en rond 1960, de aandacht naar adhesie onderzoek groot was.

Meer fundamenteel onderzoek introduceerde nieuwe technieken om adhesie te beschrijven. Chaudhury [14, 15, 16] schreef veel over adhesie in het algemeen en in 1992 verscheen een Science review over kontakthoek onderzoek [15]. Dit bracht verschillende onderzoekers naar wegenbouw toepassingen op een idee. Verschillende thesissen [17, 18, 19] en publicaties [20, 21] verschenen met als onderwerp kontakthoek metingen in combinatie met asfalt performance.

Adhesie tussen steen en bindmiddel wordt gezien als een van de belangrijkste parameters voor het verklaren van water gevoeligheid. Congressen zijn georganiseerd met als onderwerp watergevoeligheid [22] waarbij onderlinge ervaring kon worden uitgewisseld. Een survey, gehouden voor het San Diego seminar in 2003, toonde aan dat 78% van de onderzoek laboratoria in de US een test op asfalt uitvoeren om watergevoeligheid testen. Van deze groep gebruikte 80% de indirect tensile test voor kwaliteit bepaling. Gubler toonde in 2005 [23] aan dat de ITS-test niet de beste methode was en adviseerde de Coaxial Shear Test (CAST). Wong schreef in zijn publicatie dat de Asphalt Pavement Analyser (APA) [24] het best gebruikt kon worden om de invloed van water op permanente deformatie te analyseren. Castaneda introduceerde het gebruik van de mechanische karakteristiek in een Cole-Cole diagram [25]. De nieuwe "state of art" gepubliceerd door The Royal Institute of Technology of Stockholm [26] toonde aan dat de modified Lottman test de best beschikbare methode was maar gaf tegelijkertijd aan dat de zorgvuldige selectie van materialen en een goede constructie essentieel zijn.

In een gezamenlijk project van EAPA, European Asphalt Pavement Association, met FEHRL, the Forum of European National Highway Research Laboratories, en Eurobitume, European Bitumen Association, werd een uitgebreid literatuur onderzoek naar de invloed van bindmiddel eigenschappen met asfalt eigenschappen [27] uitgevoerd. De enige eigenschap die niet gelinkt kon worden met een bindmiddel eigenschap was adhesie. De conclusie voor adhesie was: *"In contrast to other tests, interfacial properties and, therefore, adhesion is*

possibly the most difficult one to conceive. It has to describe the suitability of binders to adhere to various pavement components such as aggregates, sand and fillers. Although a lot of interesting ideas are included in the tests already described in this chapter, the subject of adhesion still needs future research in order to establish well validated and performance-based specification”.

Binnen de Europese commissie voor standaardisatie, CEN, hebben de technische commissies TC227 “Road materials” en TC336 “Bituminous binders” daarop besloten om kennis te combineren in een poging de bestaande test methoden, die voor adhesie metingen worden gebruikt, te evalueren [28]. Zij toonde aan dat de meeste test methoden geen ordening geven op basis van adhesieve eigenschappen maar veel meer op sterkte, viscositeit en temperatuur gevoeligheid. Ook werd nogmaals duidelijk dat de invloed van de steensoort veel groter is dan de invloed van het bindmiddel, zoals ook Bagampadde [29] concludeerde.

De invloed van cohesieve en adhesieve hechting komt in het onderzoek van Nicole Kringos [30] naar voren en uit deze simulaties blijkt dat oppervlakte spanning alleen niet voldoende is om het gedrag tussen steen en bindmiddel te voorspellen.

Jorgensen publiceerde in 2002 [31] resultaten van een round robin test op twee verschillende methoden. De ene test was een aangepast versie van de Texas Boiling Test, en de andere was de Rolling bottle test. Beide testen maken gebruik van een visuele evaluatie van het gecoate oppervlakte om een kwantitatieve beoordeling te geven. In deze studie werd duidelijk dat de toegepaste Boiling water test gebruikt kon worden om slechte combinaties steen en bindmiddel te identificeren maar dat de Rolling Bottle test een rangschikking kon geven. De visuele inspectie blijkt echter subjectief te zijn [32 - 35] en wordt gezien als het grootste nadeel van deze test. Vandaar dat een mogelijke digitale analyse ter bepaling van de bedekkingsgraad de testprecisie zeker ten goede zou komen [36, 37].

De meeste onderzochte systemen zijn de combinaties bindmiddel en steen. Ulmgren [38] echter, onderzocht de combinatie mastiek en steen. De combinatie van mastiek met steen wordt gezien als een belangrijke factor in de verklaring van steenverlies bij open asfalt [39]. Onderzoek naar asfalt richt zich met name op de verbetering van de hechting. Bij de winning van olie en bitumen uit zand/gesteente gaat het ook om onderzoek naar de adhesie maar dan om de hechting te verminderen. Beide groepen doen onderzoek naar het fenomeen adhesie en kunnen daarom van elkaar leren. Vanuit de asfalt industrie is het goed om te ontdekken welk onderzoek er plaats vindt [40 - 42].

Ondanks de vele verschillende testen worden er nog steeds nieuwe testen voorgesteld om adhesie te analyseren. Een van deze testen is de blister test [43]. Deze test kijkt naar de breuk energie op het interface. De breuk energie werd ook onderzocht met een combinatie van een pel-test en röntgen analyse [44].

Combinaties van verschillende testen zijn toegepast om de best mogelijke oplossing te vinden, zoals visuele testen gecombineerd met mechanische testen en oppervlakte spanning [45, 46] of meer fundamentele eigenschappen zoals van der Waal's krachten [47]. De invloed van vocht opname door diffusie was al eerder bestudeerd door Kassem [48] en is recentelijk opnieuw onder de aandacht gebracht door Apeageyi [49].

De BBS test (Binder Bond Strength) is in Amerika geïntroduceerd als AASHTO TP91 methode en was voorheen bekend onder de naam PATTI (Pneumatic Adhesion Tensile Testing Instrument) [50, 51].

In Europa wordt de EN 12697-11, Rolling Bottle, samen met de ITSr (Indirect Tensile Strength Test, EN 12697-35) het meest toegepast voor watergevoeligheid van asfalt. Deze testen worden ook genoemd in de Europese asfalt normen, de EN 13108 serie.

Tijdens onderzoeken met de Rolling Bottle test zijn, door verschillende laboratoria, afwijkende resultaten gemeld. RILEM heeft als doelstelling onderzoek te doen naar materiaal eigenschappen maar tegelijkertijd ook de betrouwbaarheid van testen te onderzoeken. De

round robin naar uitgevoerd naar EN 12697-11 was bedoeld om een uitspraak te kunnen doen over de betrouwbaarheid van deze test.

2. Doel van Round Robin TC237 TG1

Het doel van TC237 TG1 was het onderzoeken van verschillende test methoden voor de analyse van affiniteit tussen steen en bindmiddel. Daarvoor zijn o.a. rolling bottle test, de boiling stripping test, de bitumen bond strength test en de surface energy test. De rolling bottle test, EN 12697-11 A, is uitgevoerd door zes verschillende laboratoria. De andere testen zijn door drie of minder laboratoria uitgevoerd en daarom niet meegenomen in deze publicatie. De resultaten zijn ook gepubliceerd in de oorspronkelijke paper [50].

3. Materiaal en procedure

3.1 Steensoorten

Er zijn vier verschillende steensoorten toegepast, Basalt, Graniet, Grauwacke en Kalksteen. Alle steensoorten zijn geleverd door Aggregate Industries afkomstig van verschillende Britse groeven. De steensoorten zijn gekozen op basis van hun eerder aangetoonde gradatie in stripping [10] waarbij Grauwacke bekend staat als het minst strippende materiaal, Kalksteen en Basalt als redelijk en Graniet als de meest strippende steensoort. De meeste labs hebben de grootte 8/11 gebruikt voor de test maar één lab heeft gekozen voor de grootte 6/10. De methode laat keuze vrijheid toe voor steengrootte. In figuur 1 zijn de respectievelijke steensoorten weergegeven.



Fig. 1: foto's van de gebruikte stenen

3.2 Bindmiddelen

De bindmiddelen die gebruikt zijn werden door twee verschillende leveranciers geleverd. Twee ongemodificeerde 50/70 pen bitumen volgens EN 12591 en een polymeer gemodificeerde 45/80-60 volgens EN 14023.

Tabel 1 Eigenschappen bindmiddel

			Bit 1	Bit 2	Bit 3
			50/70	50/70	PmB 45/80-60
Pen	EN 1426	0.1 mm	43	47	42
Verwekingspunt	EN 1427	°C	50.8	50.6	65.5

3.3 Procedure

De procedure in de EN 12697-11 laat veel vrijheden over voor het uitvoerende laboratorium bij de voorbereiding van de test. Er wordt bijvoorbeeld geen informatie verstrekt over de hoeveelheid stof die wel of niet aanwezig mag zijn. Tijdens een Round Robin is het belangrijk zoveel mogelijk variaties uit te sluiten en daarom is er gewerkt volgens een stringent protocol. De geleverde stenen moesten eerst gewassen worden zodat er geen stof aanwezig zou zijn. Daarna werd 510 gram steen gedroogd in een oven bij $110 \pm 5^\circ\text{C}$ gedurende een nacht. De gedroogde steen van 110°C werd gemengd met 17 gram hete bitumen (150°C voor 50/70 pen en 180°C voor de PmB). Het mengsel werd uit elkaar gehaald en gekoeld tot kamer temperatuur. De tijd tot testen was tussen de 12 en 64 uur. De flessen voor de Rolling Bottle test werden voor de helft gevuld met gedemineraliseerd water van 5°C . Ongeveer 150 gr mengsel werd toegevoegd en daarna de flessen aangevuld met gedemineraliseerd water tot de schouder van de fles. De test werd uitgevoerd bij kamertemperatuur (tussen 15 en 25°C) waarbij de rotatiesnelheid 60 toeren per minuut bedroeg en de testtijd 6 uur. Twee labs hebben gebruik gemaakt van de optie in de methode om een lagere snelheid te kiezen bij een zachter bindmiddel. De rotatie snelheid was bij deze twee labs 40 toeren per minuut. Na de testtijd werd het water afgegoten, het mengsel overgebracht in een schone schaal en aangevuld met vers gedemineraliseerd water van 5°C voor visuele inspectie. Het oppervlakte wat bedekt was met bindmiddel werd ingeschat op 5% nauwkeurig. Elk monster werd in drievoud getest en het gemiddelde van de drie testen gerapporteerd. Daarna werd de test herhaald, steeds met nieuwe monsters en schoonwater, met een testtijd van 24, 48 en 72 uur.

3.4 Deelnemers

De deelnemers van de Round Robin staan vermeld in tabel 2. Van de acht toezeggingen zijn er zes deelnemers die daadwerkelijk resultaten van de Rolling Bottle, EN 12697-11 A, hebben ingestuurd. Resultaten na 6 uur en na 24 uur zijn door alle zes deelnemers gerapporteerd. Er is één deelnemer die ook de 48 uur en één deelnemer die de 72 uur test heeft gerapporteerd. Deze 48 uur en 72 uur resultaten worden echter niet mee genomen in de evaluatie in deze bijdrage omdat er geen spreiding van resultaten gegeven kan worden.

Tabel 2 Deelnemers van Round Robin Rolling Bottle test

Institution	Country	Standard
IBDiM	Poland	EN 12697-11 A
Nynas	Belgium	EN 12697-11 A
Nottingham University	UK	EN 12697-11 A, B, C
Repsol	Spain	EN 12697-11 C
IFSTTAR	France	EN 12697-11 A
Arizona Chemical	The Netherlands	EN 12697-11 A
BRRC	Belgium	EN 12697-11 C
VTI	Sweden	EN 12697-11 A, B, C
TU Braunschweig	Germany	EN 12697-11 A
Uni Roma La Sapienza	Italy	EN 12697-11 A, B, C

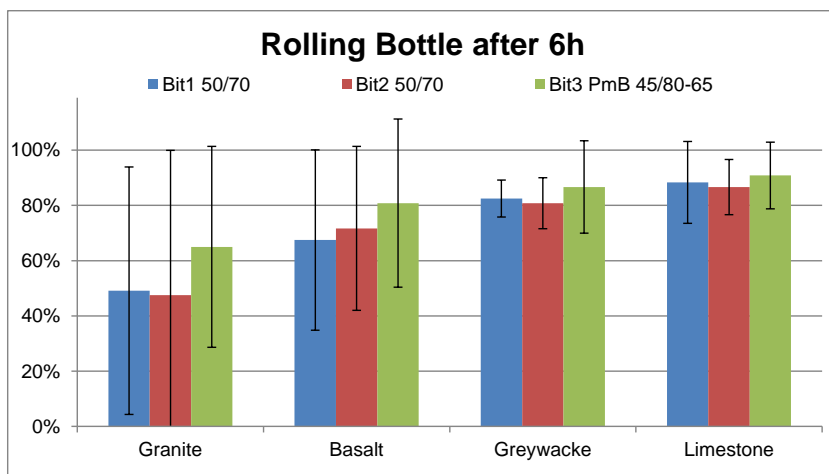
Alleen de resultaten van methode A worden in deze publicatie besproken.

4. Resultaten en Evaluatie

4.1 Rolling Bottle test na 6 uur

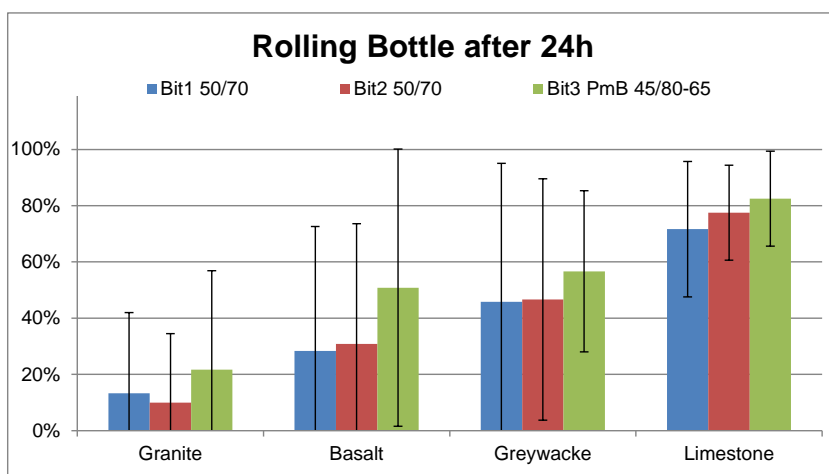
De resultaten in figuur 2 geven de gemiddelde waarnemingen van de zes laboratoria. De spreiding wordt weer gegeven door de lijnen in elk gekleurd balkje, en deze zijn gelijk aan de standaarddeviatie tussen de 6 deelnemers. In deze analyse werd de standaarddeviatie tussen de zes resultaten als basis voor de reproduceerbaarheid genomen. Het is goed te zien dat de spreiding van de waarnemingen zeer groot is. Echter, de reproduceerbaarheid van EN 12697-11 is, ook na de herziening in 2012, nog niet vast gesteld. De herhaalbaarheid is, volgens EN 12607-11, 15% indien de waarden op 2% nauwkeurigheid worden ingeschat. Bij deze round robin is gekozen voor een inschatting van het coatingpercentage op 5% nauwkeurigheid. Voor de resultaten met Graniet en Basalt wordt een reproduceerbaarheid van 30 tot 50% gehaald. De resultaten met Grauwacke en Kalksteen halen een reproduceerbaarheid rond 15% en lager.

Het lijkt of een hoge waarde voor de bedekking beter in te schatten is dan een lage of middelmatige waarde. Bovendien lijkt de kleur van de steen geen invloed te hebben op de reproduceerbaarheid. Graniet is een lichte steen en geeft hier toch een slechte waarde. Algemeen lijkt Graniet het minst te hechten en Kalksteen het meest.



Figuur2. Rolling Bottle resultaten na 6 uur.

4.2 Rolling Bottle test na 24 uur



Figuur3. Rolling Bottle resultaten na 24 uur.

Figuur 3 lijkt het beeld te bevestigen dat Graniet het minst hecht en Kalksteen het meest. De spreiding in waarnemingen is echter veel groter geworden en varieerde van 17% tot 49%. De grootste spreiding zit in de waarnemingen van 20 tot 70% bedekkingsgraad. De lage bedekkingsgraad na 24 uur van het graniet met gewone pen bitumen heeft een betere reproduceerbaarheid dan de waarnemingen na 6 uur.

Algemeen lijkt het dat de ranking van de steensoorten redelijk overeen kwamen na 24 uur met de resultaten na 6 uur: de deelnemers identificeerden Kalksteen meestal als de best hechtende steen, terwijl voor de meeste deelnemers Graniet de slechts hechtende steen was. De resultaten geven aan dat het discriminerende effect groter is na 24 uur dan na 6 uur.

Tabel 3 Ranking naar steen type, na 24 uur

	Bit1 50/70				Bit2 50/70				Bit3 PmB			
	limestone	greywacke	granite	basalt	limestone	greywacke	granite	basalt	limestone	greywacke	granite	basalt
lab 1	1	2	4	3	1	2	4	3	1	2	4	3
lab 2	1	2	3-4	3-4	1	2	4	3	1	2	3-4	3-4
lab 3	1	2	3-4	3-4	1	2	4	3	1	2	4	3
lab 4	1	2	4	3	1	2	4	3	1	2	4	3
lab 5	1	3	4	2	1	3	4	2	1	3	4	2
lab 6	1	3	4	2	1	3	4	2	1	3	4	2

In figuur 3 lijkt het polymeer gemodificeerde bindmiddel beter dan de niet-gemodificeerde bitumen. Hierbij moet worden aangemerkt dat de viscositeit van de PmB hoger is dan de gewone bitumen waardoor een verbetering niet alleen aan de adhesie toe te schrijven is maar waarschijnlijk ook door het effect van hogere viscositeit [25].

Uit vergelijking van de visuele waarnemingen blijkt dat de onderlinge verschillen niet volledig te verklaren zijn door interpretatie alleen.



Figuur 4. Rolling Bottle resultaten van Graniet met PmB na 24 uur. Van links naar rechts: lab 3 met 40% bedekking; lab 4 met 20% bedekking en lab 1 met 5% bedekking.

Ondanks de goede afspraken over de te volgen werkwijze geven identieke materialen verschillende resultaten bij uitvoering door verschillende laboratoria.

5. Conclusie

Uit deze resultaten blijkt dat de variatie in bedekkingsgraad tussen de vier steensoorten groter geworden is na 24 uren t.o.v. 6 uren. Verder blijkt ook dat de variatie tussen de steensoorten groter is dan de variatie tussen de verschillende bindmiddelen. In deze round robin wordt het beeld bevestigd [10] dat graniet de minst hechtende en kalksteen de best hechtende steensoort is. Wat betreft de bindmiddelen, is de gemiddelde bedekkingsgraad voor het polymeer gemodificeerde bitumen telkenmale iets beter dan voor de twee niet gemodificeerde bindmiddelen. Ondanks de extra procedure aanscherping met goede afspraken over de test methode, zoals het verwijderen van stof, is het niet steeds mogelijk een goede reproduceerbaarheid te melden. Zeer lage bedekkingsgraden en zeer hoge kunnen met een te accepteren reproduceerbaarheid bepaald worden. Deze ligt zelfs in de buurt van de herhaalbaarheid volgens EN 12697-11. Maar bij een matige bedekkingsgraad, tussen de 20% en de 70%, is de reproduceerbaarheid niet goed en worden zeer grote variaties tussen de verschillende deelnemers waargenomen. Verder blijkt ook dat deze grote spreiding bij middelmatige bedekkingsgraden niet uitsluitend te wijten is aan de visuele manier om de bedekkingsgraad te bepalen. De beelden genomen van de test na 24 uur tonen aan dat de verschillen ook zichtbaar zijn op foto's genomen na de test door de deelnemers.

Literatuur

1. Rieder, W. and Weber, H. Adhesion of Bituminous Binders to Stone, *Asph.u. Teer*, 1933, 37-41
2. SHRP-A/UIR-90-016, A literature review of liquid antistripping and tests for measuring stripping, Curtis, C.W., 1990.
3. Andersland, O.B. and Goetz, W.H., Sonic test for the evaluation of stripping resistance in compacted bituminous mixtures, *AAPT*, 25, p148, 1955
4. Mathews, D.H., Colwill, D.M. and Yüce, R., Adhesion tests for bituminous materials, *J. Appl.Chem.*, 15, September, 1965
5. Ensley, K., A study of asphalt-aggregate interactions and asphalt molecular interactions by microcalorimetric methods: Postulated Interaction Mechanism, *J.Inst.Petr*, 59, nr 570, 1973
6. SHRP-A-313, A literature review of the adsorption of asphalt functionalities on aggregate surfaces, Jeon, Y.W and Curtis, C.W, 1992.
7. SHRP-A-341, Fundamental properties of asphalt-aggregate interactions including adhesion and absorption, Curtis, C.W., Ensley.K and Epps. J., 1993
8. SHRP-A/UIR-90-009, Absorption of asphalt into porous aggregates, Lee, D.L., Guinn, J.A., Khandhal, P.S. and Dunning, R.L., 1990
9. SHRP-A/UIR-91-507, The effect of the physical and chemical characterization of the aggregate on bonding, Tarrer, A.R. and Wagh, V., 1991.
10. SHRP-A-398, Stage 1, Validation of the relationship between asphalt properties and asphalt-aggregate mix performance, Hicks, R.G. and Finn, F.N., 1994.
11. SHRP-A-402, Water sensitivity: Binder validation, Scholz, T.V., Terrel, R.L., Al-Joab, A. and Bea, J., 1994
12. SHRP-A-403, Water sensitivity of asphalt-aggregate mixes: Test sections, Terrel, R.L. and Al-Swailmi, S., 1994.
13. Renken, P, Haftung zwischen Bitumen und Gesteinskörnungen – ein Statusbericht, *Bitumen*, 65 Jahrgang, Heft 1, Marz 2003
14. Chaudhury, M.K. and Whitesides, G.M., Correlation between surface free energy and surface constitution, *Science, New Series*, Vol. 255, 1992
15. Chaudhury, M.K., Interfacial interaction between low-energy surfaces, *Reports: A review journal*, *Mat. Sci & Eng*, R16, 97-159, 1996
16. Chung. J.Y. And Chaudhury, M.K., Soft and Hard adhesion, *The Journal of Adhesion*, 81, 1119-1145, 2005
17. Shah, B.D., Evaluation of Moisture damage within asphalt concrete mixes, Thesis Texas A&M University, August 2003.
18. Hefer, A.W., Adhesion in Bitumen-Aggregate Ssystems and Quantification of the effects of water on the adhesive bond, Thesis University of Pretoria, December 2004
19. Basin, A.B., Development of methods to quantify bitumen-aggregate adhesion and loss of adhesion due to water, Thesis Texas A&M University, May 2006
20. Howson, J., Masad, E., Bhasin, A., Little, D. and Lytton, R., Comprehensive analysis of the surface free energy of asphalt and aggregates and the effects of changes in pH, *Construction and Building Materials*, 25, 2554-2564, 2011
21. Hirsch, V; Friemel-Goettlich, B., Bestimmung des adhaesiven Potentials von Bitumen und Gesteinsoberflaechen mit Hilfe der Kontaktwinkelmessmethode., *Berichte der Bundesanstalt für Straßenwesen unterreichte Straßenbau*, Issue 59, 2009, 62S
22. Moisture sensitivity of asphalt pavements, A national seminar, TRB committee, San Diego, February 4-6, 2003.

23. Gubler, R., Partl, M.N., Canestrari, F. and Grilli, A., Influence of water and temperature on mechanical properties of selected asphalt pavements, *Materials and Structures*, 38, 523-532, 2005
24. Wong, W.G., Han, H.F., He, G.P., Qiu, X., Wang, K.C.P and Lu, W., Effects of water on permanent deformation potential of asphalt concrete mixtures, *Materials and Structures*, 37, 532-538, 2004
25. Castenada, E., Such, C. and Hammoum, F., Towards a better understanding of moisture damage of hot mix asphalt using the complex modulus, 3rd Euroasphalt & Eurobitume Congress, paper 211, Vienna 2004.
26. Research Report VT AR 03:01, Fundamentals of stripping in Bituminous Pavements, Royal Institute of Technology, Div of Highway Engineering, Stockholm, 2003
27. BitVal, Analysis of Available Data for Validation of Bitumen Tests, Report on Phase 1 of the BitVal Project, 2006
28. Besamusca, J., Rooijen van, R., Robertus, C. and Beuving, E., The search for simple test to assess the complex of adhesion and durability of adhesion, 5th Eurasphalt & Eurobitume congress, 2012
29. Bagampadde, U., Isacson, I. and Kiggundu, B.M., Impact of bitumen and aggregate composition on stripping in bituminous mixtures, *Materials and Structures*, 39, 303-315, 2006
30. Kringos, N., Scarpas, A. and Bondt de, A., Determination of Moisture Susceptibility of Mastic-Stone Bond Strength and Comparison to Thermodynamical Properties, Annual meeting AAPT, Philadelphia, Pennsylvania USA, April 2008.
31. Jorgensen, T., Testing adhesion between bitumen and aggregate with the rolling bottle test and the boiling test., 6th International Conference on bearing capacity of roads and airfields, 2002, Lisbon - Portugal, AA Balkema, Volume 2, 2002, p. 889-97
32. Grönniger, J., Wistuba, M.P., Renken, P., Adhesion in bitumen-aggregate-systems: New technique for automated interpretation of rolling bottle tests, (2010) *Road Materials and Pavement Design*, 11 (4), pp. 881-898
33. Källén, H.a , Heyden, A.a , Lindh, P.b, Measuring bitumen coverage of stones using a turntable and specular reflections, (2013) *VISAPP 2013 - Proceedings of the International Conference on Computer Vision Theory and Applications*, 1, pp. 333-337.
34. Morgenstern, A; Schulze, C; Marschke, L., Verbesserung der Praezision der Pruefung zur Bestimmung des Haftverhaltens zwischen groben Gesteinskoernungen und Bitumen / Improved test methods for the determination of the affinity between aggregate and bitumen. *Strasse Und Autobahn*, Volume 61, Issue 12, 2010, 879-84
35. Renken, P., Wistuba, M.P., Groenninger, J., Schindler, K., Adhesion von Bitumen am Gestein: Verfahren der quantitativen Bestimmung auf Grundlage der Europaeischen Normung. *Forschung Strassenbau und Strassenverkehrstechnik*, Issue 1043, 2010, 140S
36. Groenninger, J. Computergestuetzte Auswertung von Rolling-Bottle-Tests / Computer aided analysis of Rolling-Bottle-Tests. *Strasse Und Autobahn*, Volume 59, Issue 7, 2008, 415-9
37. Lamperti, R., Lantieri. C., Sangiorgi, C., Bitelli, G. And Simone, A., Semi-automatic Evaluation of the degree of Bitumen Coverage on Bitumen-Coated Aggregates, 8th International Symposium on Testing and Characterisation of Sustainable and Innovative Bituminous Materials, DO 10.1007/978-94-017-7342-3_2, RILEM 2016.
38. Ulgren, N., The influence of the mastic on the durability of asphalt pavements as studied by the shaking abrasion test, 3rd Eurasphalt & Eurobitume congress, Volume 2, 2004, p. 1464-75

39. Mo, L., Damage at the interface of interlayers and mastic of open grade porous asphalt, Thesis University Delft, January 2010.
40. Dudášová, D., Simon, S., Hemmingsen, P.V. and Sjöblom, J., Study of asphaltenes adsorption onto different minerals and clays Part 1: Experimental adsorption with UV depletion detection, *Colloid and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, vol. 317, 1-9, 2008.
41. Chukwudeme, E.A. and Hamouda, A. A., Oil recovery from polar components (asphaltene and SA) treated chalk rocks by low salinity water and water containing SO_4^{2-} and Mg^{2+} at different temperatures, *Colloid and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects*, vol. 336, 174-182, 2009
42. Tu, Y., O'Carroll, J.B., Kotlyar, L.S., Sparks, B.D., Ng, S., Chung, K.H. and Cuddy, G., Recovery of bitumen from oilsands: gelation of ultra-fine clay in the primary separation vessel, *Fuel*, 84, 653-660, 2005
43. Fini, E. H., Al-Qadi, I. L., Masson, J-F. and McGhee, K. K., Interfacial Fracture Energy : An indicator of Bituminous material adhesion, *AAPT*, vol. 77, 2008
44. Horgnies, M., Darque-Ceretti, E. Fezai, H. and Felder, E., Influence of the interfacial composition on the adhesion between aggregates and bitumen : Investigations by EDX, XPS and peel test, *Int. J. Adhesion & Adhesives*, 31, p 238-247, 2011.
45. Grenfell, J.a , Ahmad, N.b , Liu, Y.a , Apeageyi, A.a , Large, D.c , Airey, G.a, Assessing asphalt mixture moisture susceptibility through intrinsic adhesion, bitumen stripping and mechanical damage, (2014) *Road Materials and Pavement Design*, 15 (1), pp. 131-152
46. Liu, Y.a , Apeageyi, A.a , Ahmad, N.b , Grenfell, J.a , Airey, G.a, Examination of moisture sensitivity of aggregate-bitumen bonding strength using loose asphalt mixture and physico-chemical surface energy property tests, (2014) *International Journal of Pavement Engineering*, 15 (7), pp. 657-670
47. Lyne, L.A., Redelius, P., Collin, M. and Birgisson, B., Characterisation of stripping properties of stone material in asphalt, *Materials and Structures*, 46, 47-61, 2013.
48. Kassem, E, Masad, E., Bulut, R. And Lytton, R., Measurements of moisture suction and diffusion coefficient in hot mix asphalt and their relationship to moisture damage, Annual meeting Transportation Research Board, Washington, D.C., January 2006
49. Apeageyi, A.K., Grenfell, J.R.A. and Airey, G.D., Application of fickian and non-fickian diffusion models to study moisture diffusion in asphalt mastics, *Materials and Structure*, DOI 10.1617/s11527-014-0246-2, 2014
50. Affinity of Asphalt to Mineral Aggregate: Pull-off Test Evaluation. Meng, J. *MS Thesis*, University of Wisconsin-Madison, Madison, Wisconsin, 2010.
51. R. Moraes, R. Velasquez and H. and Bahia, "Measuring Effect of Moisture on Asphalt-Aggregate Bond with The Bitumen Bond strength Test," *Journal of the Transportation Research Board*, vol. 2209, pp. 70-81, 2011.
52. Porot, L., et.all., Bitumen/Aggregate Affinity – Rilem Round Robin test on Rolling Bottle Test, 8th RILEM International Symposium on Testing and Characterisation of Sustainable and Innovative Bituminous Materials, DOI 10.1007/978-94-017-7342-3, 2016.