

Verandering in reologie van bindmiddel door veroudering in de weg en in het laboratorium

D.Q. van Lent
TNO

S.D. Mookhoek
TNO

D. van Vliet
TNO

Samenvatting

De veroudering van het asfalt bindmiddel is een van de belangrijkste eigenschappen die een invloed hebben op de levensduur van open deklagen. In deze paper wordt de ontwikkeling van de veroudering van bindmiddel in de weg en met kunstmatige veroudering in het laboratorium beschreven in termen van reologische eigenschappen (magnitude en fasehoek van de complex modulus). Hiervoor wordt een database met daarin de ontwikkeling over vele jaren door middel van de reologische eigenschappen van bindmiddelen in proefvakken in het veld vergeleken met kunstmatig verouderde bindmiddelen in het laboratorium. De resultaten zijn geanalyseerd en vergeleken door deze uit te zetten in black space grafieken. Met behulp van deze black space grafieken worden verschillende laboratorium verouderingstechnieken geëvalueerd op basis van het produceren van representatieve reologische eigenschappen van de bindmiddelen.

Steekwoorden veroudering, reologie, bindmiddel

1. Introductie

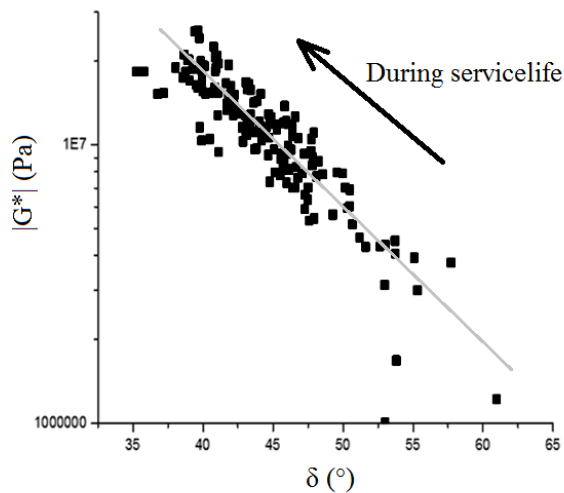
Het is algemeen bekend dat de eigenschappen van open asfaltdekkingen veranderen over de tijd als gevolg van veroudering. Het bindmiddel in de deklaag ondergaat fysische/chemische veranderingen als gevolg van temperatuurcycli, diffusie van vocht, lucht (zuurstof) en UV-straling, welke invloed hebben op de prestaties van het bindmiddel. In het algemeen verminderen deze veranderingen de duurzaamheid van het materiaal onder invloed van belastingen. Dit fenomeen wordt bijvoorbeeld algemeen waargenomen bij veranderingen in het (visco-elastisch) mechanische eigenschappen van bindmiddelen [1, 2, 3, 4, 5, 6, 7].

In dit onderzoek wordt de ontwikkeling van de reologische eigenschappen (magnitude en fasehoek van de complex modulus) van de deklaagbindmiddelen onderzocht en gemeten met een Dynamic Shear Rheometry (DSR). Op basis de ontwikkeling van deze reologische eigenschappen worden verschillende kunstmatige verouderingstechnieken vergeleken met de veroudering van bindmiddel in de praktijk, uitgezet in black space grafieken [8].

2. Veroudering van bindmiddelen in de praktijk

2.1 Proefvakken met polymeergemodificeerde bitumen

Om de veldveroudering van bindmiddelen in open dekkingen op basis van black space grafieken te bestuderen, zijn de reologische eigenschappen van teruggewonnen bindmiddelen onderzocht van 4 verschillende proefvakken in Nederland (Zebrovakken: A28, A30, A15, A59). De bindmiddelen van deze proefvakken zijn allen polymeergemodificeerde bitumen (PMB). Uit deze proefvakken zijn op gezette tijden kernen geboord (jaarlijks over een periode van 10 jaar). Het bindmiddel uit de kernen is teruggewonnen door vloeistofextractie (CH_2Cl_2). De teruggewonnen bindmiddelen zijn vervolgens gemeten in de DSR. In Figuur 1 zijn de magnitude en de fasehoek (bij 20°C en 10 rad/s) van de bindmiddelen tegen elkaar uitgezet over de tijd. De figuur laat duidelijk een trend zien van toenemende $|G^*|$ en een afnemende δ over de tijd. De helling tussen de twee parameters blijft vrijwel constant over de tijd. Opvallend is dat de individuele metingen slechts weinig variëren van een lineaire relatie tussen $\log |G^*|$ en δ over de tijd. De ontwikkeling van veroudering (verhoging van $|G^*|$ en verlaging van δ) verschilt maar licht tussen de verschillende bindmiddelen. Voor ieder afzonderlijk bindmiddel op een locatie wordt een vergelijkbare helling gevonden (richtingscoëfficiënt ca. $-0,120$).

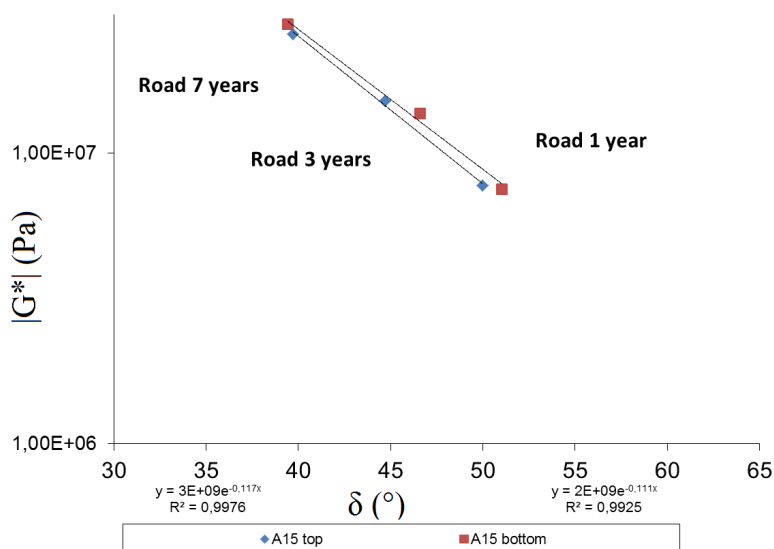


Figuur 1: Black space grafiek met de ontwikkeling van reologische eigenschappen

Op basis van deze observaties wordt er verondersteld dat individuele bindmiddelen verschillen in de gevoeligheid voor veroudering (de snelheid van toename van $|G^*|$ en afname van δ), maar dat de ontwikkeling van de reologische eigenschappen over een constante helling verloopt in het log $|G^*|$ - δ vlak.

2.2 Proefvakken met ongemodificeerde Q8 bitumen

Om vast te stellen of het in de vorige paragraaf beschreven ook klopt voor ongemodificeerde bitumen, zijn er ook resultaten geanalyseerd van een proefvak op de A15 met ongemodificeerde Q8 70/100 bitumen, zoals beschreven door Hagos [7]. Deze resultaten zijn ook uitgezet in een black space grafiek bij 20°C en 10 rad/s (Figuur 2).



Figuur 2: Black space grafiek met ongemodificeerde bitumen uit het proefvak op de A15

Figuur 2 laat twee sets met data zien, verkregen van de A15. De eerste dataset is verkregen door metingen van het bindmiddel verkregen uit de bovenkant van de open deklaag en de tweede set van bindmiddel uit de onderkant van de open deklaag. Net als Figuur 1, laat ook Figuur 2 een toename van de stijfheid en een afname van δ zien over de tijd. Ook voor dit ongemodificeerde bindmiddel is er een ontwikkeling over de tijd langs een rechte lijn in het $\log |G^*| - \delta$ vlak. De helling van de relatie is ook overeenkomstig met de relatie zoals die gevonden is voor de PMB's in de vorige paragraaf. (exponent ca. -0,117 t.o.v.. -0,120)

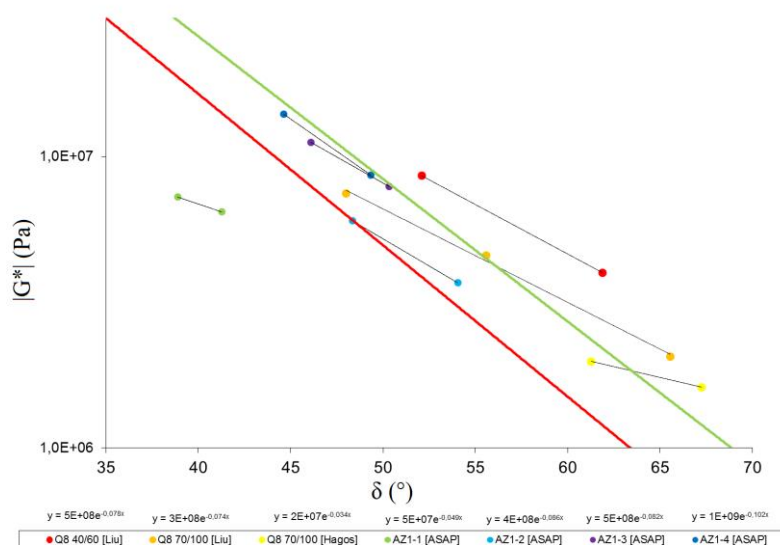
3. Kunstmatige veroudering van bindmiddelen

De resultaten in de vorige paragrafen laten een constante helling zien in het $\log |G^*| - \delta$ vlak, die vergelijkbaar is voor veroudering van PMB's en ongemodificeerde Q8 70/100 bitumen in de weg. In dit hoofdstuk worden verschillende resultaten geanalyseerd van kunstmatig verouderde bindmiddelen.

3.1 Rolling Thin Film Oven Test (RTFOT)

De RTFOT verouderingstechniek is een veelgebruikte methode om bitumineuze bindmiddelen op labschaal kunstmatig te verouderen bij hogere temperaturen als simulatie van veroudering gedurende het asfaltproductieproces. Hier zijn de reologische gegevens van bindmiddelen uit verschillende onderzoeken verzameld [9, 7, 10].

Liu [9] en Hagos [7] hebben de RTFOT veroudering uitgevoerd volgens de Europese standaard EN 12607-1 [11]. Hierbij wordt bitumineus bindmiddel (50 g) in cilindrische houders in het instrument verwarmd tot 163°C voor 75 minuten. Gedurende deze tijd wordt er warme, verse lucht in de houders geïnjecteerd met een hoeveelheid van 4000 ± 200 ml/min. In een ander onderzoek [10] is de overeenkomstige standaard AASHTO T-240 [12] gebruikt, waarin hoofdzakelijk slechts kleine verschillen in de dimensies van de apparatuur zitten. De reologische gegevens van de onverouderde bitumen en de RTFOT verouderde bitumen zijn weergegeven in Figuur 3.



Figuur 3: Verschillende bindmiddelen voor en na RTFOT veroudering vergeleken met de positie en helling van de PMB's in de weg (rode lijn) en de Q8 70/100 (groene lijn) in de weg

Figuur 3 laat zien dat de hellingen in het $|G^*| - \delta$ vlak van de verschillende RTFOT verouderde bindmiddelen nagenoeg gelijk zijn. Als referentie zijn in dezelfde figuur de verouderingsrelaties van de bindmiddelen in de weg weergegeven (rood en groen). Een vergelijking van de hellingen laten zien dat de helling (en dus de verhouding tussen de stijfheid en de fasehoek) van kunstmatige RTFOT veroudering niet overeenkomt met de helling van de verouderingsrelatie in de weg. Voor verdere verheldering zijn de hellingsexponenten van de verouderingsrelaties in het $\log |G^*| - \delta$ vlak opgesomd in Tabel 1.

Tabel 1: Hellingsexponenten in het $|G^| - \delta$ vlak voor verschillende RTFOT verouderde bindmiddelen*

Materiaal	Exponent
Wegverouderd bindmiddel (PMB)	-0.120
Wegverouderd bindmiddel (Q8 70/100)	-0.114
Q8 40/60 [9]	-0.078
Q8 70/100 [9]	-0.074
Q8 70/100 [7]	-0.034
AZ1-1 [10]	-0.049
AZ1-2 [10]	-0.086
AZ1-3 [10]	-0.082
AZ1-4 [10]	-0.102

Zoals te zien is in de tabel, zijn de coëfficiënten voor de RTFOT verouderde bindmiddelen significant verschillend van de wegverouderde bindmiddelen. Dit suggereert, hoewel slechts gebaseerd op een beperkt aantal datasets, dat het bindmiddel wat is verouderd met de RTFOT anders verouderd dan bindmiddel in de weg en dat hieruit afgeleid wordt dat er een ander(e combinatie van) verouderingsmechanisme(n) plaatsvindt. Er wordt verondersteld dat dit het gevolg is van veroudering óf bij (te) verhoogde temperaturen, en/of een verschil in monster geometrie (bitumenfilmdikte) en/of de afwezigheid van toeslagmaterialen als vulstof, zand en stenen.

3.2 Temperatuurveroudering

Bij temperatuurveroudering wordt het bindmiddel kunstmatig snel verouderd door middel van verhoogde temperaturen, als simulatie voor veroudering dat bindmiddelen ondergaan als gevolg van asfaltproductie en veroudering tijdens gebruik van de weg. De bindmiddelen worden verouderd in asfaltmengsels, zodat de bitumenlagen een meer representatieve dikte hebben en ook de invloed van de toeslagmaterialen wordt meegenomen. Hagos [7] heeft 3 verschillende temperatuurverouderingsprotocollen onderzocht op laboratoriumverdichte open mengsels met een Q8 70/100 bindmiddel:

1. 60°C voor 1000 uur
2. 60°C voor 1000 uur en UV (60 W/m²)
3. 60°C voor 1000 uur, UV (60 W/m²) en 70% rH.

In een ander project van Mookhoek et al. (2014) zijn er vier ZOAB mengsels gebruikt:

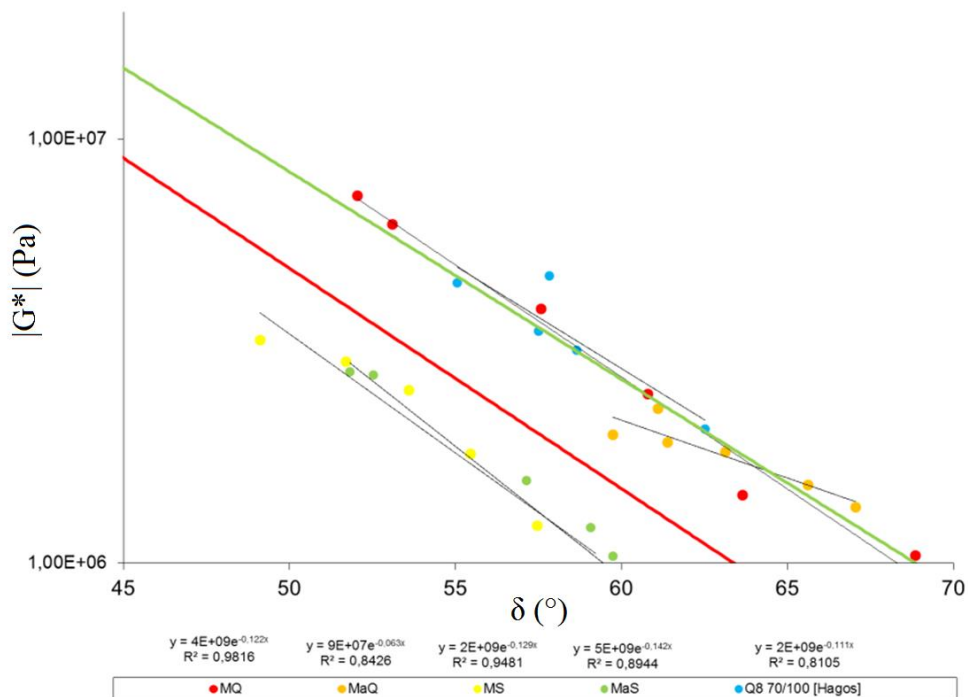
1. Onverdicht ZOAB mengsel met een Q8 70/100 bindmiddel (MQ)
2. Onverdicht ZOAB mengsel met een SBS gemodificeerd 160/220 bindmiddel (MS)
3. ZOAB mortel van Q8 70/100 : Wigro 60K filler = 1:1 (MaQ)

4. ZOAB mortel van SBS gemodificeerd 160/220 bindmiddel : Wigro 60K filler = 1:1 (MaS)

De vier verschillende mengsels zijn eerst in een luchtgeventileerde oven geplaatst voor 4 uur op een temperatuur van 135°C. Daarna zijn de mengsels gedurende negen dagen in een oven verwarmd tot 85°C. Na 1, 2, 6 en 9 dagen zijn er monsters genomen voor terugwinning van de bitumen, zoals weergegeven in Tabel 2. De teruggewonnen bindmiddelen zijn vervolgens gemeten in de DSR. De verouderingsrelaties (20°C, 10 rad/s) zijn weergegeven in Figuur 4.

Tabel 2: Verouderingsprotocol [13]

Veroudering	STA	LTA
Hoeveelheid	9 kg	
Duur	240 min	9 dagen
Ventilatie	lucht	lucht
Ventilatiehoeveelheid (l/min)	onbekend	onbekend
Temperatuur (°C)	135	85
Druk (MPa)	0,1 (standaard druk)	
Geschatte dikte mengsel (mm)	40 - 60	
Sampling (ongeveer 50 - 100 g)	Aan het eind	Na 1, 2, 6, 9 dagen



Figuur 4: Verouderingsrelaties door temperatuurveroudering vergeleken met de verouderingsrelaties van PMB (rode lijn) en Q8 70/100 (groene lijn) in de weg

Figuur 4 geeft de datasets weer van Hagos [7] en Mookhoek [13]. Het figuur laat zien dat de verouderingsrelaties voor kunstmatige temperatuurveroudering overeenkomstig zijn aan de verouderingsrelaties van bindmiddelen in de weg. In Tabel 3 zijn de hellingexponenten van de verouderingsrelaties in het log $|G^*|$ - δ vlak opgesomd.

Tabel 3: Hellingexponenten in het $|G^| - \delta$ vlak voor verschillende temperatuurverouderde bindmiddelen*

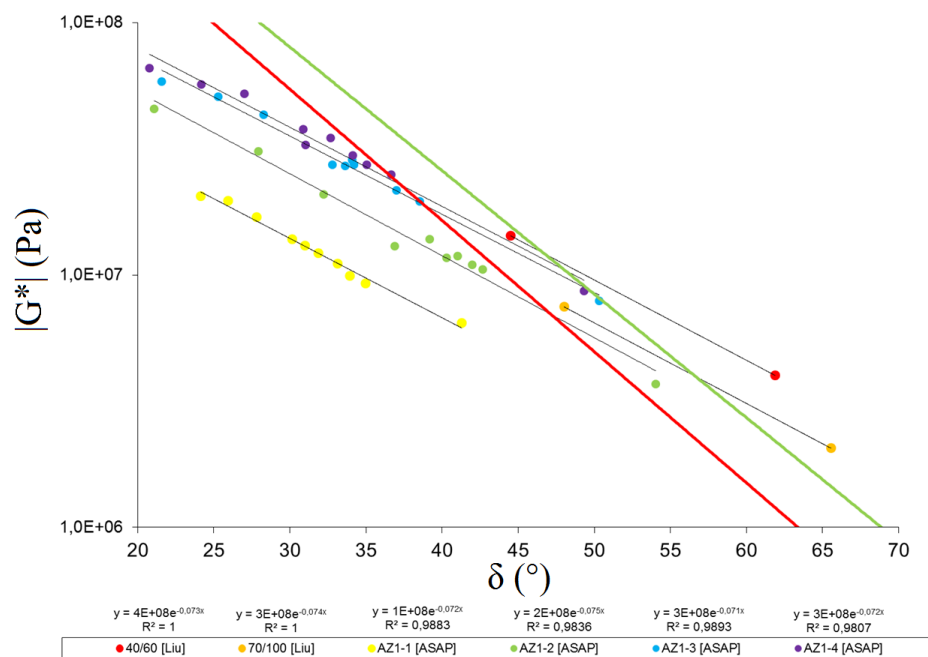
Materiaal	Exponent
MQ [13]	-0.122
MaQ [13]	-0.063
MS [13]	-0.129
MaS [13]	-0.142
Q8 70/100 [7]	-0.111

Tabel 3 laat zien dat overeenkomstige verouderingsrelaties worden gevonden voor (gemodificeerde) bitumen die temperatuurverouderd zijn in open mengsels en de verouderingsrelaties van bindmiddelen in de weg. De verouderingsrelaties voor de mortels wijken echter af van de verouderingsrelaties van bindmiddelen in de weg. Een mogelijke verklaring hiervoor is dat de afwijkende filmdikte voor de mortels zorgt voor een afwijkend verouderingsgedrag van het bindmiddel ten opzichte van de bindmiddelen in de weg. Deze resultaten tonen aan dat gematigde temperatuurverouderingsprocedures (60 - 85°C) van asfaltmengsels representatief lijken ten opzichte van veroudering in de weg.

3.3 Pressure Aging Vessel (PAV)

De PAV is tevens een veel toegepaste verouderingsmethode en simuleert ook de veroudering die bitumen ondergaat tijdens de asfaltproductie, de constructie van de weg en bovendien de veroudering van de bitumen gedurende de levensduur van de weg gesimuleerd. De PAV veroudering is door Liu [9] uitgevoerd volgens de Europese standaard EN 14769 [14]. Een bitumenhoeveelheid van $50 \pm 0,5$ g werd in een pannetje met een diameter van 140 mm gegoten. De dikte van de bitumenlaag was ongeveer 3,2 mm. De pannetjes met de bitumen werden voor 20 uur in de PAV geplaatst op een temperatuur van 100°C met een druk van $2,1 \pm 0,1$ MPa.

In het ASAP project [10] is een vergelijkbare standaard gebruikt voor de PAV veroudering (AASHTO R28) [15]. In dit project is bitumen op verschillende temperaturen en met verschillende uren verouderd. Op 60°C is bitumen met een duur van 96, 192, 336 en 504 uur verouderd. Met dezelfde uren is ook bitumen op 80°C verouderd. Op 100°C is alleen met een duur van 20 uur verouderd, overeenkomstig met de veroudering van Liu [9]. De resultaten van beide projecten zijn weergegeven in Figuur 5.



Figuur 5: Verouderingsrelaties van bindmiddel met de PAV vergeleken met de verouderingsrelaties van PMB (rode lijn) en Q8 70/100 (groene lijn) in de weg

Uit Figuur 5 kan worden opgemaakt dat PAV veroudering, net als eerder aangetoond voor de RTFOT, een andere invloed heeft op de ratio tussen log $|G^*|$ en δ vergeleken met veroudering in de weg. De verouderingsrelaties in het log $|G^*|$ - δ vlak zijn voor de PAV verouderingen onderling parallel. De coëfficiënten van de hellingen van de verouderingsrelaties voor de PAV verouderingen zijn beduidend lager dan voor veroudering in de weg (Tabel 4). Dit houdt in dat de δ wordt verlaagd voor PAV veroudering, maar dat $|G^*|$ niet evenredig wordt verhoogd.

Tabel 4: Hellingexponenten in het $|G^*|$ - δ vlak voor verschillende PAV verouderde bindmiddelen

Materiaal	Exponent
Q8 40/60 [9]	-0.073
Q8 70/100 [9]	-0.074
AZ1-1 [10]	-0.072
AZ1-2 [10]	-0.075
AZ1-3 [10]	-0.071
AZ1-4 [10]	-0.072

Opgemerkt kan worden dat de hellingexponenten zoals gevonden voor de PAV veroudering vergelijkbaar zijn met de hellingexponenten gevonden zoals voor de RTFOT veroudering. Beide kunstmatige verouderingstechnieken laten lagere coëfficiënten zien t.o.v. wegveroudering. Dit houdt in dat gedurende veroudering bij deze twee technieken de stijfheid minder snel ontwikkelt dan de δ t.o.v. veroudering in de weg. Een feit is dat zowel RTFOT en PAV met relatieve hoge temperaturen/verhoogde partiële zuurstofdrukken werken met puur bindmiddel in vergelijking tot de temperatuursverouderingsmethode waarbij veroudering bij milde temperaturen plaatsvindt op asfaltmengsels. Door de proefomstandigheden bij PAV en RTFOT (hoge temperaturen en verhoogde zuurstof partiële druk) worden mogelijk

ongewenste bijwerkingen geïntroduceerd en wordt mogelijk de invloed van toeslagmaterialen verwaarloosd.

4. Conclusies

De resultaten in dit onderzoek laten zien dat er een duidelijke trend te zien is met toenemende stijfheid en afnemende δ over de tijd van bindmiddelen zoals vastgesteld voor bindmiddelen gebruikt in open deklagen (ZOAB) op de weg. De verhouding tussen $\log |G^*|$ en δ blijft vrijwel constant over de tijd van veroudering. Voor alle beschouwde ZOAB bindmiddelen wordt een overeenkomstige verouderingsrelatie in het $\log |G^*| - \delta$ vlak gevonden.

De gevonden verouderingsrelaties verkregen voor de bindmiddelen door kunstmatige veroudering: PAV en RTFOT komen niet overeen met de gevonden verouderingsrelatie van de bindmiddelen in de weg.

In tegenstelling tot deze frequent gehanteerde kunstmatige verouderingsmethoden geeft een kunstmatige, maar gematigde, eenvoudige temperatuurveroudering, indien gedaan op asfaltmengsels, nagenoeg wel overeenkomstige verouderingsrelaties als in de weg.

5. Aanbevelingen

Gezien het feit dat gematigde temperatuurveroudering van asfaltmengsels representatiever veroudert als wegveroudering, dient het aanbeveling om minder versneld te verouderen, bij lagere temperaturen en drukken en onder invloed van de effecten van toeslagmaterialen.

Gebaseerd op de resultaten van dit onderzoek verdient het verder de aanbeveling om bindmiddel op mengselniveau te verouderen om de effecten op het verouderingsgedrag door geometrische eigenschappen (bv. bitumenlaagdikte) te verkleinen.

6. Referenties

- [1] Unravelling Porous Asphalt Concrete towards a Mechanistic Material Design Tool, Hurman, R.M., Mo, L. & Woldekidan, M.F., Road Materials and Pavement Design, 11:3, 583-612, 2010
- [2] Asphalt Oxidation Mechanisms and the Role of Oxidation Products on Age Hardening Revisited, Petersen, J.C. & Glaser, R., Road Materials and Pavement Design, 12:4, 795-819
- [3] Characterisation of ageing processes on the asphalt mixture surface, Lopes, M., Zhao, D., Chailleux, E., Kane, M., Gabet, T., Petiteau, C. & Soares, J., Road Materials and Pavement Design, 15:3, 477-487, 2014
- [4] Development of a new method for assessing asphalt binder durability with field evaluation, Glover, C.J., Davidson, R.R., Domke, C.H. Ruan, Y. Juristyarini, P., Knorr, D.B. Jung, S.H., Federal Highway Administration and Texas Department of Transportation, Report # FHWA/TX-05/1872-2, 2005

- [5] UV and Thermal Aging of Pure Bitumen-comparison Between Laboratory Simulation and Natural Exposure Aging, Wu, S., Pang L., Mo, L., Qiu, J., Zhu, G. & Xiao, Y., Road Materials and Pavement Design, 9:sup1, 103-113, 2008
- [6] Response Modelling of Bitumen, Bituminous Mastic and Mortar, Woldekidan, M.F., Ph.D. dissertation, Delft University of Technology, 2011
- [7] The Effect of Aging on Binder Properties of Porous Asphalt Concrete, Hagos, E.T., Ph.D. dissertation. Delft University of Technology, 2008
- [8] Using black space diagrams to predict age-induced cracking, King, G., Anderson, M., Hanson, D. & Blankenship, P., Proceedings of the 7th RILEM International Conference on Cracking in Pavements, 2012
- [9] Characterization and Identification of Bituminous Materials Modified with Montmorillonite Nanoclay, Liu, G., Ph.D. dissertation, Delft University of Technology, 2011
- [10] Asphalt Surface Aging Prediction (ASAP) System, Western Research Institute, Final Report, September 2010
- [11] Bitumen and bituminous binders - Determination of the resistance to hardening under influence of heat and air - Part 1: RTFOT method, EN 12607-1, 2007
- [12] Effect of Heat and Air on a Moving Film of Asphalt (Rolling Thin-Film Oven Test). Standard Specifications for Transportation Materials and Methods of Sampling and Testing, American Association of State Highway and Transportation Officials AASHTO T-240, 27th Ed. Washington, D.C
- [13] Accelerated ageing protocols for (polymer modified) PA to obtain representative (rheological) properties, mimicking field aged materials, Mookhoek, S.D., Liu, G., Erkens, S.M.J.G., Giezen, C. & J.L.M. Voskuilen, Proceedings of the International Conference on Ageing of Materials & Structures, Delft 26-28 May 2014, the Netherlands
- [14] Bitumen and bituminous binders - Accelerated long-term ageing conditioning by a Pressure Ageing Vessel (PAV), EN 14769, 2005
- [15] Accelerated Aging of Asphalt binder Using a Pressurized Aging Vessel (PAV). Standard Specifications for Transportation Materials and Methods of Sampling and Testing, American Association of State Highway and Transportation Officials AASHTO R28, 27th Ed. Washington, D.C.