



1918

TALLINNA TEHNIKAÜLIKOOL
TEEDEINSTITUUT

UUED VIISID BITUUMENSIDEAINETE
KVALITEEDIOMADUSTE MÄÄRAMISEKS JA VÕIMALUSED
NENDE RAKENDAMISEKS, PIDADES SILMAS
KONKREETSELE OBJEKTILE VASTAVAD KRITEERIUME
SIDEAINE EELDATAVAST ELUEAST JA KASUTUSKOHAST
LÄHTUVALT

TEADUS- JA ARENDUSTÖÖ LÕPPARUANNE

Tallinn 2015

Sisukord

Sissejuhatus	7
1. Uuringusse kaasatud proovid	8
1.1. Proovide kogumine, jaotamine ja hoiustamine	8
2. Naftabituumenite tootmisprotsess	10
3. Bituumen keemilisest vaatevinklist - teooria	13
3.1. Bituumeni käitumisest üldiselt	13
3.2. Bituumenite keemiline koostis	14
3.2.1. Bituumenite elementkoostis	17
3.2.2. Vaha	19
3.3. Bituumeni vananemisel toimuvad keemilised protsessid.....	21
3.3.1. Bituumenite vananemisprotsess ehk oksüdeerumine	21
3.3.2. Bituumeni fraktsioonide ja bituumeni vastupidavuse omavaheline seos.....	22
3.3.3. Bituumeni käitumine madalatel temperatuuridel	22
3.3.4. Bituumenite pöörduv jäigenemine/vananemine.....	22
3.4. Katsetoodikad keemiauuringuteks	23
3.4.1. FTIR (Fourier transform infrared spectroscopy; infrapunaspektroskoopia)	23
3.4.2. Kromatograafia.....	25
3.4.3. GPC	26
3.4.4. XRF	29
4. Katsetoodikad.....	32
4.1. <i>Performace Grade</i> ehk PG katsed.....	34
4.1.1. Rolling Thin Film Oven Test (RTFOT)	34
4.1.2. Pressure Aging Vessel test (PAV)	34
4.1.3. Dynamic Shear Rheometer test	35
4.1.4. Bending Beam Rheometer test (BBR)	37
4.1.5. Multiple Stress Creep Recovery (MSCR) test	39
4.2. Wisconsin ülikooli poolt soovitatud täiendavad eksperimentaalsed katsed.....	41
4.2.1. Single Edge Notched Beam (SENB) test	41
4.2.2. Linear Amplitude Sweep (LAS) test.....	42
4.3. Queensi ülikooli professor S.Hesp'i soovitatud täiendavad katsed	43

4.3.1. Extended Bending Beam Rheometer (eBBR) test	43
4.3.2. Double Edge Notched Tension (DENT) test.....	43
5. Performance Grade (PG) tulemused uuritud bituumenite osas	48
5.1. Uuringusse kaasatud bituumenite käitumine kõrgetel temperatuuridel	48
5.2. Uuringusse kaasatud bituumenite käitumine madalatel temperatuuril.....	50
5.3. Eesti tingimustesse sobilikud bituumenid - Eesti kliimakaart	51
5.3.1. Temperatuuride andmed.....	51
5.3.2. Katte projekteerimise temperatuuride leidmine	52
5.3.3. Teeilmajaamade andmed.....	57
5.4. PG katsete kokkuvõte.....	58
5.5. Bituumenite modifitseerimine.....	60
5.5.1. Modifitseeritud bituumenite katsetamine.....	61
5.5.2. Lisakatsed UW-MARCis	65
5.5.3. Eurostandardijärgsed katsed PG jaoks modifitseeritud bituumenitele.....	68
5.6. Kokkuvõte PG tulemustest ja modifitseerimisvajadustest	71
6. Bituumenite katsetamine Kanada Ontario piirkonna nõuetele vastavalt	73
6.1. Keemiakatsed	74
6.2. Reoloogiakatsed	76
6.3. Järeldused Ontario ülikoolis sooritatud katsetustest	81
7. Uuringusse kaasatud bituumenite keemiline koostis.....	83
7.1. Uuringusse kaasatud bituumenite elementkoostis.....	83
7.2. Bituumenite infrapunaspektrid.....	88
7.3. Uuringusse kaasatud bituumenite küllastunud ühendite uurimine GC-MS meetodil	92
7.4. Vaha sisaldus.....	94
7.5. Kokkuvõte bituumeni keemiast.....	97
8. Bituumenid ja pindamine	99
8.1.1. Plaadikatsed ja arutelu muude katsete osas	99
8.1.2. Katsed pindamiskihtide „higistamise“ vastu.....	99
8.1.3. Katsed pindamiskihtide väsimuskindluse ja kivide irdumise vastu	102
8.1.4. Katsed pindamiskihtide vananemise vastu.....	102
8.1.5. PG katsed pindamisbituumenitele.....	102
8.1.6. Kokkuvõte pindamisbituumenitest.....	104

9. Arutelu ja analüüs.....	106
9.1. Reoloogiliste testide võrdlus ja analüüs	106
9.1.1. Töödeldavus	107
9.1.2. Vastupidavus kõrgetele temperatuuridele ja liikluskoormusele.....	108
9.1.3. Vastupidavus madalatele temperatuuridele.....	113
9.1.4. Väsimuskindlus	115
9.1.5. Vastupidavus ajas	121
9.1.6. Võrdleva reoloogilise analüüsi kokkuvõte	128
9.2. Uuringusse kaasatud bituumenite keemiliste ja reoloogiliste omaduste seosed	129
9.2.1. Uuringusse kaasatud bituunemite analüüs keemilisest vaatevinklist.....	132
9.3. Uuringusse kaasatud bituumenite iseloomustus ja Eesti tingimustesse sobivus	134
9.3.1. Bituumeni „sobitamine“ kliimasse ehk omaduste muutmine vastavalt vajadustele	135
9.4. PG ja Ontario süsteemi kasutatavusest Eestis	136
10. Lõppjäreldused	139

Käesolev teadus- ja arendustöö on Maanteeameti ja Tallinna Tehnikaülikooli vahel sõlmitud teadus- ja arendustöö lepingu „UUED VIISID BITUUMENSIDEAINETE KVALITEEDIOMADUSTE MÄÄRAMISEKS JA VÕIMALUSED NENDE RAKENDAMISEKS, PIDADES SILMAS KONKREETSELE OBJEKTILE VASTAVAD KRITEERIUME SIDEAINE EELDATAVAST ELUEAST JA KASUTUSKOHAST LÄHTUVALT“ lõpparuanne.

Uuringu vastutav täitja:	prof. Andrus Aavik, TTÜ Teedeinstituut
Ekspert	Karli Kontson, M.Sc, Maanteeamet
Ekspert	Rein Freiberg
Ekspert	Marek Koit
Keemia vanemteadur	Maria Kulp, Ph.D, TTÜ Keemiainstituut
Teedeala teadur	Sven Sillamäe, M.Sc, TTÜ Teedeinstituut/TTK
Teedeala teadur	Kristjan Lill, M.Sc, TTÜ Teedeinstituut
Välisekspert	prof. Simon A. M. Hesp, Queens University
Välisekspert	prof. Hussain Bahia, University of Wisconsin, Madison

TTÜ Teedeinstituut

15.04.2015

Kaasatud konsultandid ja kaasautorid

Prof Hussain Bahia, Pouya Teymourpour, kaasautorid

UW-MARC, USA

Spetsiaalselt bituumenite ja asfaltsegudega tegelevad Wisconsin ülikooli teadlased professor Hussain U. Bahia ja doktorant Pouya Teymourpour kaasati projekti kui peamised *Performance Grade* (PG) katsete teostajad, katsetulemuste analüüsijad ja välisekspertid. UW-MARC omab väga suurt kogemust PG arendamisel ja juurutamisel nii Ameerika Ühendriikides ja Lähis-Ida regioonis. UW-MARC teadlased juhtisid konsultatsioonide käigus tähelepanu ka asfaltsegude probleemidele terviklikuna ja pakkusid välja võimalikke lahendusi bituumeneid ja asfaltsegusid puudutavate probleemide osas. Wisconsin ülikooli juures tegutseva bituumenite ja asfaltsegude kompetentsikeskuse eestvedaja professor Hussain U. Bahia esines bituumeneid ja asfaltsegusid käsitleva ettekandega ka 19. veebruar 2015 Eesti Esimesel Rahvusvahelisel Bituumeni Konverentsil.

Prof. Simon Hesp, kaasautor

Queen's University Ontario CANADA

Queen's-i ülikooli keemiateaduskonna professor Simon Hesp kaasati projekti kui välisekspert ja täiendavate, Kanadas rakendatavate bituumenitega seonduvate katsete teostaja ja katseandmete analüüsija. Professor S. Hesp omab väga suurt kogemust Põhja-Ameerikas esinevate bituumenialaste probleemidega ning on töötanud välja ka täpsustavaid katsemeetodeid, kuidas neid probleeme tuvastada ja ennetada. Simon Hesp külastas ka Eestit ning andis loengud TTÜ-s ja Maanteeameti aastakonverentsil. Professor Simon Hesp andis väga suure panuse oma analüüsiga käesoleva töö lõpparuande koostamisel.

Sissejuhatus

Bituumensideained on teedehituses üheks kallimaks komponendiks. Teede korrasolek, sõidumugavus jm sõltuvad bituunemite omadusest ja kvaliteedist, pikaajaliste teede saavutamiseks on bituumeni omadustel suur roll. Kui kasutatav bituumen osutub mõne aja pärast tee valmimist mittesobivaks või halvakvaliteediliseks, on tagajärjed majanduslikus mõttes rasked nii tee omanukule kui selle kasutajatele.

Seetõttu on vajalik, et kvaliteedikontrollitoimingud bituumensideainete osas oleksid adekvaatsed ja võimaldaksid hinnata materjali oludes, milles ta peab pika aja jooksul tööle hakkama. Bituumen on ääretult kompleksne materjal koosnedes väga paljudest erinevatest keemilistest ühenditest, mille sisaldus ja proportsioonid sõltuvad bituumeni tootmiseks kasutatud toornafta päritolust ja tootmisprotsessidest. Fakt, et bituumeni olemust ei mõisteta täielikult tänase päevani, kuigi materjali on uuritud juba ca 100 aastat, kinnitab seda täiendavalt.

Eestis kasutatakse bituumensideainete omaduste kontrollimiseks Eurostandarditel põhinevat süsteemi (nõ penetratsioonil põhinev kvaliteedikontroll), millest Põhja-Ameerikas on 1990ndate alguses loobunud ja mindud üle suutlikust kirjeldavatele parameetritele (Performance Grading), kuna penetratsioonipõhine lähenemine ei kirjeldanud bituumenite omadusi piisavalt.

Eestis on jõutud järeldusele, et Eurostandardite alusel sama margi bituumenid ei ole ikkagi samasugused ja käituvad erinevalt nii asfaltbetooni tootes, paigaldades kui ka eksploatatsioonis. Erinevat päritolu, kuid Eurostandardi alusel samade parameetritega bituumenitest ehitatud asfaltkatetel on täheldatud erinevat eluiga – mõned on deformeerunud (pragunenud) juba paari aasta jooksul peale ehitamist. Järeldus selles on, et Eurostandardite alusel mõõdetavatest omadustest jääb mingis osas väheseks ja seetõttu ei ole võimalik tagada, et bituumen oleks objekti oludesse sobilik.

Sarnaseid probleeme on avastatud ka pindamiskihtidega, erinevatel aastatel pinnatud sama objekt käitub erinevalt, kuigi olud on samad – kas probleem võiks olla bituumenis ja kas kvaliteedikontrolli osas jääb midagi teadmata.

Käesoleva uurignud eesmärgiks oli saada bituumensideainete osas rohkem teadmisi – mis bituumen on, millest see koosneb, kuidas ta käitub ning kuidas vajalikke omadusi mõõta.

Uuringu hüpoteesiks on, et Euroopas hetkel bituumenitele tehtavad kvaliteedikontrollikatsed ei täida oma eesmärki ehk nende alusel ei saa adekvaatset infot bituumeni vajalikest omadustest ja tuleks minna üle suutlikusel põhinevatele kvaliteedikontrollitestidele.

Uuringu teostamiseks võeti vaatluse alla seitse Eestis kasutatavat bituumenit – viis penetratsiooniga 70/100 ja kaks penetratsiooniga 160/220. Kõik 70/100 bituumenid pärinevad erinevatest rafineerimistehastest, mille hulgas oli ka kaks 160/220 bituumenit.

Materjalidele sooritati kõik Eurostandardijärgsed testid, konsulteeriti erinevate spetsialistidega Euroopas ja Põhja-Ameerikas, määrati omadused PG ja Kanada Ontario piirkonna spetsifikatsioonide alusel, lisaks sooritati keemilise koostise uuring.

1. Uuringusse kaasatud proovid

Käesolevasse uuringusse kaasati seitse naftabituumenit ja üks põlevkivibituumen. Seitsmest naftabituumenist viis on margiga 70/100 (Eestis põhiliselt asfaltsegudes kasutatavad bituumenid) ja kaks on margiga 160/220 (Eestis peamiselt pindamistel ja stabiliseerimistöodel kasutatavad bituumenid). Uuringusse kaasatud põlevkivibituumen on margiga PB-5 (EVS 901-2).

Ühte viiest 70/100 bituumenist Eesti turul otseselt esindatud ei ole seoses vahendaja/tarnija puudumisega, mistõttu hangiti see proov otse rafineerimistehasest. Bituumenite tähistused, 2013 aastal tarbitud kogused (uurimustöö I vahearuande koostamise hetkeks kolme asfalditootja poolt edastatud andmete põhjal) ja margid on toodud tabelis 1.1. Koguselised andmed on summeeritud kolme asfalditootja poolt esitatud andmete põhjal.

Tabel 1.1

Uuringusse kaasatud bituumenite üldiseloomustus

Tähistus uuringus	Mark	Tüüp	2013 a. tarbitud kogus, tonni*
A	70/100	naftabituumen	17233
B			15529
C			andmed puuduvad
D			_**
E			2454
F	160/220		3547
G			andmed puuduvad
H	PB-5	põlevkivibituumen	andmed puuduvad

Tarbitud koguste lahtris tähendab „andmed puuduvad“ märkus, et kolme asfalditootja koguste hulgas neid bituumeneid ei olnud.

*- Kogus on arvestatud kolme suurima asfalditootja poolt esitatud tarbimisandmete põhjal.

** - Bituumenitootja tehasest saadud proov, mida ei tarnita otse Eestisse.

Kõik uuringusse kaasatud bituumenid/tarnijad on meile iseenesest soodsas asukohas ja juhul, kui nende hulgast kerkiksid esile sideained, millel on teedehituse seisukohalt väga soodsad omadused, saaks neid vajadusel koheselt ka kasutada.

1.1. Proovide kogumine, jaotamine ja hoiustamine

Kõik uuringusse kaasatud proovid võeti 2013. aasta tee-ehitusperioodi jooksul ning igat proovi võeti ca 18 kg (2x10L ämbrites) vastavalt bituumensideainete proovivõttu kirjeldavale standardile EVS-

EN 58:2012 „Bituumen ja bituumensideained. Bituumensideainete proovide võtmine“. Turul laialdasemalt kasutatavate naftabituumenite proovid võeti asfalditehastest (asfalditehase mahutitest või asfalditehaste laadimise ajal) ning vähemkasutatavate proovid võeti tarnijate/tootjate terminalidest. Proovide võtmiseks, transportimiseks ja hoiustamiseks kasutatud anumad suleti peale proovide võtmist koheselt hermeetiliselt, et vältida bituumenite edasist oksüdeerumist ja omaduste muutumist.

Erinevateks katseteks (EN-i järgsed tüübikatsed, *Performance Grade*-katsed (PG), laboratoorseteks vanandamiseks) ja analüüsideks (keemia) jaotati proovid osaproovideks. On oluline märkida, et proovide jaotamisel bituumeneid ei kuumutatud, vaid originaalproovist lõigati välja sobivad kogused ning need jaotati sobivate suurustega osaproovideks, misjärel originaalproovide anumad jällegi sulti, minimeerimaks bituumenite edasist oksüdeerumist.

Uurimustöösse kaasatud bituumeniproovid säilitatakse toatemperatuuril suletud anumates, et vajadusel katsetulemusi korrata või kasutada neid edasisteks analüüsideks.

2. Naftabituumenite tootmisprotsess

Peatükis kirjeldatud informatsioon on saadud raamatust „The Shell Bitumen Handbook. Fifth edition“.

Lähteprodukti, ehk toornaftat hoiustatakse rafineerimistehase mahutites ca 60 °C juures, kust see pumbatakse läbi soojusvaheti, mille abil tõstetakse toornafta temperatuur ca 300 °C-ni (joonis 2.1). Sellel temperatuuril ja tavarõhu tingimustes toimub toornaftast esimene komponentide (erinevate kergemate naftatoodete) füüsiline eraldamine. Naftas sisalduvad kergemad komponendid tõusevad rafineerimistornis kõrgemale (lahustid, kergemad kütused, gaas) ja raskemad komponendid (raksed kütused, õlid) jäävad/vajuvad rafineerimistornis alla poole. Rafineerimistorni põhja jääb alles nii-öelda jääk, mis suunatakse läbi teise soojusvaheti vaakumdestillatsiooni torni (ing. *vacuum distillation*), kus toimub täiendav kergemate ja raskemate komponentide eraldamine naftast. Tootmisprotsessis järelejäävat massi, mis jääb vaakumdestillatsiooni põhja, kutsutaksegi bituumeniks. Sellist toodet nimetatakse “*straight run*” bituumeniks, mille penetratsioon on üldjuhul (tavatootmistingimuste juures) vahemikus 160/220.

Alternatiivina saadakse bituumeneid ka vaakum-destillatsiooni jäägist töödeldes seda lahustite (*butane solvent*) või gaasidega (propaan). Lahustitega töödeldes seovad kergemad süsivesinikud endaga teisi kergemaid ühendeid, kuid mitte suurema molekulaarmassiga polaarseid asfalteene. Nii on võimalik bituumenist eraldada näiteks ka vahasid. Gaasiga destilleerides saavutatakse üldjuhul parema kvaliteediga bituumen, kuid rafineerimistehase tootlus on seevastu jällegi madalam.

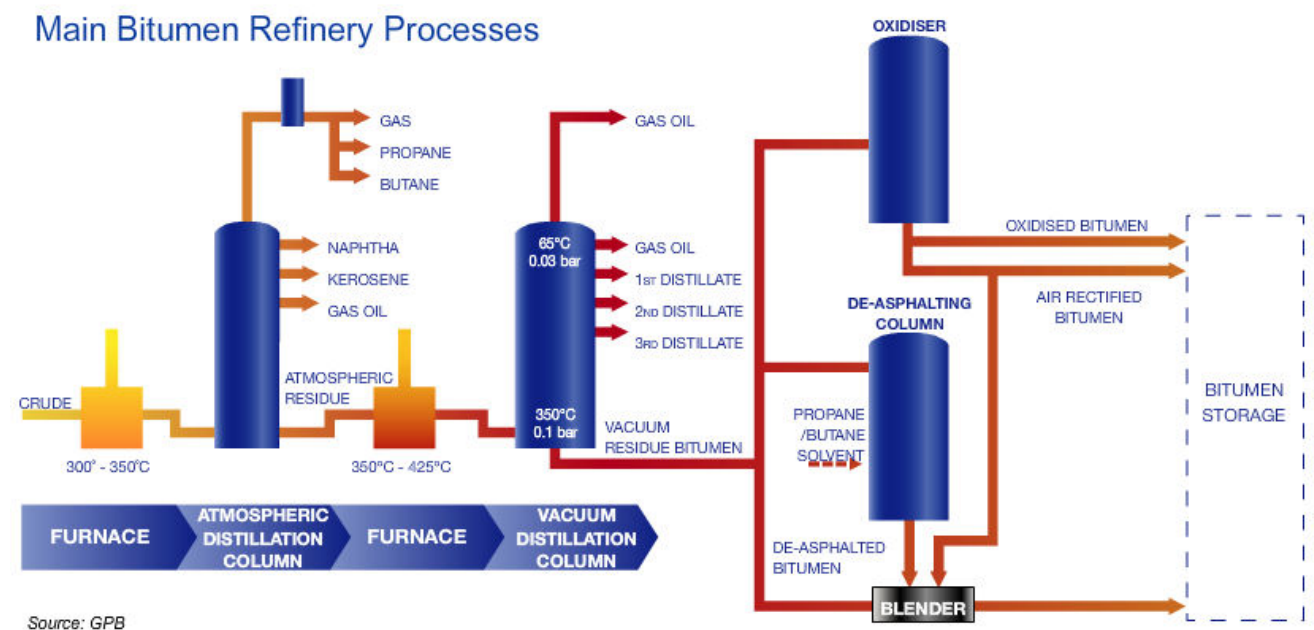
Sitkema penetratsiooniga bituumen saadakse peamiselt täiendava oksüdeerimise ehk “puhumise” (ing. *air blowing*, joonis 2.2) teel. Protsessi käigus muutub bituumeni sitkemast, ehk bituumeni penetratsioon langeb ja pehmenemistäpp tõuseb. Keemiliselt toimub puhumisprotsessiga bituumenis sisalduvate aromaatsete ühendite muundumine vaikudeks, millest omakorda tekivad uued asfalteenid.

Mõnikord saadakse erineva penetratsiooniga bituumeneid ka segamisega (ing. *blending*). Selleks töödeldakse toornaftat seni, kuni suurem osa kergemaid, lenduvaid komponente on naftast eraldatud ning alles on jäänud väga sitke ja asfalteeniderikas jääk (bituumen penetratsiooniga 12 kuni 18×0,1 mm ja pehmenemistäppiga ca 90 – 100 °C). Vajalike omadustega bituumeni tootmiseks vääristatakse (ehk segatakse tagasi) tekkinud massi aromaatsete õlide ja oksüdeerimata gudroonidega¹ saavutamaks vajalik, terviklik kolloidne süsteem asfalteenide, vaikude ja aromaatsete ühendite vahel. Igale bituumenimargile on tehastel oma retsept, millega tagatakse konkreetsele margile nõutavad omadused.

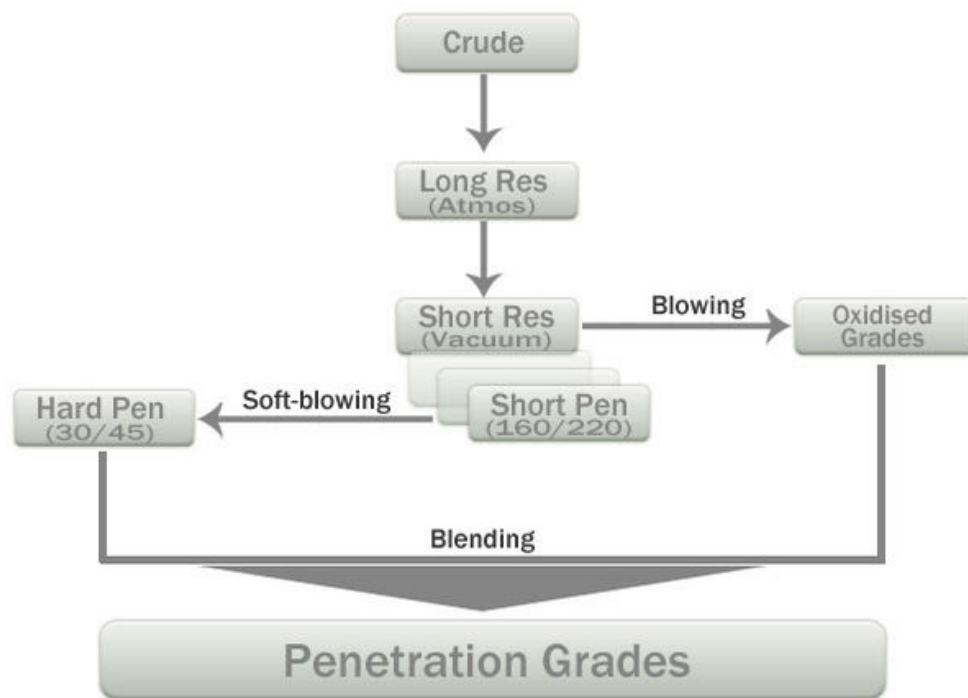
¹ Gurdoon on must viskoosne aine, nafta vaakumdestillatsiooni jääk. Tarvitatakse bituumeni saamiseks ja marginõuete saavutamiseks

Erinevat päritolu toornafta eristamiseks kasutatakse API skaala (ing. *API gravity* - *American Petroleum Institute gravity*) väärtust ja väävli sisaldust ning API skaala abil võrreldakse, kui raske või kerge on nafta võrreldes veega. Kui nafta API väärtus on üle 10, on tegemist kerge naftaga, millel on lühikeste süsivesinikahelatega molekulid ning nafta jääks vee pinnale. Kui nafta API väärtus on alla 10, siis on nafta raske ja omab pikema ahelaga süsivesinikke ning upuks vees. API väärtus üle 10 on vaid üksikutel Boscan-i ja Laguna toornaftadel (Venetsueela).

Toornaftat loetakse happeliseks (ing. *acidic*), kui väävli sisaldus on >1,0 massi-% ja aluseliseks (ing. *basic*) kui väävli sisaldus on <0,5massi-%. Ülalnimetatud Venetsueela toornaftade väävlisisaldus on üle 5% (ehk naftat saab lugeda happeliseks), samas kui enamusel toornaftadest on see näitaja <1% (ehk nafta on aluseline).



Joonis 2.1. Toornafta töötlemisprotsessi ülevaade [Eurobitumen]



Joonis 2.2. Bituumeni margiomaduste saavutamine segamise teel - lihtsustatud ülevaade [Bitumina]

3. Bituumen keemilisest vaatevinklist - teooria

3.1. Bituumeni käitumisest üldiselt

Bituumenid on viskoelastsed materjalid, mistõttu esieb neis nii viskoosset (ehk bituumen käitub kõrgetel temperatuuridel kui vedelik) kui ka elastset käitumist (ehk bituumen käitub madalatel temperatuuridel kui tahke ja elastne keha). Samas sõltub selline käitumine bituumenitel lisaks temperatuurile ka avaldatud koormusest ja koormuse ajalisest kestvusest. Bituumeni voolavus lühikese aja jooksul, kuid kõrge temperatuuril ja koormuse all on sama, kui voolavus pika aja jooksul madalamal temperatuuril ja ilma koormuseta ning seda nähtust tuntakse kui aja-temperatuuri superpositsiooniprintsiipi², mis kehtib lineaarsetele viskoelastsetele materjalidele. [7]

Kõrgetel temperatuuridel käitub bituumen kui nii-nimetatud Newtoni vedelik, millel on lineaarne sõltuvus rakendatava jõu (nihkejõu) ja voolavuskiiruse vahel. Kui Newtoni vedelikule avaldatakse kahekordset jõudu, liigub see kaks korda kiiremini. Õhk, vesi ja kuum bituumen (temperatuuril üle 60 °C) on tüüpilised Newtoni vedeliku näited. Nende materjalide viskoossus on konstantne hoolimata avaldatavast jõust. Mõningad bituumenid, eriti modifitseeritud, võivad käituda ka kõrgemal temperatuuridel mitte-Newtonina vedelikuna (ehk millel on mittelineaarsed viskoelastsed omadused). [7]

Madalatel temperatuuridel võib bituumen kiirelt avalduva koormuse tingimustes (näiteks kiire, dünaamilise liikluskõormuse all) käituda elastsena. Elastsed kehad on võrreldavad kummipaeltega, mis koormuse rakendamisel venivad, kuid koormuse eemaldamisel taastuvad oma algsesse seisundisse. Kui koormus on liiga suur, võivad elastsed kehad puruneda.

Bituumenite reoloogia võib jagada kahte regiooni sõltudes kahest relaktatsioonimehanismist [6]:

- Newtonilisest piirkonnast temperatuuri alandamisel vaid veidi toimub üleminek Newtoni voolavusest viskoelastse voolavuseni (α -relaktatsioon). Bituumeni α -relaktatsioon ehk moment, kui hakkavad ilmnema viskoelastsed omadused, on seotud asfalteenide mitsellide (kogumite) Browni liikumisega (*nähtus, mis kujutab endast vedelikus või gaasis hõljuvate mikroskoopiliste osakeste ehk Browni osakeste korrapäratut liikumist. Kaootiliselt liiguvad vedeliku või gaasi molekulid põrkavad kokku tahkete osakestega ning muudavad selle kiirust ja suunda*) ning seotud relaktatsiooni aeg on proportsionaalne bituumeni viskoossuse ja asfalteenide mitsellide suurusega.
- madalamate temperatuuride juures toimub üleminek viskoelastsest voolamisest elastsesse klaasitaolisesse käitumisse (β -relaktatsioon). Kui temperatuur jätkab langemist alla α -relaktatsiooni, elastne käitumine muutub domineerivaks ja on võimalik näha elastset klaasitaolist käitumist.

² superpositsiooniprintsiip on kõikides lineaarsetes süsteemides kehtiv printsiip, mille järgi süsteemi reaktsioon mitmele mõjurile on sama, mis üksikute mõjurite poolt tekitatud reaktsioonide summa

3.2. Bituumenite keemiline koostis

Bituumeni keemilise koosseisu keerukus seisneb asjaolus, et bituumen (ja ka nafta) sisaldab väga mitmeid erinevaid keemilisi ühendeid ja komponente. Väga üldistatult kirjeldatakse erinevaid naftasid kas siis parafiinse või nafteensena (aromaatsena), sõltuvalt sellest, kas selle nafta küllastunud ühendid koosnevad enamuses lineaarse või aromaatses struktuuriga ühenditest. Näiteks Venetsueela bituumeneid teatakse üldiselt kui nafteenseid materjale kõrge aromaatsete ühendite sisalduse tõttu. [6]

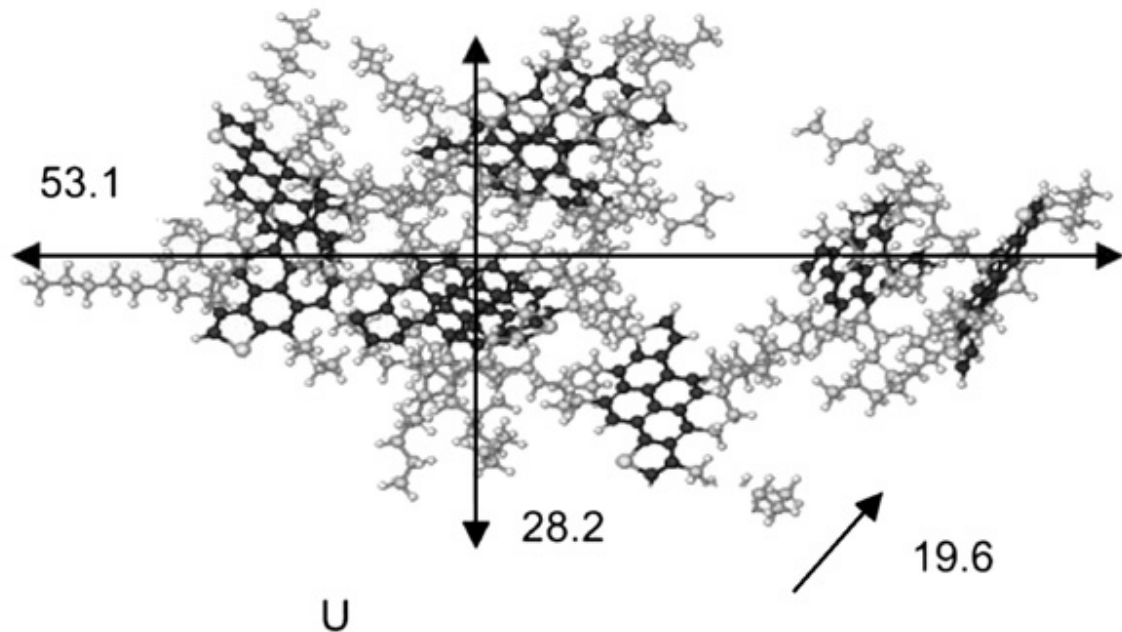
Bituumeneid kirjeldatakse teaduskirjanduses kui kolloidset dispersiooni, milles polaarsed asfalteenid asetsevad mittepolaarsete ühendite (malteenide) sees/vahel (joonis 3.2). Bituumenit saab jagada kaheks keemiliseks grupiks sõltuvalt osakeste lahustuvusest mittepolaarsetes lahustites (lahustunud nagu näiteks *n*-heksaan ja *n*-heptaan). Need kaks gruppi on asfalteenid ja malteenid. Malteenid on mittepolaarsed madala molekulaarmassiga ühendid, mis jagunevad omakorda veel aromaatseteks ja küllastunud ühenditeks ning vaikudeks. [7]

Bituumenite põhilised keemilised grupid saab jaotada neljaks, mida nimetatakse nn SARA fraktsioonideks (*ing. saturates, aromatics, resins, asphaltenes*), millest esimest kolme gruppi nimetatakse kokkuvõtlikult malteenideks [7]:

- Küllastunud ühendid (*ing. saturates*) moodustavad tavaliselt toatemperatuuril värvitu või kerge värviga vedeliku, mille klaasisiirdetemperatuur³ on väga madal (ca -70°C ringis, mis on tüüpiliselt 40 kraadi madalamal, kui bituumeni kui terviksüsteemi klaasisiirdetemperatuur). Küllastunud ühendite fraktsiooni sisaldus bituumenites jääb üldiselt vahemikku 5...20 massiprotsenti.
- Aromaatsed ühendid (*ing. aromatics*, kasutatakse ka mõistet kui „nafteensed aromaatsed ühendid“ ja „tsükliilised ühendid“) moodustuvad tumedat värvi viskoosset vedelikust, mis on ühtlasi ka kõige külluslikum grupp bituumenis koos vaikudega. Aromaatsete ühendite hulk bituumenites jääb üldiselt vahemikku 30...45 massiprotsenti. Bituumenist eraldatud aromaatsetest ühenditest moodustuva vedeliku värvus võib varieeruda kollasest punaseni. Aromaatsete ühendite fraktsioon on veidi viskoossem, kui küllastunud ühendite fraktsioon ning ühtlasi jääb fraktsiooni klaasisiirdetemperatuur ca -20 °C ümbrusesse, nagu bituumenil endalgi.
- Vaigud (*ing. resins*, kasutatakse ka mõistet kui „polaarsed aromaatsed ühendid“) on tumedat värvi, tahked või pooltahked, väga kleepuvad fraktsioonid suhteliselt kõrge molekulaarmassiga. Vaigud mängivad kriitilist rolli bituumenite stabiilsuses, kuna käituvad asfalteenide stabiliseerijadena (emulgaatoritena). Vaikude ja asfalteenide proportsioonist sõltub kõige suuremal määral bituumeni reoloogiline käitumine. Puhutud bituumeni tootmisprotsessis (sisuliselt sama protsess toimub ka bituumeni oksüdeerumisel tee peal) aromaatsed ühendid muutuvad oksüdeerumise käigus vaikudeks, ning vaigud omakorda muutuvad oksüdeerumise käigus asfalteenideks. Kui asfalteenide sisaldus kasvab, suureneb ka bituumeni jäikus (sh rabedus). Puhutud (oksüdeerunud) bituumenitel on tavaliselt kõrgem asfalteenide konsentratsioon. Reaalsetel teedel bituumenite füüsilis-keemilised omadused muutuvad ajas väga aeglaselt, mis omakorda tuleneb enamjaolt asfalteenide hulga suurenemisest. Vaikude fraktsiooni ligikaudne hulk bituumenis on üldiselt vahemikus 30...45 massiprotsenti. Kui küllastunud ja aromaatsed ühendid on toatemperatuuril õlised vedelikud, siis vaigud on samal ajal musta värvi tahked kehad ning tänaseni pole selge, kas neis toimub ka klaasistumine.

³ Klaasisiirdetemperatuur kirjeldab temperatuuri, mille juures amorfsed materjalid muutuvad tahkest, rabedast olekust viskoossesse, vedelasse (elastsesse) olekusse ning vastupidi

- Asfalteenid (*ing. asphaltenes*) on musta värvi amorfseid tahked kehad, mis sisaldavad süsinikku, vesinikku, lämmastikku, väävlit ja hapnikku. Teataval määral leidub molekulstruktuuris ka nikli ja vanaadiumi ühendeid. Asfalteene loetakse tavaliselt kõrgelt polaarseteks aromaatsseteks ühenditeks, millel on kõrge molekulaarmass. [7]

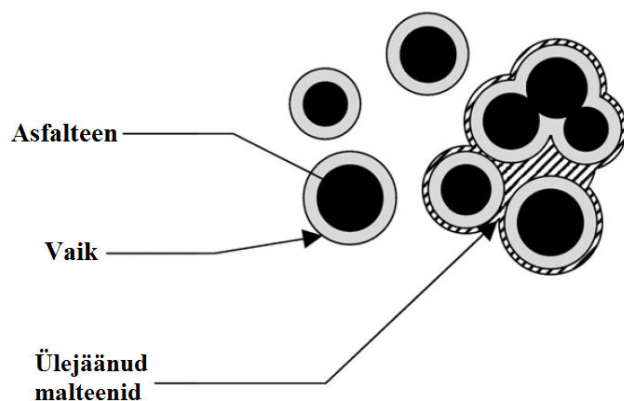


Joonis 3.1. *Sunnyside* toornaftast sisalduvate asfalteenide molekulstruktuuri näidis [6]

Asfalteenide sisaldus bituumenis jääb üldiselt vahemikku 20 massiprotsenti ja on bituumenite enimuuritud fraktsioon, tulenevalt nende suurimast mõjust bituumeni viskoossusele. Asfalteenid pakuvad suurt huvi ka keemikutele nende olulisuse tõttu toornafta töötlemises. Asfalteenid on defineeritud kui materjalid, mis ei lahustu *n*-heptaanis, kuid lahustuvad tolueenis. Asfalteene teatakse moodustavat tolueenis pisikesi osakesi (mitsellid). Teinekord kirjeldatakse asfalteene ka kui mittelahustuvat ainet *n*-pentaanis või *n*-heksaanis. Asfalteenid on toatemperatuuril musta pulbrina (joonis 3.1) ja just peamiselt nende tõttu on ka bituumen musta värvi.



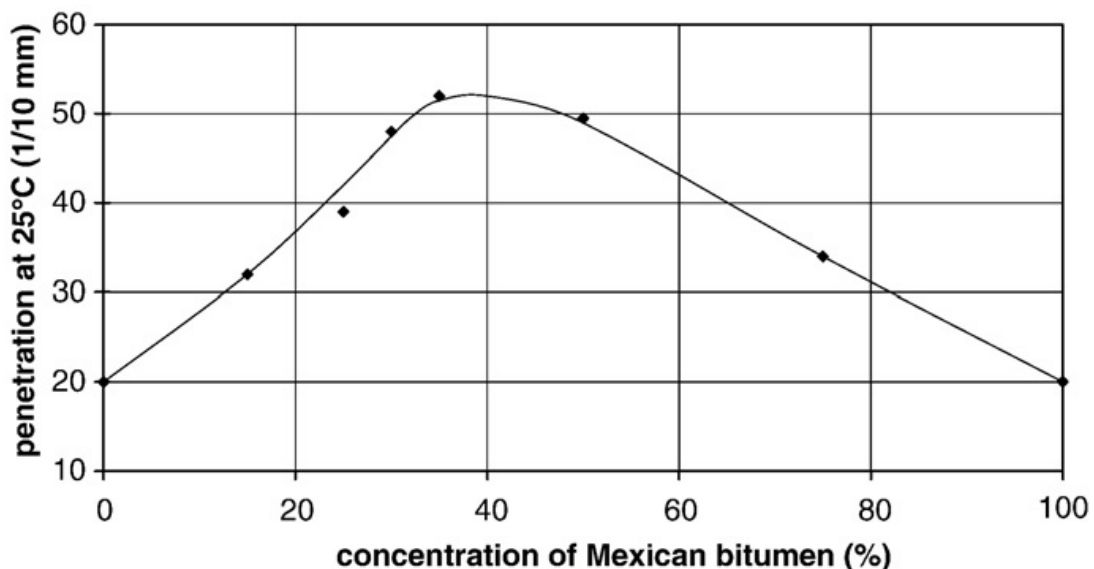
Joonis 3.1. Asfalteenid [Sven Sillamäe]



Joonis 3.2. Bituumeni lihtsustatud koostis [6]

Kuigi iga keemilise fraktsiooni täpne koostis sõltub toornafta päritolust, on nendel siiski mõningad ühised jooned ning üldised omadused jäävad muutumatuks. Sellest ühtlasi järeldub, et bituumeneid peab käsitlema keemiliste tervikutena, mille molekulaarmassid ja aromaatsete ühendite sisaldus kasvavad astmeliselt ning polaarsus tuleneb küllastunud ühenditest ja asfalteenidest. [6]

Maailmas teostatud uuringud on näidanud, et ühest naftast pärit vaigud ei suuda stabiliseerida teisest naftast pärit asfalteene. On pakutud, et asfalteenide molekulide kuju lubab „mõjutada“ end vaid sellisel vaigul, mis mahub/sobitub konkreetseesse aromaatsesse regiooni ning millel on madalaim steeriline efekt (keemilise reaktsiooni kiiruse muutus) selle alküülgrupiga. Seega esineb seal teatud molekulaarse äratundmise efekt, mis lubab vaigul siseneda asfalteenide mitsellidesse. See aitab tasandada polaarsuse erinevusi asfalteenide ja malteenide vahel, tekitades bituumenis teatudlaadi pindaktiivse reaktsiooni. Bituumenite omavahelise segamise keerukust iseloomustab hästi joonisel 3.2 kirjeldatud graafik. Graafikul on võrreldud, kuidas mõjutab kahe arvuliselt samaväärselt penetratsiooniga (20 x 0,1 mm) bituumenite omavaheline segamine lõppbituumeni penetratsiooni. [6]



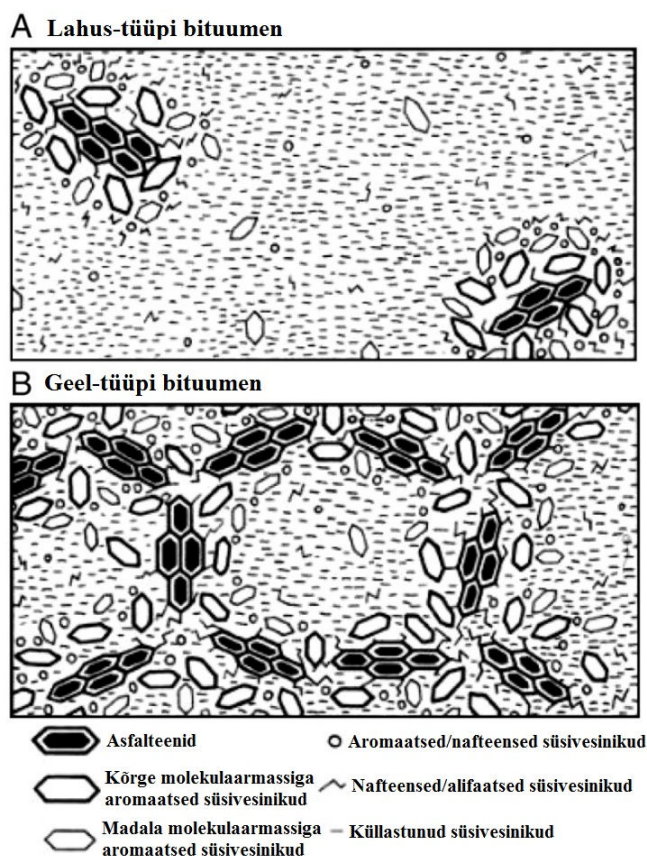
Joonis 3.3. Kahe erinevat päritolu (Borneo vs Mehhiko), kuid sama penetratsiooniga (20 x 0,1 mm) bituumeni segamisel tekkiva lõppbituumeni penetratsiooni sõltuvus segamissuhtest. Jooniselt on näha, et lisades Borneo naftast toodetud bituumenile (penetratsioon 20x0,1 mm) ca 35% Mehhiko naftast toodetud bituumenit (ka penetratsioon 20x0,1 mm), on tulemuseks bituumen penetratsiooniga 52 x 0,1 mm [6]

Bituumenites, millel on suur hulk aromaatseid malteene, on asfalteenide kogumikud (mitsellid) hajutatud, ega moodusta omavahel ühendatud struktuuri. Selliseid bituumeneid nimetatakse „sol- tüübiks“ (*ing. sol-type*, võib nimetada ka „lahus-tüübiks“, joonis 3.3A). Taolistel materjalidel on kõrged duktiilsusnäitajad, suurem temperatuuritundlikkus (vastupidavus kõrgetele temperatuuridele ei ole hea), hea vastupidavus vananemisele ja nendes praktiliselt ei esine pöörduvat jäigenemist (*ing. reversible hardening*). Täielikult lahus-tüüpi bituumenit saab kirjeldada Newtoni vedelikuna. [6]

Bituumenitel, milles ei sisaldu piisavalt malteenseid fraktsioone, ei ole asfalteenide kogumikud (mitsellid) piisaval määral teineteisest hajutatud, mistõttu asfalteenid koonduvad teineteise suhtes kokku, moodustades omavahel ühendatud struktuuri. Taolisi bituumeneid nimetatakse „geel-tüübiks“ (*ing. gel-type*, joonis 3.3B). Sellistel bituumenitel on madalad duktiilsusnäitajad, madal temperatuuritundlikkus

(kannatab kõrgemaid temperatuure), halb vastupidavus vananemisele ja tõenäoliselt esineb probleeme pöörduva jäigenemisega. [4]

Selline jaotus sobib hästi teadmisega, et pehmed bituumenid erinevad jäikadest bituumenitest (mõlemad pärinevad siinjuures samast toorainest) kõrgema asfalteenide ja madalama aromaatsete ühendite sisalduse poolest, vaikude ja küllastunud ühendite sisalduse jäädes samaks. [6] Enamus bituumeneid asetseb lahus- ja geel-tüübi vahepeal.



Joonis 3.3. Lahus- ja geel-tüübi bituumenite põhimõtteline joonis. [6]

3.2.1. Bituumenite elementkoostis

Bituumenite elementkoostis sõltub peamiselt lähtematerjalist (naftast) ning geograafilist üldistust on keeruline anda. Bituumenid koosnevad enamasti tsüklilistest süsivesinikest (aromaatsed ja/või nafteensed) ja väiksemas osas küllastunud komponentidest, millel on väga madal keemiline reaktiivsus (polaarsus). Tüüpiline bituumeni elementkoostis on näidatud Tabelis 3.1.

Tabel 3.1

Bituumeni elementkoostis [7]

Element	Keskmine sisaldus, %	Vahemik
Süsinik, kaalu %	82,8	80,2-84,3
Vesinik, kaalu %	10,2	9,8-10,8
Lämmastik, kaalu %	0,7	0,2-1,2
Väävel, kaalu %	3,8	0,9-6,6
Hapnik, kaalu %	0,7	0,4-1,0
Nikkel, ppm	83	10-139
Vanaadium, ppm	254	7-1590
Raud, ppm	67	5-147
Magneesium, ppm	1,1	0,1-3,7
Kaltsium, ppm	118	1-335
Mangaan, ppm	26	1-134
Naatrium, ppm	63	6-159

Jooniselt 3.4 nähtuvalt koosneb bituumen peamiselt süsiniku- (tavaliselt 80...88%) ja vesinikuaatomitest (8...12%). See annab süsivesinike sisalduseks jämedalt 90%, kus vesiniku ja süsiniku suhe H/C umbes 1,5, mis on vahepealne väärtus aromaatsete struktuuride (benseenil H/C=1) ja küllastunud alkaanide (H/C = 2) vahel. [6]

Origin		AAA-1 Canada	AAB-1 USA	AAC-1 Canada	AAD-1 USA	AAF-1 USA	AAG-1 USA	AAK-1 Venezuela	AAM-1 USA
C	wt.%	83.9	82.3	86.5	81.6	84.5	85.6	83.7	86.8
H	wt.%	10.0	10.6	11.3	10.8	10.4	10.5	10.2	11.2
H+C	wt.%	93.9	92.9	97.8	92.4	94.9	96.1	93.9	98.0
H/C	Molar	1.43	1.55	1.57	1.59	1.48	1.47	1.46	1.55
O	wt.%	0.6	0.8	0.9	0.9	1.1	1.1	0.8	0.5
N	wt.%	0.5	0.5	0.7	0.8	0.6	1.1	0.7	0.6
S	wt.%	5.5	4.7	1.9	6.9	3.4	1.3	6.4	1.2
V	ppm	174	220	146	310	87	37	1480	58
Ni	ppm	86	56	63	145	35	95	142	36
Mn	g/mol	790	840	870	700	840	710	860	1300

Joonis 3.4. Kirjanduses [6] viidatud erinevate bituumenite koostised

Bituumenis on tavaliselt esindatud heteroaatomid nagu väävel (0..9%), lämmastik (0...2%) ja hapnik (0...2%). Metallidest on esineb reeglina vanaadium (kuni 2000 ppm) ja nikkel (kuni 200 ppm). Väävel on bituumenis ühtlasi ka kõige enamesinev polaarne aatom, mis esineb sulfiidide, tiolide ja väiksemal hulgal sulfooksiididena. Hapnik sisaldub ketoonides, fenoolides ja väiksemal hulgal karboksüülhapetes. Lämmastik on tavaliselt pürroololistes struktuurides ja ka 2-kinoloonides. Enamus metalle pärinevad kompleksidest nagu metallporfüriinid.

Bituumenite elementkoostise uurimine koos nn „sõrmejälje“ elementidega (nt vanaadium jt) võimaldab teatava täpsusega kindlaks määrata piirkonna, kust materjal algselt pärit on. Näiteks Venetsueela naftast valmistatud bituumenid on tuntud oluliselt kõrgema vanaadiumisisalduse poolest, kui teistest piirkondadest pärit bituumenid.

On teada, et metallid nagu raud toimivad bituumeni oksüdeerumisel katalüsaatoritena, st soodustavad seda ja seetõttu kasutatakse raudkloriidi kasutatakse ka bituumenite tootmisprotsessis läbi puhumise. Üldiselt võib öelda, teedehituses kasutatavates bituumenites ei ole oksüdatsiooni katalüüsimeks piisavalt metallide soolasid. Mõningates bituumenites on siiski sees märkimisväärne hulk vanaadiumi, mis võib esile kutsuda süsivesinike mõnevõrra kiiremat oksüdatsiooni.

Mõningates uuringutes on pakutud otseseid seoseid bituumeni vananemisindeksi (ing. *hardening index*) ja vanaadiumisisalduse vahel. Ühes uuringus avastati, et bituumenid, millel on kõrge vanaadiumisisaldus, on tundlikud viskoossuse tõusule oksüdeerumise tagajärjel. Kuna bituumenites sisaldub suur hulk komponente, ei ole siiski siiani suudetud tõestada lõplikku selget seost mõne metalli sisalduse ja oksüdeerumiskiiruse vahel. Pigem on bituumeni vananemist mõjutav tegur ikkagi bituumeni terviklik koostis. [6]

3.2.2. Vaha

Bituumenite küllastunud ühendite fraktsioonis sisaldub teataval määral vaha ja seda eelkõige parafiinset päritolu naftast toodetud bituumenites. Vaha sisaldust teedehituses kasutatavates bituumenis peetakse üldiselt kahjulikuks, kuna arvatakse, et vahade sulamisel kannatab asfaltkatte deformatsioonikindlus ning külmumisel vahad kristalliseeruvad, põhjustades sideaine ja seeläbi ka asfaltkatte rabedust ning temperatuurikahanemist. Sellel samal põhjusel on mõningad riigid seadnud bituumenis sisalduvatele vahadele piirid. Vahasid seostatakse ka bituumeni jäigenemisega ajas ning halva nakkega täitematerjalide vahel.

Kirjanduses on erinevaid andmeid selle kohta, kuidas vahade sisaldus mõjutab bituumeni ja asfaltkatte omadusi. Debatt vahade mõju üle on keeruline seetõttu, et ei ole olemas täpset vaha definitsiooni, teavet erinevate vahade erisuste osas ning vahasisalduse määramismetoodikad ei ole ka väga täpsed. Ühe ja sama bituumeni puhul annavad erinevad meetodid vahasisalduse mõõtmistulemuste osas märkimisväärsed erinevusi. Näiteks ühe kirjanduses käsitletud bituumeni osas oli mõõdetud vahasisaldus vahemikus 4...25%. [9]

Bituumenis leiduvad vahad jagatakse kolme kategooriasse (joonis 3.5):

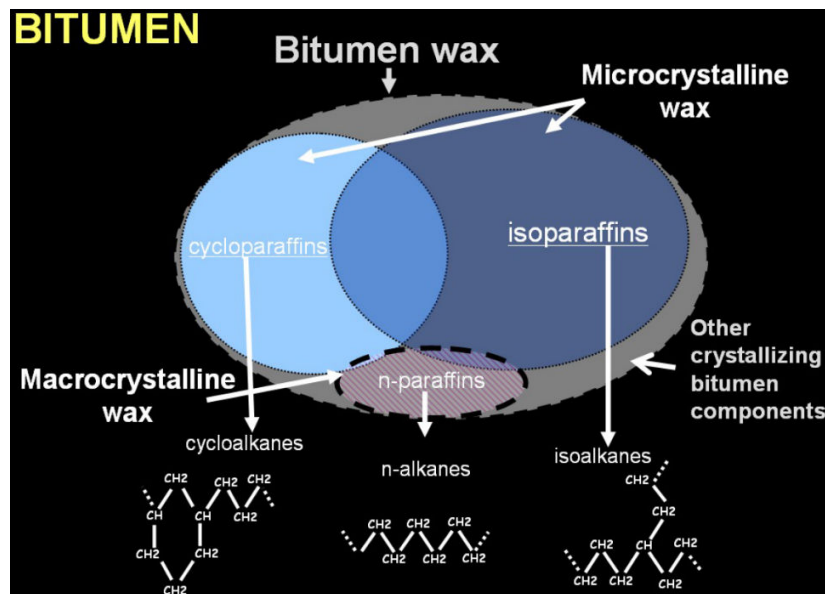
- makrokristalliline (parafiinvaha ehk n-alkaanide grupp – vähe või üldse mitte hargnenud alkaanid; *alkaan on küllastunud süsivesinik*);
- mikrokristalliline vaha;
- amorfne (mittekristalne) vaha;

Loetelust viimased kaks koosnevad peamiselt naftenidest (naftenid on tsükloalkaanid, mis on süsivesinikühendid, millel on üks või rohkem süsiniku aatomi ringi tema molekulide keemilises struktuuris) ja isoparafiinidest.

Makrokristalliline tähendab, et alkaanide süsiniku number on vahemikus C_{18} kuni C_{40} (ehk molekuli süsinikahelas on nii mitu süsiniku aatomit) ning need tõstavad madalatel temperatuuridel bituumeni viskoossust. Mikrokristallilised vahad on hargnenud alkaanid süsiniku numbriga vahemikus C_{25} kuni C_{65} ja need vähendavad viskoossust madalatel temperatuuridel [9].

Vahad, millel on hargnenud süsinikuühendid, aromaatsed ja alitsüklilised (alitsüklilised ühendid on sellised tsüklilised, orgaanilised ühendid, mis ei sisalda aromaatsid rühmi) komponendid või heteroatomid, ei kristalliseeru kergelt ning neid peetakse amorfseteks, duktiilseteks või elastseteks.

Probleemne komponent on makrokristalliline vaha ehk n-alkaanid (madala molekulaarmassiga parafiin). [10]



Joonis 3.5. Bituumenis oleva vaha olemus [10]

Suure vahahulga mõju bituumenile on järsk viskoossuse vähenemine temperatuuri tõusmisel, mis on omakorda on tingitud vahakristallide sulamisest bituumenis. Teised mõjud on bituumeni rabedaks muutumine, jäigenemine ajas, halvad duktiilsusnäitajad ja nõrk nake täitematerjaliga. Need avastused tulenevad siiski vaid laboriuuringutest ning kirjanduses on väga vähe viiteid sellele, kuidas vahad reaalselt asfaltkatet mõjutavad. Vaha laialdane mõju bituumenile ei tähenda tingimata seda, et samalaialdane mõju oleks ka asfaltbetoonile.

Vahade mõju uurimisega on palju tegelenud Kanada Queen's-i ülikooli professor Simon Hesp, kes on uuringute tulemusena järeldanud, et madala molekulaarmassiga parafiinne vaha mõjutab bituumeni jäigenemist ajas ja seeläbi ka enneaegset asfaltbetooni pragunemist. Ka nakkeprobleemid bituumeni ja täitematerjali vahel võivad olla tugevalt seotud vaha sisalduse ja omadustega. Prof. Hesp on toonud välja järgmist:

- taaskasutatud mootoriõlides sisalduv suur parafiinide kogus ei võimalda asfalteenide ühtlast jagunemist malteenides, mis kiirendab bituumenite füüsilist (ing. *physical hardening*) ja keemilist jäigenemist;
- õlides sisalduvad parafiinid sadestavad asfalteene, mis toob kaasa bituumeni kiirenenud jäigenemise;
- bituumeni „*reversible aging*“ ehk pöörduv jäigenemine on selle omaduste tagasipöörduv muutumine ajas, mille täpset olemust ei ole veel teada, kuid mida tõenäoliselt põhjustavad vaha kristalliseerumine, vaba ruumi kollaps ehk sisuliselt bituumeni temperatuurikahanemine ja asfalteenide koondumine/kobardumine teineteise suhtes.

Osad riigid, näiteks Hiina, on kehtestanud vahasisalduse ülempiiri (kuni 2,2% suure liiklussagedusega teedel ja kuni 3,0% muudel teedel) põhjustel, et kõrgematel temperatuuridel vaha sulab ning mõjub halvasti asfaltbetooni deformatsioonikindlusele [8].

Vaha sisalduse mõõtmiseks on väga mitmeid meetodeid, mis kõik annavad erinevaid tulemusi, sealjuures teineteisega korrelatsiooni omamata. Mitmed vaha sisaldust ja selle mõju käsitlevad teadlased on seetõttu tihti seisukohal, et vaha sisaldust ei peakski kvantitatiivselt mõõtma ning selle alusel bituumeneid spetsifitseerima, vaid selle asemel tuleks keskenduda bituumeni reoloogiale ja hoopiski selle spetsifitseerimisele.

3.3. Bituumeni vananemisel toimuvad keemilised protsessid

Bituumen on orgaanilise päritoluga materjal, mille omadused ei püsi ajas kahjuks muutumatuna ning sõltuvalt bituumenite keemilisest koostisest ja tootmismetoodikast, käituvad bituumenid õhuhapnikuga reageerides ja erinevates keskkonnatingimustes teineteisega võrreldes mõnevõrra erinevalt.

3.3.1. Bituumenite vananemisprotsess ehk oksüdeerumine

Bituumenite orgaaniline päritolu viitab juba asjaolule, et need reageerivad õhuhapnikuga ja vananevad. Seda protsessi nimetatakse oksüdeerumiseks ja see muudab bituumeni koostises olevate molekulide struktuuri (ülesehitust) ja asetust/ülesannet kolloidses süsteemis. Oksüdeerumise tulemusena muutub bituumen üldjuhul jäigemaks ja rabedamaks. Oksüdeerumisprotsess toimub suhteliselt aeglaselt, kuid soojem kliima ja kõrgete temperatuuride kestvusperiood kiirendavad märkimisväärselt oksüdeerumise protsessi. Asfaltkatte jäigenemist, st asfaltsegu sisalduva bituumeni oksüdeerumist mõjutab ka asfaltkatte poorsus - suure poorsuse juures esineb asfaltbetoonis rohkem omavahel ühendatud poore, mis võimaldavad õhuhapniku ligipääsu suuremal määral. Kokkuvõtlikult mõjutab bituumeni oksüdeerumist peamiselt temperatuur, aeg ja õhuhapniku juurdepääs. [7]

Bituumeni molekulide reageerimisel hapnikuga moodustuvad molekulide külge uued polaarsed piirkonnad, mistõttu molekulide polaarsused suurenevad ja seeläbi muutub ka bituumeni jäikus. Sedalaadi oksüdeerumine võib toimuda juba toornafta rafineerimisel ja bituumeni tootmisel, asfalditehastes bituumeni kuumutamisel ja segamisel ning paigaldatud asfaltkattes endas eksploatatsiooni käigus. Kuna bituumeneid toodetakse erineva päritoluga toornaftadest, siis on neil molekulaartasandil erinevad koostised ja molekulide vahel erinevad tõmbejõud ning sellest tulenevalt toimub oksüdeerumine erinevatel bituumenitel erineva kiirusega, ehk bituumenite tundlikkus oksüdeerumisele on sõltuv selle päritolust ja keemilisest koosseisust. [7]

Oksüdatiivne jäigenemine on tingitud peamiselt sellest, et polaarsed, hapnikku sisaldavad keemilised funktsionaalsed molekulid põhjustavad suurenenud molekulaarseid vastastikke mõjutusi. Vananemine vähendab eelkõige aromaatsed ühendeid tõstes vaikude ja asfalteenide sisaldust ning teadusringkondades on üldaktsepteeritud arusaam, et aromaatsed ühendid genereerivad vaike, mis omakorda genereerivad asfalteene. Küllastunud osised jäävad oma madala keemilise reaktiivsuse tõttu esialgu puutumatuks ja nende sisaldus bituumenis väga suurel määral ei muutu.

Bituumeni omadused sõltuvad selle reoloogilistest omadustest ja nende muutumine ajas on äärmiselt mittesoovitav, kuna selle tulemusel bituumeni omadused muutuvad halvemuse suunas, mis lõpptulemusena väljendub teekattes erinevate defektidena. Bituumeni oksüdeerumine asfaltkattes muudab terve teekatte oluliselt rabedamaks, viies lõpuks teekatte pragunemiseni. [7]

Kui oksüdeerumise käigus tõuseb polaarsete funktsionaalsete gruppide konsentratsioon liiga kõrgeks, kaotavad molekulid või molekulgrupid termodünaamiliste ja mehaaniliste mõjutuste tagajärjel tekkivate jõudude vastu võime piisavalt liikuda (molekulid ei suuda enam üksteisest piisava kiirusega eemalduda) ning tulemuseks on asfaltkatte pragunemised ja kate ei suuda enam avaldatud koormustest taastuda. [2]

Kokkuvõtlikult öeldes, küllastunud ühendid õhuhapnikus ei oksüdeeru, muudes bituumeni fraktsioonides ja molekulides toimuvad suuremad ja väiksemad muutused: mittepolaarsed ühendid liiguvad rohkem polaarsetesse fraktsioonidesse, kuna oksüdeerumisel tekivad bituumeni molekulides hapnikku sisaldavad funktsionaalsed grupid. Oksüdeerumise tulemuseks on tavaliselt aromaatsete ühendite ja ka vaikude vähenemine ning asfalteenide sisalduse suurenemine samaväärses ulatuses.

3.3.2. Bituumeni fraktsioonide ja bituumeni vastupidavuse omavaheline seos

Hea vastupidavusega bituumeni saavutamiseks on vaja balanssi mittepolaarsete ja polaarsete molekulide vahel.

Bituumenis käituvad asfalteenid kui paksendajad, seevastu bituumeni voolavuse tagavad küllastunud ja aromaatsed ühendid ning plastse annavad vaigud ja asfalteenid. Vaigud mõjutavad bituumeni duktiilsust ning küllastunud ja aromaatsed ühendid koos asfalteenidega mõjutavad komplekselt bituumeni jäikusomadusi. Iga fraktsioon või nende kombinatsioon täidab eraldi funktsiooni bituumeni füüsiliste omaduste juures ning need omadused on sõltuvad nende fraktsioonide kombineeritud efektist ja proportsioonidest, mis bituumenis esinevad.

Bituumeni vastupidavuse ja füüsiliste omaduste muutumatus sõltub erinevate keemiliste komponentide tasakaalust. Näiteks, kui asfalteenid ei ole jaotunud malteenide vahele ühtlaselt, põhjustab see bituumeni vähenenud vastupidavust ajas. [6]

Tänase päevani pole suudetud siiski leida piisavalt usaldusväärset korrelatsiooni erinevate fraktsioonide hulga ja nende paigutuse ning bituumeni vastupidavuse vahel, kuid töö selle nimel mujal maailmas jätkuvalt käib. Näiteks GPC-seade (seadme info peatükis 3.4.3) on võimaldanud häid tulemusi uurimaks eri suuruse ja kaaluga molekulide omavahelist tasakaalu, mida on vaja leida näiteks siis, kui bituumeneid modifitseeritakse õlidega saavutamaks paremaid madalatemperatuurilisi omadusi.

3.3.3. Bituumeni käitumine madalatel temperatuuridel

Madalatel temperatuuridel asfalteenid koonduvad kokku. Polaarsete ja mittepolaarsete funktsionaalgruppide vahel peab valitsema hea tasakaal. Kui polaarsete gruppide kontsentratsioon tõuseb liiga kõrgeks, kaotavad molekulid või molekulgrupid termodünaamiliste ja mehaaniliste mõjutuste tagajärjel tekkivate jõudude vastu võime piisavalt liikuda (molekulid ei suuda enam üksteisest piisava kiirusega eemalduda). Lihtsustatult öeldes määrab bituumeni madalatemperatuurilised omadused asfalteenid – kui neid on liiga palju, koonduvad need kokku ja bituumen muutub rabedaks, mitte ei jää viskoelastseks.

Bituumeni klaasisiirdetemperatuuri määravad aromaatsed ühendid. Vaigud ja asfalteenid „hulbivad“ aromaatsete ühendite sees, ümbruses paiknevad ka küllastunud ühendid. Temperatuuri langedes aromaatsed ühendid hakkavad hanguma ja parafiinsed küllastunud ühendid kristalliseeruma. Temperatuuri alanedes toimub vaba ruumi vähenemine ja bituumen tõmbub kokku (ühe uuringu andmetel ca 0,1%). Kui aromaatsed ühendid on külmunud, ei suuda need enam asfalteene lahustada, seetõttu asfalteenid koonduvad ja bituumen muutub rabedaks – tekivad mikropraod. [6]

3.3.4. Bituumenite pöörduv jäigenemine/vananemine

Kui vaadelda bituumeni viskoossuse (või ükskõik millise mehaanilise omaduse) arengut toatemperatuuril ajas, on täheldatav väga aeglast jäigenemist, mis oma olemuselt ei ole ümberpööratu (bituumeni

soojendamisel efekt kaob, kuid jahtumisel tekib jälle). Selle protsessi põhjustab asjaolu, et molekulid aja jooksul teineteise suhtes reorganiseeruvad, et saavutada võimalikult madalat termodünaamilist taset.

Nähtust on nimetatud erinevate autorite poolt mitmete erinevate mõistetega, nagu [4]:

- *age hardening* ehk ajas jäigenemine;
- *steric hardening* ehk steeriline jäigenemine;
- *physical ageing* ehk füüsiline vananemine;
- *physical hardening* ehk füüsiline jäigenemine;
- *reversible ageing/hardening* ehk pöörduv vananemine/jäigenemine.

Nähtus toimub eelkõige madalatel temperatuuridel vaha (täpsemalt *n*-alkaanide) kristalliseerumise, vaba ruumi kollapsi (mahukahanemise) ja asfalteenide koondumise toimet. Tagajärjeks on bituumeni reoloogiliste/mehaaniliste omaduste halvenemine madalatel temperatuuridel, mis toob kaasa asfaltkatte pragunemise nii külmade temperatuuride kui väsimuse tagajärjel. Bituumeni 6 °C temperatuurikaotus PG-klassifikatsiooni alumisel temperatuuril toob kaasa tõenäosuse, et bituumen satub asfaltkattes lubatud kõige madalamasse temperatuuri 98%-lt vähem kui 50%-le. Ehk kui enne kannatas bituumen ilma temperatuurist tingitud pragude tekkimist -36 °C, siis pärast pöörduva vananemise ilmingut kannataks bituumen -30 °C.

Peamised komponendid, mis põhjustavad pöörduvat vananemist, on madala molekulaarmassiga parafiinne vaha (*n*-alkaanid) ja suur asfalteenide hulk, mis pole malteenides hästi hajutatud (nimetatakse geel-tüüpi bituumeniks).

Bituumenid, milles ei esine niivõrd tugevat pöörduva jäigenemise ilmingut ja millel on hea vastupidavus vananemisele, on üldiselt „otse destilleeritud“ ehk puhumata ja erinevate lisanditega modifitseerimata (suhteliselt odavad meetodid, mis põhinevad geel-tüübi bituumeni tekitamisel ja/või vana mootoriõli kasutamisel). Väga head vastupidavust nii vananemisele kui pöörduvale jäigenemisele on näidanud bituumenid, milles on suur hulk naftenseid ehk aromaatsid küllastunud ühendeid ja vähe lineaarset parafiini. [3] [1]

Põhja-Ameerikas kasutatakse bituumenilisandina laialdaselt kasutatud ja taaskäideldud mootoriõlisid, et saada bituumenitele PG alusel vajalikke madalatemperatuurilisi omadusi. Vanad mootoriõlid on bituumenitele kahjulikud eelkõige parafiinide sisalduse poolest, kuna need põhjustavad kiirenevast vananemist, bituumenis sisalduvate kergemate ühendite kadu ja asfalteenide väljasadestumist ehk kokkuvõttes geel-tüübi bituumeni teket. Lisaks parafiinide sisaldusele on vanade mootoriõlide kasutamisega probleem ka bituumeni ja õli komponentide omavaheline sobimatus (v.t peatükk 3.3.2).

3.4. Katsetoodikad keemiauuringuteks

Keemilise koostise uurimiseks kasutatavate meetodite kirjeldus ja info pärineb tekstis viidatud allikatele ja Wikipedialle.

3.4.1. FTIR (Fourier transform infrared spectroscopy; infrapunaspetskoopia)

„*Fourier transform infrared spectroscopy*“ ehk FTIR (seade joonisel 3.6) on meetod, mida kasutatakse saamaks infrapunaspetskoopia neeldumisel või lendumisel tahketele, vedelatele või gaasilistele ainetele. FTIR spektromeeter kogub samaaegselt infot laiast spektrist ning seega on infot uuritava aine kohta palju.

Saadava info teisendamiseks tegelikuks spektriks kasutatakse matemaatilist protsessi nimega Fourier' teisendus, ning sellest tulenebki sõna „Fourier“ meetodika nimetusse.

Fourier' teisendus põhineb teoreemil, mille kohaselt mistahes pidev ja piisavalt regulaarne funktsioon on esitatav siinusfunktsioonide integraalina. Fourier' teisendus on integraalteisenduste hulka kuuluv lineaarkujutis, mis teisendab funktsiooni selle sagedusspektrit iseloomustavaks funktsiooniks. Fourier' teisendus seostab omavahel funktsiooni ajapiirkonna sageduspiirkonnaga.

Infrapunaspektroskoopia põhineb molekulis olevate aatomite vibratsiooni mõõtmisel. Uuritavat proovi valgustatakse infrapunavalgusega ning vaadeldakse, millise lainepikkusega kiirgus neeldub. Sedasi saadakse uuritava proovi infrapunaspekter, mille abil on võimalik interpreteerida proovi keemiline koostis. Infrapunameetodiga pole võimalik mõõta otseselt aatomeid, vaid mõõdetakse aatomite vahelisi sidemeid. Kuna iga kahe või enama aatomi vahelise sideme jõud erineb mõnevõrra, on selle kaudu võimalik tuletada proovi keemiline koostis.

FTIR on üks võimalikest meetoditest, omandamaks informatsiooni korraga kõigi lainepikkustest. Selle asemel, et lasta proovile monokromaatilist valgust, kiiratakse proovi valguskiirega, mis sisaldab endas erineva lainepikkusega kiiri. Enne proovini jõudmist läbib valgus interferomeetri ja seejärel jõuab detektorisse, kus mõõdetakse valguse neeldumist. Tulemuseks saadakse interferogramm, millele rakendatakse Fourier' teisendust ning saadakse proovi neeldumisspekter.

Infrapunaspektromeetrit kasutatakse ka koos gaaskromatograafia (lühend GC-IR) segu komponentide eraldamiseks.

Viidatud allikast nr [11]:

FTIR on enimkasutatavam ja lihtsaim bituumenikeemia määramise meetod. Tegemist on laialt kasutatava seadmega, kui määratakse oksüdeerumise mõjusid. Oksüdeerumise seisukohalt on huvi all spekter piirkonnas 1600 cm^{-1} kuni 1900 cm^{-1} , kus neelduvad karboksüülhapped, estrid, ketoonid ja andrühiidid. Kõik need komponendid sisaldavad infrapunaaktiivset karbonüülsidet $\text{C}=\text{O}$. Samuti võimaldab FTIR määrata sulfoksiide, mis tekivad oksüdeerumise käigus spektri piirkonnas 1030 cm^{-1} .



Joonis 3.6 Perkin Elmer Spectrum 400 infrapunaseade, mida kasutati peatükis 6.1 toodud IRi tulemuste saamiseks [Perkin Elmer Company]

3.4.2. Kromatograafia

Kromatograafia on üldmõiste mitmesuguste laboratoorsete füüsikalis-keemiliste meetodite kohta, mida kasutatakse uuritavate ainete segu komponentide lahutamiseks paljukordse sorptsiooni ja desorptsiooni tingimustes. Kromatograafia näitlikustamiseks saab kasutada jõe analoogiat. Jões on liikuv faas vesi ja jõepõhi seisab paigal. Vette visatakse korraga hulk erinevaid osakesi. Vees liikuvad osakesed jäävad aegajalt jõepõhja kinni. Mõned jõeveega kaasa liikuvad asjad jäävad tihedamini põhja kinni kui teised, mistõttu on osakeste liikumiskiirus erinev. Allavoolu asuv vaatleja märkab, et erinevad asjad jõuavad sinna erinevatel aegadel. Samal ajal startinud osakeste hulk on lahutatud.

Kromatograaf on kompleksne laboratoorne seade, millega eraldatakse mikstuure. Mikstuur lahustatakse vedelikus, mis kannab uuritavat ainet edasi (seda kutsutakse mobiilseks faasiks) läbi detektori (kutsutakse statsionaarseks faasiks – ehk siis sorptsioon) ja tulemused registreeritakse. Uuritava mikstuuri erinevad komponendid liiguvad erinevatel kiirustel põhjustades nende eraldumise. Eraldumine põhineb diferentseeritud jagunemisel mobiilse ja statsionaarse faasi vahel.

Lihtsustatult: ainete segu süstitakse kromatograafilisse kolonni, edasi kantakse see läbi sorbendi (liikumatu faas) sobiva vedeliku või gaasi vooluga (liikuv faas). Segu komponentide spetsiifilise sorptsiooni ja desorptsiooni tulemusena toimub nende jaotumine liikumatu ja liikuva faasi vahel vastavalt jaotuskoefitsientidele ning selle paljude korduste tagajärjel komponendid liiguvad edasi erinevate kiirustega. See viib ainete lahutumisele ning moodustuvad kiiremini ja aeglasemalt liikunud komponentide tsoonid. Protsess teostatakse kas kolonnis, kapillaaris, paberil või plaadil. Lahutunud komponendid detekteeritakse füüsikaliste või keemiliste meetoditega.

Sorptsioon - gaasi, vedeliku või mõne nende komponendi neeldumine vedelikus või tahkes aines või kogunemine tahke aine pinnale. Materjali, milles toimub mingi aine neeldumine, nimetatakse sorbendiks.

Desorptsioon – sorptsiooni pöördprotsess.

Kolonn on keemialaboris või -tööstuses teatud protsesside läbiviimiseks kasutatav inertsest materjalist toru (kolonn, silinder), milles on tahke, sobivate omadustega, täidis. Täidis peab parandama kahe faasi (gaas-vedelik, vedelik-vedelik jt) omavahelist kontakti.

Gaasikromatograaf (gas chromatography, GC) on üpriski levinud kromatograaf analüütilises keemias eraldamaks ja analüüsima komponente, mis aurustatakse ilma, et need laguneksid.

Gaasikromatograafia on kromatograafia meetod lenduvate ühendite segu lahutamiseks paljukordse sorptsiooni ja desorptsiooni tingimustes. Gaasikromatograafias on eluendiks kandegaas. Gaasikromatograafias kasutatakse kandegaasi voolu ainete segu kromatograafilisest täidiskolonnist või kapillaarkolonnist läbivoolutamiseks. Lahutatav proov viiakse aurustisse ja sealt edasi kolonni gaasilisel kujul kandegaasi vooluga. Seega saab sel meetodil lahutada aineid, mis aurustuvad ilma lagunemiseta. Kromatograafilise kolonni väljundis registreeritakse detektori signaal, mis on proportsionaalne komponendi kontsentratsiooniga. Signaal töödeldakse registraatoris ja tulemus esitatakse tavaliselt komponentide kontsentratsiooni ajalisele muutusele vastavate tippudena (kromatogramm).

Gaasikromatograafias on analüüsitavad proovid enamasti suhteliselt kergesti lenduvad vedelikud, mis viiakse mikrosüstlaga aurustisse, kust kandegaas proovi aurud läbi kolonni kannab.

Gaasikromatograaf-massispektromeeter (GC-MS) väljastab iga kromatograafiliselt lahutunud komponendi massispektri. Seda meetodit rakendatakse siis, kui teiste meetoditega on komponentide

identifitseerimine raske. Seade võimaldab tuvastada ka eraldatud komponentide struktuuri. GC-MS on kombineeritud meetod, mille puhul proovi komponendid esmalt lahutatakse gaasikromatograafilises seadmes ja kolonnist väljunud komponendid sisestatakse väga lühikeste intervallidega massispektromeetrisse, kus komponente "pommitatakse" ioonkiirega, mille toimetel ühend laguneb erineva massiga ioonideks, s.t. ainele iseloomulikeks fragmentideks. Massispektri alusel saab kindlaks teha komponendi struktuuri. Segu spektrite järgi saab arvutada ka komponentide kvantitatiivseid suhteid, kui on teada puhaste komponentide spektrid.

Massispektromeetria (MS) on analüütilise keemia meetod, millega on võimalik mõõta osakeste massi ja elektrilaengu suhet. Seda meetodit kasutatakse osakeste molekulmasside määramiseks, proovi või molekuli elemendilise koostise määramiseks ning peptiidide või teiste keemiliste ühendite struktuuri välja selgitamiseks. Massispektromeetria põhimõte seisneb keemiliste ühendite ioniseerimises tekitades laetud molekulid või molekulide fragmendid, ning määratakse nende massi ja laengu suhe.

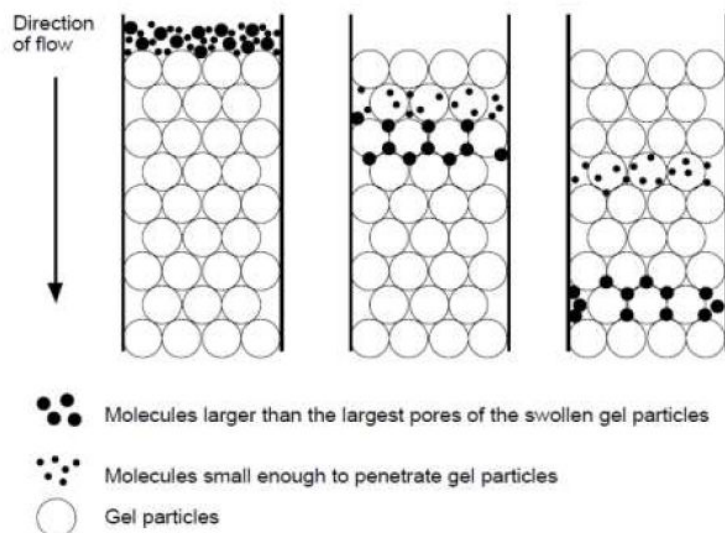
3.4.3. GPC

GPC meetod separeerib uuritavas aines sisalduvad molekulid molekulaarmassi alusel. Seadet on kasutatud eelkõige polümeeride uurimisel, kuid leiab kasutust ka bituumenite uuringutes. Polümeerid ja bituumenid karakteriseeritakse nende molekulide suuruse alusel. Lihtsustatult selgitades lastakse uuritav materjal läbi „sõela“ (milleks on geel), mis „sõelub“ materjali vastavalt molekulide suurusele (joonis 3.7). GPC spekter jaotatakse 13 võrdse suurusega alasse (joonis 3.8) – LMS ehk suured molekulid, MMS ehk keskmise suurusega molekulid ja SMS ehk väikese suurusega molekulid.

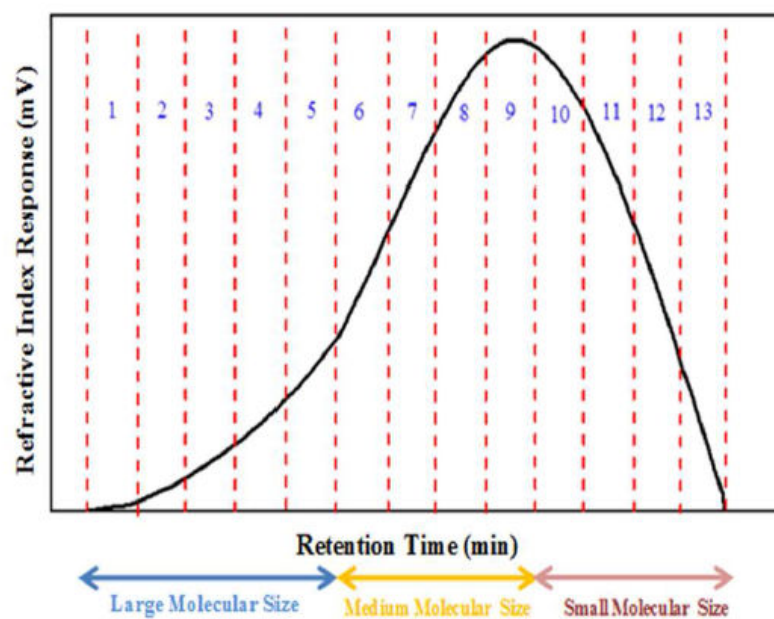
GPC parameetriteks on veel molekulaarkaalud:

- M_w – keskmine molekulaarkaal massi osas. Mõjutab uuritava materjali üldomadusi ja vastupidavust;
- M_n – keskmine molekulaarkaal molekulide hulga suhtes. Mõjutab molekuli termodünaamilisi omadusi;
- M_z – keskmine molekulaarkaal molekulide suuruse suhtes (z-keskmine molekulaarkaal);
- M_v – keskmine molekulaarkaal viskoossuse alusel;
- M_p – maksimaalne molekulaarkaal.

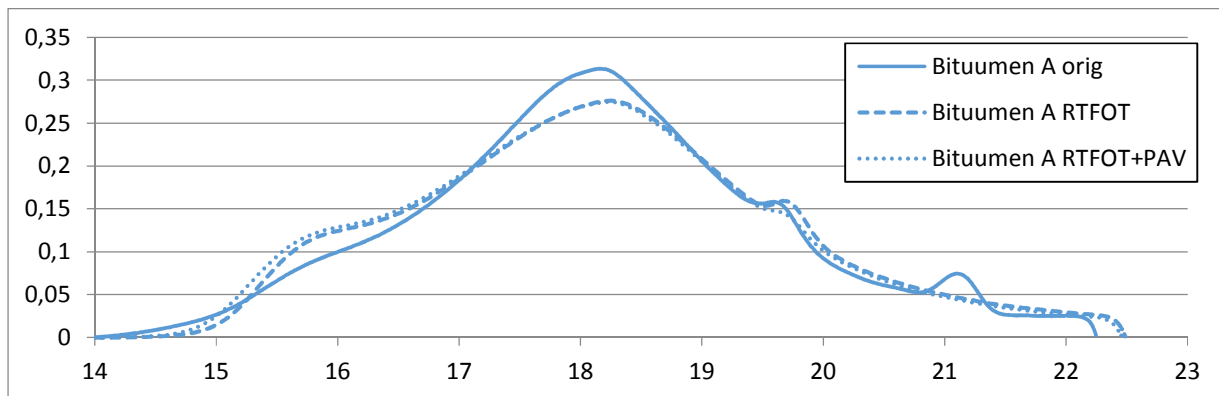
Tüüpilisel jaotuskõveral on molekulaarkaalude omavaheline suhe $M_n < M_v < M_w < M_z$.



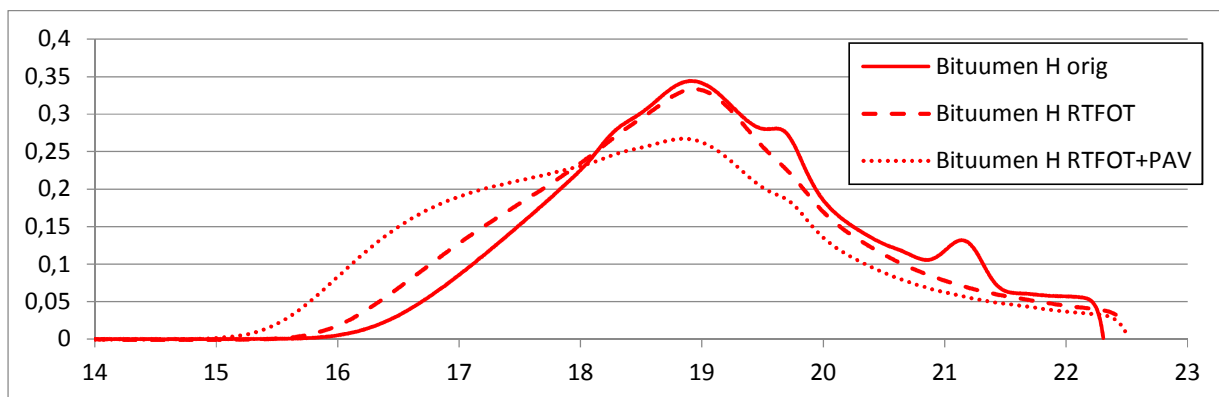
Joonis 3.7. Geelkromatograafis lastakse uuritava materjali molekulid läbi geeli, mis on justkui sõel separeerides molekulid suuruse alusel. Joonis pärineb UW-MARC presentatsioonist.



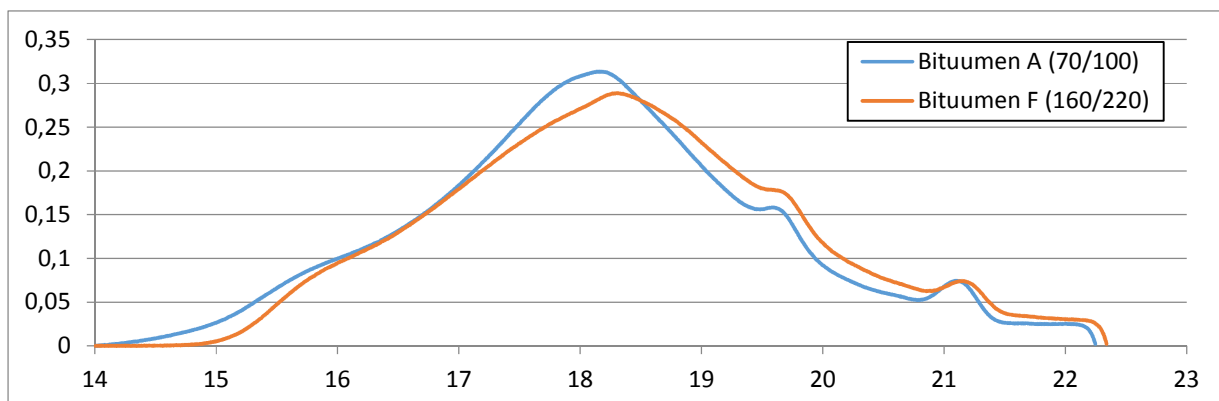
Joonis 3.8. Molekulide suuruse alusel koostatakse graafik. Uuringutega on leitud, et vananemise teel suureneb suurte molekulide hulk. Joonis pärineb UW-MARC presentatsioonist.



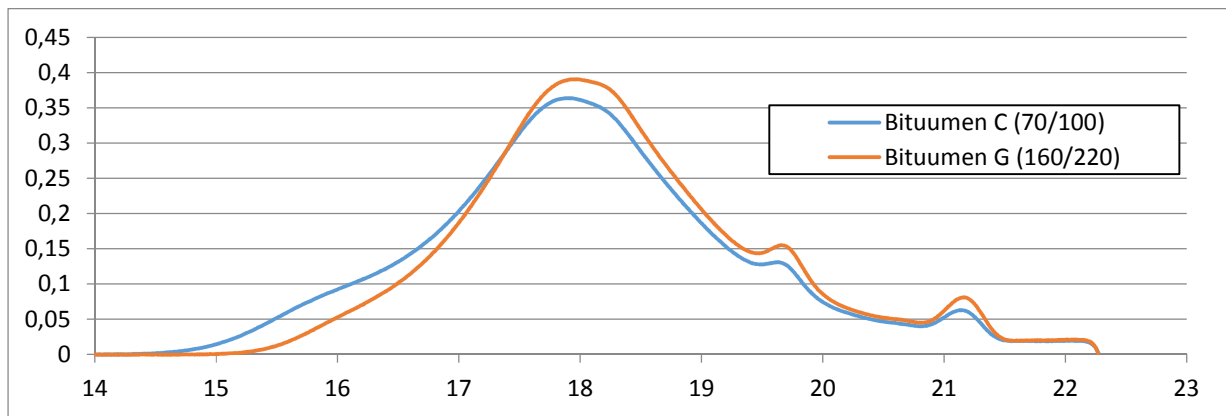
Joonis 3.9. Uuringusse kaasatud naftabituumeni A molekulide suuruses toimuvate muutuste võrdlus erinevatel vanandamisetappidel (lühiajaline vanandamine – RTFOT; pikaajaline vanandamine RTFOT+PAV). Joonistel on näha, et vananemise käigus kasvavab suuremate molekulide osakaal (ala 15-16 lähedal).



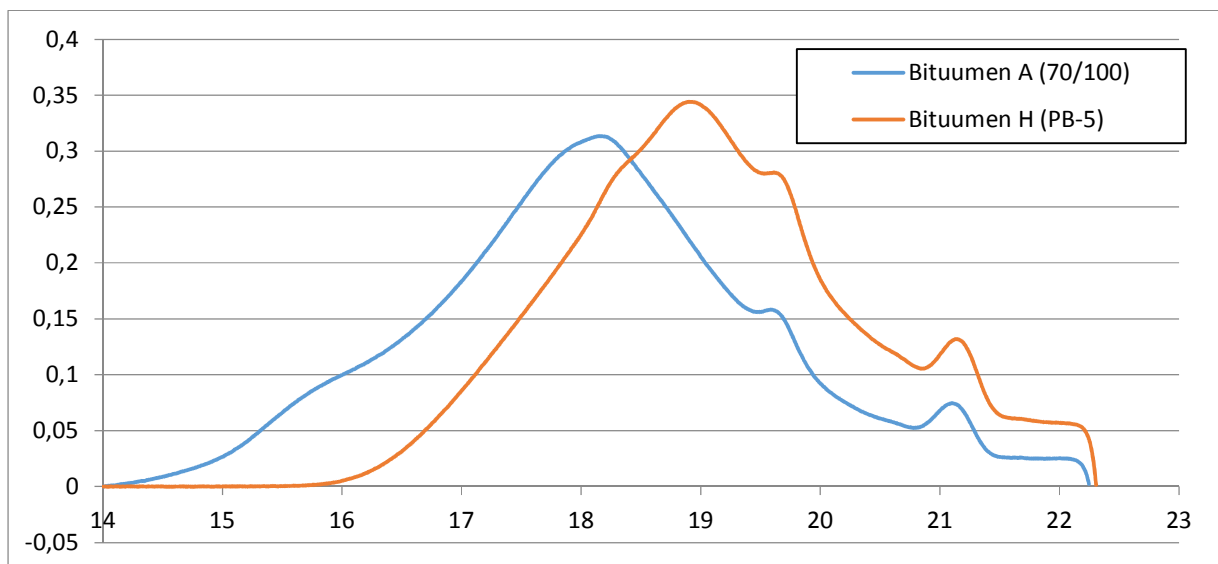
Joonis 3.10. Uuringusse kaasatud põlevkivibituumeni H molekulide suuruses toimuvate muutuste võrdlus erinevatel vanandamisetappidel. Võrreldes naftabituumenitega on vananemise mõju molekulkoostisele erinevatel vanandamisetappidel suurem.



Joonis 3.11. Samast toornaftast toodetud, kuid erineva margiga bituumenite võrdlus. Vanandamata proovid.



Joonis 3.12. Samast rafineerimistehasest võetud 70/100 ja 160/220 margiga bituumenite võrdlus. Vanandamata proovid.



Joonis 3.13. Naftabituumeni (70/100) ja põlevkivibituumeni (PB-5) võrdlus - vanandamata proovid.

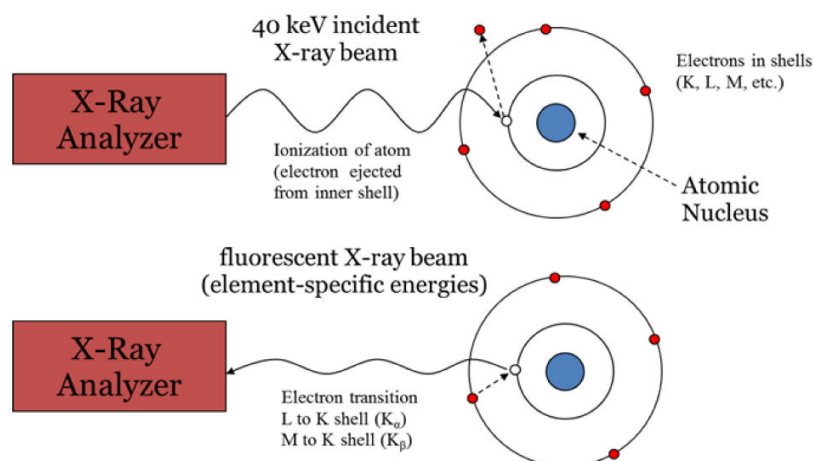
3.4.4. XRF

Röntgenfluorestsentspektromeetria võimaldab kvantitatiivset mõõtmist metallide ja muude elementide sisalduse suhtes. Näiteks sisaldavad modifitseeritud bituumenid elemente nagu tsink (Zn), molübdeen (Mo), väävel (S), fosfor (P), broom (Br), silikon (Si).



Joonis 3.14. XRFi käsiseade [Bruker Corporation]

Seade töötab põhimõttel, et analüüsivat materjali kiiritatakse energiaga 40 keV, mis tekitab enamike raskete aatomite sisemistesse ringidesse auke. Tekitatud augud täituvad välimise ringi elektronidega (joonis 3.15), mis tekitab fluorestsentsradiatsiooni elemendile spetsiifilise energiaga, mis on väiksem, kui 40 keV. XRF analüsaator registreerib vabanenud röntgenkiired ja seadme tarkvara arvutab energia, mille alusel koostatakse spekter, mille põhjal saadakse info uuritavas materjalis sisalduvate elementide ja nende koguse osas.



Joonis 3.15. XRFi tööpõhimõte. Joonis pärineb prof. Simon Hesp'i presentatsioonist.

Kasutatud kirjandus

1. Ahmed et.al. Effect of warm mix additives and dispersants on asphalt rheological, aging, and failure properties. Construction and Building Materials 37 (2012) 493–498;
2. A Review of the Fundamentals of Asphalt Oxidation. Chemical, Physicochemical, Physical Property, and Durability Relationships. Transportation Research Circular, number E-C140, October 2009. Transportation Research Board of the National Academies;
3. Erskine et.al. Another Look at Accelerated Aging of Asphalt Cements in the Pressure Aging Vessel. 5th Eurasphalt & Eurobitume Congress, 13-15th June 2012, Istanbul
4. Hesp et.al. Reversible Aging in Asphalt Binders. Energy & Fuels, 2007, 21(2), pp 1112-1121;

5. *Laurent C. Michon et.al. 1999. A ^{13}C NMR and DSC Study of the Amorphous and Crystalline Phases in Asphalts. Energy&Fuels*
6. Lesueur, D. The colloidal structure of bitumen: Consequences on the rheology and on the mechanisms of bitumen modification. *Advances in Colloidal and Interface Science*, 2009;
7. MS-26 The Asphalt Binder Handbook. Asphalt Institute, 2012;
8. Wing-gun Wong, Gang Li. 2009. Analysis of the effect of wax content on bitumen under performance grade classification
9. Xiaohu Lu, Per Redelius. 2006. Effect of bitumen wax on asphalt mixture performance
10. Ylva Edvards KTH doktoritöö „Influence of Waxes on Bitumen and Asphalt Concrete Mixture Performance
11. Michalica, P. et al. 2008. Monitoring of compositional changes occurring during the oxidative aging of two selected asphalts from different sources. *Petroleum & Coal* 50 (2), 1-10, 2008;

4. Katsemetoodikad

Kuna Eurostandardijärgsed katsed on meie regioonis hästi tuntud, siis katsemetoodikate sisulisele kirjeldamisele käesolevas aruandes ei keskendutud. Tabelis 4.1 on esitatud Eesti teebituumeni (margiga 35/50 kuni 160/220) standardi EVS 901-2 järgsed nõuded ja tabelis 4.2 uuringusse kaasatud bituumenite katsetulemused. ENi katsete täpsem analüüs on esitatud peatükis 9.

Tabel 4.1

Teebituumeni standardi EVS 901-2 järgsed nõuded

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
Murdumistäpp	°C	≤ miinus 5	≤ miinus 8	≤ miinus 10	≤ miinus 12	≤ miinus 15	EVS-EN 12593
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	EVS-EN 1427
Leektäpp, Clevelandi lahtine tiigel	°C	≥ 240	≥ 230	≥ 230	≥ 230	≥ 220	EVS-EN ISO 2592
Lahustuvus tolueenis	massi %	≥ 99,0	≥ 99,0	≥ 99,0	≥ 99,0	≥ 99,0	EVS-EN 12592

Jrk nr	Määratud omadus	Ühik	70/100						160/220		Põlevkivi	
			A	B	C	D	E	F	G	H		
1	Penetratsioon	x 0,1 mm	84	74	83	88	82	177	186			319
2	Pehmenemistäpp	°C	45,4	46,6	45,8	46,4	52	38,2	38,8			30,8
3	Kinemaatiline viskoossus 135 °C	mm ² /s	368	382	357	358	660	212	191			43
4	Dünaamiline viskoossus 60 °C	Pa x s	180	161	139	134	358	63	43			11
5	RTFOT kuumutuskadu	%	-0,17	0	0,11	0,05	0,01	-0,42	0,16			-2,4
6	RTFOT penetratsioon	x 0,1 mm	54	50	54	61	56	108	119			88
7	RTFOT pehmenemistäpp	°C	51,2	51,6	50,6	51,2	59,6	44,2	43,6			41,4
8	Jääkpenetratsioon	%	64	68	65	69	68	61	64			28
9	Pehmenemistäpi muutus	°C	5,8	5,0	4,8	4,8	7,6	6,0	4,8			10,6
10	Elastne taastuvus 10 °C juures	%	20	12	14	13	18	16	11			1
11	Murdumistäpp	°C	-16	-15	-20	-18	-24	-20	-18			-12
12	Leektäpp	°C	316	276	352	338	316	294	344			254
13	Lahustuvus toluenis	%	99,98	100	99,98	99,97	99,98	99,99	99,98			99,98
14	Penetratsioonindeks PI	-	-1,2	-1,2	-1,1	-0,7	0,6	-1,4	-0,9			-3,3
15.1	Duktiilsus 5 °C juures	J/cm ²	5,17	-	6,07	4,33	-	1,40	2,6			-
15.2	Duktiilsus 10 °C juures		-	2,35	-	-	1,60	-	-			-
15.3	Duktiilsus 15 °C juures		-	-	-	-	1,00	-	-			0,52

Tabel 4.2. Uuringusse kaasatud bituumenite ENi järgsed katsetulemused

4.1. *Performace Grade* ehk PG katsed

4.1.1. Rolling Thin Film Oven Test (RTFOT)

RTFOT-katse töötati välja, et simuleerida bituumeni lühiajalist vananemist, ehk oksüdeerumist, mis toimub asfaltsegu tootmise, transportimise, laotamise käigus. Eeldatakse, et RTFOT-protseduuri läbinud sideaine proov iseloomustab muutusi, mis toimub bituumenis eelnevalt loetletud protsesside käigus. Samal ajal võimaldab RTFOT-katse hinnata, kui palju kergemaid ühendeid bituumenist kuumutamise tagajärjel kaotab – katse ühe väljundina mõõdetakse massikadu. Nii kergemate ühendite kadu kui ka oksüdeerumine mõjutavad sideaine viskoossust, muutes bituumeni seetõttu jäigemaks/rabedamaks.

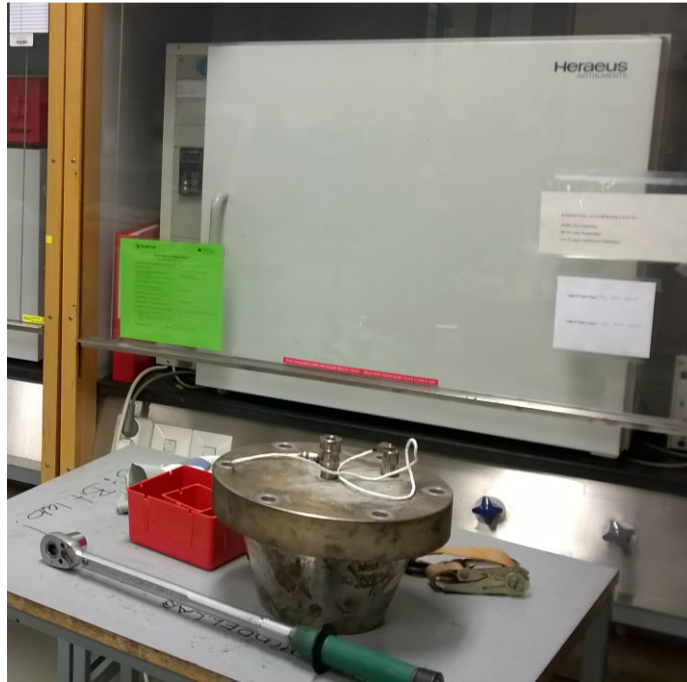
Katse viiakse läbi kuumutades bituumeniproove RTFOT ahjus (joonis 4.1). Sideaine on paigutatud kaheksasse klaasist pudelisse, mis omakorda on kinnitatud ahjus oleva raami külge. Katse ajal raam pöörleb ja paneb bituumeniproovi pudelites voolama ja pidevalt ringi liikuma, tekitades klaaspudelite seinale õhukese sideaine kihi. Katse käigus puhutakse igasse pudelisse igal raami täispöördel õhujuga, et kutsuda esile sideaine oksüdeerimist. Katse viiakse läbi 163 °C juures ning katse ajaline kestvus on 85 minutit. [1, 4, 5]



Joonis 4.1. *Rolling Thin Film Oven* [Pavementinteractive]

4.1.2. Pressure Aging Vessel test (PAV)

PAV katsega simuleeritakse sideaine pikaajalist vananemist, mis toimub sideainega tee peal ekspluatatsiooni käigus. Eeldatakse, et katse läbinud bituumenites toimuvad sarnased muutused, kui 8 kuni 10 aastat ekspluatatsioonis olnud bituumenitega ning selle tagajärjel toimuvad muutused bituumenite reoloogias ja keemilises koostises ja mille tulemusena bituumeni viskoossus suureneb. PAV seade on sisuliselt kombinatsioon ahjust ja survekambrist (joonised 4.2 ja 4.3). Katse läbiviimiseks pannakse RTFOT-katse läbinud bituumen väikeste pannide peale ja need tõstetakse omakorda riiulite peale (joonis 4.4). Ühel pannil on 50 g bituumenit, mis moodustab pannile 3,2 mm paksuse bituumenikihi. Riiul tõstetakse survekambrisse ning kamber suletakse. Seejärel viiakse ahi katsetemperatuurini (90 °C, 100 °C või 110 °C, olenevalt piirkonna kliimast) ning survekambris tõstetakse rõhk 2,1 MPa-ni, mida säilitatakse 20 tunni vältel. [1, 4, 5, 11]



Joonis 4.2. *Pressure Aging Vessel*. Laual on näha survekambri kaant [Sven Sillamäe]



Joonised 4.3 ja 4.4. PAV-ahju sisemuses on survekamber, mille sees on riiulid, kuhu omakorda paigutatakse pannid bituumeniga [Sven Sillamäe]

4.1.3. Dynamic Shear Rheometer test

DSR seadet (joonis 4.5) kasutatakse peamiselt selleks, et hinnata bituumenite vastupidavust roobaste tekkele ja väsimuspragunemisele. Ühe bituumeni hindamisel viiakse katse läbi kolmel korral. Bituumeni PG klassifitseerimise esimeses etapis katsetatakse vanandamata bituumenit kõrgel temperatuuril. Teises etapis katsetatakse juba RTFOT vanandatud bituumenit kõrgel temperatuuril ja lõpuks RTFOT+PAV vanandatud bituumeniga nn „keskmisel temperatuuril“, iseloomustamaks sideaine vastupidavust

väsimuspragude tekkeks. Katse teostamiseks vajalikud temperatuurid valitakse vastavalt bituumeni PG klassist või konkreetse tee nõutavast PG klassist.

Katse teostamiseks paigutades bituumeniproov kahe paralleelse plaadi vahele (katseplaadid), millest üks on fikseeritud ja teine on võimeline etteantud sagedusel ja amplituudil ostsilleerima. Vanandamata bituumeni ja RTFOT vanandatud bituumeni korral on katseplaatide diameetrik 25 mm ja plaatide vahe 1 mm (joonis 4.7). PAV vanandatud bituumeni korral kasutatakse katseplaate, mille diameeter on 8 mm ja plaatide vahe 2 mm (joonis 4.6). Plaadid ja proov asuvad katsekambris, mis võimaldab kontrollida ja eelseadistada katse teostamise temperatuuri ja täiendavaid tingimusi (vajadusel koormamissagedus, amplituud jne). Kui katse teostamiseks sobilik temperatuur on saavutatud, käivitatakse ostsilleerimine kiirusega 10 rad/s ja mõõdetakse reaalajas bituumeni vastupanu nihkele (nihkepinget) ja koormamise tagajärjel tekkivat suhtelist deformatsiooni. Lisaks mõõdetakse ajalist viivitust pinge rakendamisest lõpliku deformatsiooni tekkimiseni. Pinge ja deformatsiooni alusel arvutatakse **kompleksmoodul G^*** (ing. *complex shear modulus*) ja viivituse järgi määratakse **faasinurk (δ)**. PG süsteemis esitatud nõuded bituumenitele on esitatud tabelis 4.3. [1, 4, 5]

Tabel 4.3

AASHTO standardi nõuded bituumenile DSR katsel

	Nõue	Katsetatav bituumen	Katsetemperatuur	Eesmärk
$G^*/\sin\delta$	≥ 1.00 kPa	Originaal	PG klassi kõrge temperatuur	Kõrgetel temperatuuridel
$G^*/\sin\delta$	≥ 2.20 kPa	RTFOT vanandatud	PG klassi kõrge temperatuur	kontrollitakse sideaine vastupanu roobaste tekkele
$G^*\sin\delta$	≤ 5000 kPa	RTFOT+PAV vanandatud	PG klassi keskmine temperatuur	Keskistel temperatuuridel kontrollitakse, et sideaine ei oleks liiga jäik. Liiga suur jäikus (üle 5000 kPa) võib soodustada väsimuspragude teket



Joonised 4.5 ja 4.6. *Dynamic Shear Rheometer* 25 ja 8 mm plaatidega [Sven Sillamäe]



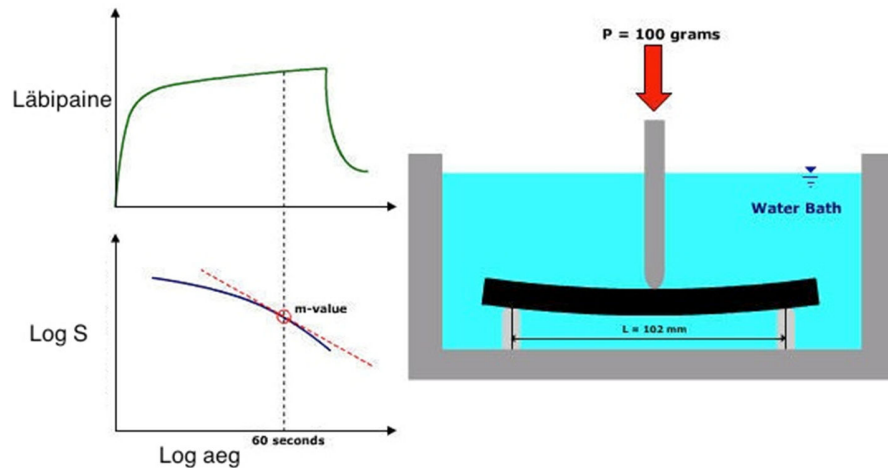
Joonis 4.7. Bituumeni proov 25 mm plaatide vahel [Sven Sillamäe]

4.1.4. Bending Beam Rheometer test (BBR)

BBR katsega (katseseade joonisel 4.8) hinnatakse bituumenite reoloogilisi omadusi madalatel temperatuuridel. Katsekeskkonnaks, kus katset läbi viiakse, on vedelik, mis ei tohi külmuda eeldatavatel katsetemperatuuridel (kuni $-36\text{ }^{\circ}\text{C}$).

Esmalt valatakse alumiiniumist vormi abil eelnevalt RTFOT + PAV vanandatud bituumenist proovikeha mõõtmetega 127,0 x 12,7 x 6,35 mm (joonis 4.10). Kui proovikeha on jahtunud toatemperatuurini, siis asetatakse see katsekeskkonda kahele toele (imiteerides lihttala, joonised 4.8 ja 4.11). Seejärel lastakse proovikehal 60 minutit seista, et proovikeha saavutaks katse teostamiseks vajaliku temperatuuri. Seejärel rakendatakse proovikeha (lihttala) keskele punktkoormus väärtusega 980 mN ning mõõdetakse proovikeha (lihttala) läbipainet reaalasjas. Koormamise ajaline kestvus on 240 sekundit ja erinevatel ajahetkedel arvutatakse **roomejäikus S** (ing. *creep stiffness*) ja **roomekiirus** (ing. *creep rate*) ehk **m-väärtus** (ing. *m-value*).

M-väärtus näitab, kui kiiresti muutub roomejäikus ajas (joonis 4.8), st kui kiirelt bituumen kaotab oma jäikust koormamise tulemusena. Roomejäikus saadakse kasutades lihttala arvutusmeetodit (valem 4.1) ning m-väärtus saadakse jäikuse ja aja logaritmiliselt graafikult tõusu absoluutväärtusena. Ka nendel kahel väärtusel (roomejäikus „S“ ning roomekiirus „m“) on AASHTO M320 standardis ette kirjutatud kriteeriumid. Katse 60. sekundil mõõdetud roomejäikus peab olema väiksem või võrdne 300 MPa ja m-väärtus peab olema suurem või võrdne 0,300. Roomejäikus näitab, kui jäik on katsetatav bituumen madalatel temperatuuridel ning m-väärtus näitab, kui hästi bituumen tuleb toime tõmbepingete leevendamisega nendel madalatel temperatuuridel. [1, 4, 5]



Joonis 4.8. Roomejäikus „S“, roomekiirus „m“ ja katse teostamise skeem. [1]

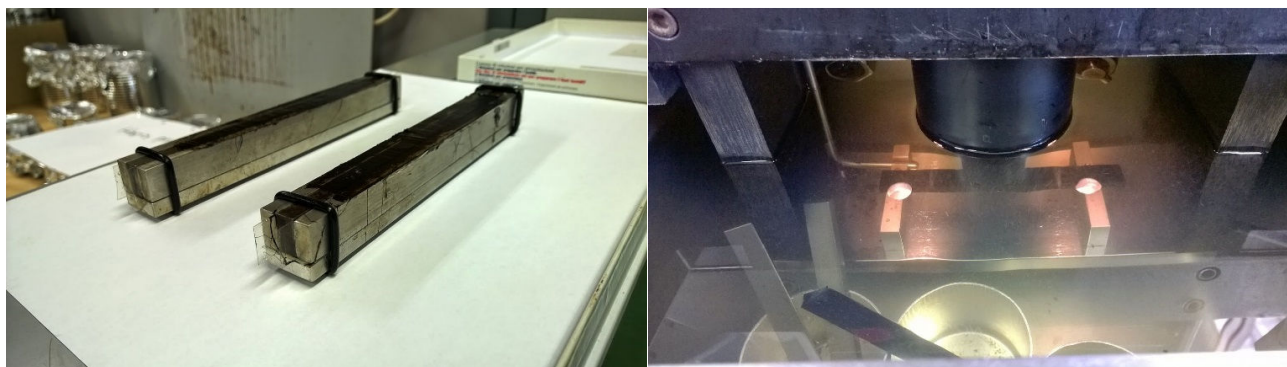
Roomejäikuse arvutusvalem:

$$S(t) = \frac{PL^3}{4bh^3\delta(t)} \quad (4.1)$$

- $S(t)$ – roomejäikus, MPa
- P – rakendatav punktkoormus, 980mN
- L – tugedevaheline kaugus, 102 mm
- b – tala laius, 12,7mm
- h – tala paksus, 6,35mm
- $\delta(t)$ – läbipaine vastaval ajahetkel



Joonis 4.9. *Bending Beam Rheometer* (BBR) [Sven Sillamäe]



Joonised 4.10 ja 4.11. BBRi proovikehade valmistamine ja katsetamine [Sven Sillamäe]

4.1.5. Multiple Stress Creep Recovery (MSCR) test

PG süsteemi hakati kasutama 90-ndate alguses ning PG nõuded olid välja töötatud modifitseerimata bituumenitele. Kuigi alguses eeldati, et nõuetekogumid sobivad hästi ka modifitseeritud sideainete kirjeldamiseks, siis aja jooksul sai selgeks, et modifitseeritud bituumenite kirjeldamiseks PG-katsed teatavas ulatuses ei sobi, sest võivad oma nõuete tõttu juhtida tugeva ülemodifitseerimiseni (nt „*grade pump*“ korral). MSCR katse eeliseks loetakse, et see sobib hästi just modifitseeritud bituumenite katsetamiseks, aga tänaseks kasutatakse katset laialdaselt juba ka modifitseerimata bituumenite puhul. Tegemist on PG edasiarendusega ja kannab koondnimetust PG+ (*PG Plus*).

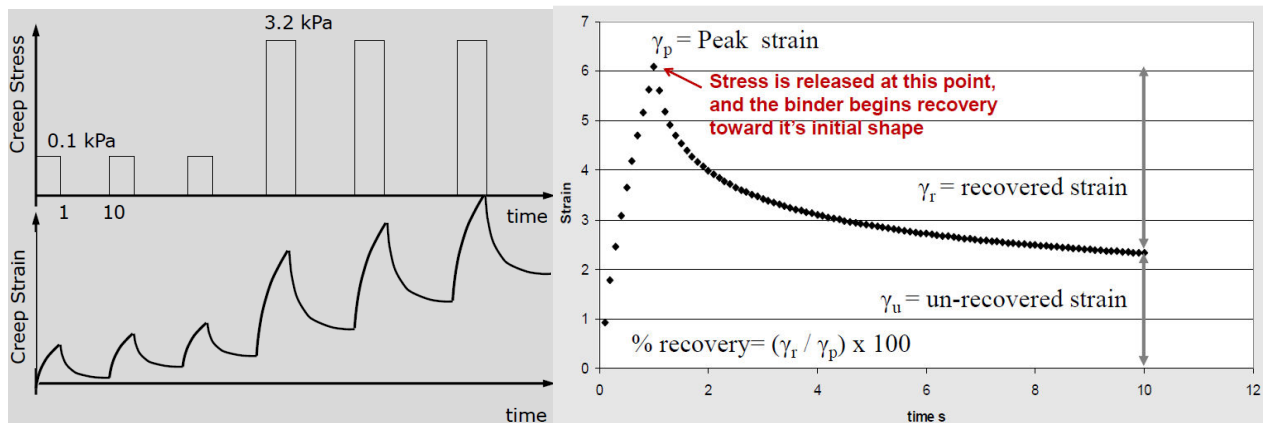
MSCR katse viiakse läbi PG margist tuleneva kõrge temperatuuri juures tavalise DSR seadmega, aga kasutatakse teistsuguseid katsetingimusi. Katse eesmärgiks on määrata, kui vastuvõtlik on bituumen püsivatetele deformatsioonidele ehk tegemist on alternatiivina tavalisele PG kõrgete temperatuuride juures teostatavatele katsele.

Katse käigus rakendatakse RTFOT vanandatud proovile DSR seadmega nihkepinge 0,1 kPa 1 sekundi jooksul misjärel koormus eemaldatakse ja proovil lastakse tekitatud nihkest taastuda 9 sekundi jooksul. Kokku sooritatakse 0,1 kPa režiimiga 10 tsüklit. Seejärel korratakse koormamist, kuid nihkepinge tõstetakse 3,2 kPa juures. Kogu katse vältel registreeritakse koormamise tagajärjel tekkivat suhtelist

deformatsioon ja koormuse eemaldamisel tekkivat elastset taastuvust (joonis 4.12 ja 4.13). Katse väljundina leitakse mõlema pinge jaoks keskmine mittetaastuv deformatsioon, mille põhjal arvutatakse kaks parameetrit: J_{nr} (ing. *nonrecoverable creep compliance*) ja **taastuvus** (ing. *percentage of recovery, ER*):

- J_{nr} ehk taastumatu roome komponent on see osa deformatsioonist, mis jääb proovikehasse pärast korduvat koormamist ehk kui suurel määral on tekkinud püsivad deformatsiooni;
- Taastuvus (ER) kui suurel määral proovikeha taastub avaldatud koormusest.

Mõlemad parameetrid ehk J_{nr} ja ER on vajalikud, kuna bituumen ei saa olla väga jäik ning on vaja elastsust. J_{nr} võib olla väga madal, aga taolisel bituumenil ei pruugi olla piisavalt elastsust. Näiteks freespurust ekstraheeritud bituumeni J_{nr} võib olla 0,1...0,2.



Joonised 4.12 ja 4.13. MSCRi katses koormatakse bituumenit kahe erineva koormusega. Peale igat tsüklit koormus vabastatakse ja mõõdetakse mittetaastuvat deformatsiooni [Danny Gierhart presentatsioonist].

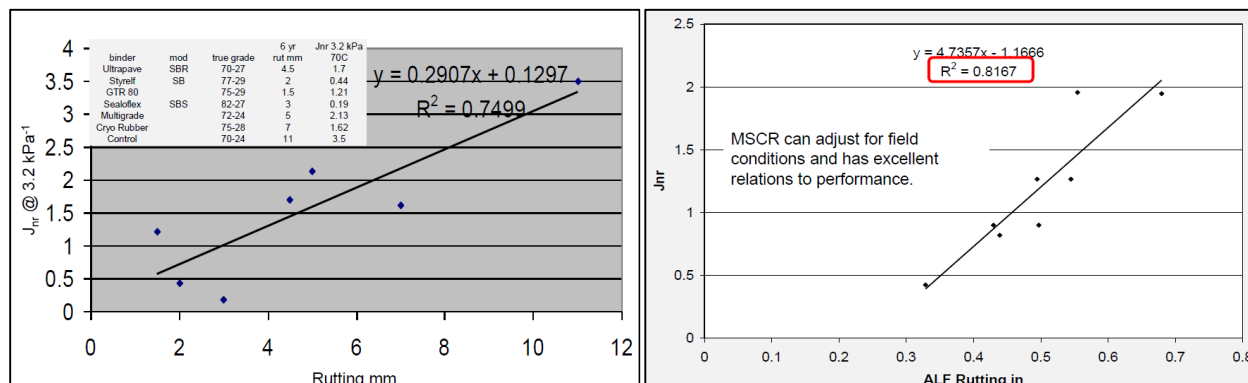
Mida väiksem on J_{nr} ja mida suurem ER, seda nihkekindlam on bituumen. Samaaegselt on nõue ka J_{nr} 0,1 kPa ja 3,2 kPa juures saadud mõõtetulemuste suhte, mida väiksem see on, seda parem. ERI puhul numbrilist nõuet esitatud ei ole, aga kehtib põhimõte, mida väiksem erinevus, seda parem. AASHTO MP19 standardi järgi on nõutud, et nihkepinge 3,2 kPa juures ja tavalisuse tingimustes oleks sideaine J_{nr} näitaja maksimaalselt 4,0 kPa⁻¹. Raske ja väga raske liikluse korral vastavalt 2,0 ja 1,0 kPa⁻¹. Lisanõudena on toodud J_{nr} suhe 0,1 kPa ja 3,2 kPa juures, mis peab jääma alla 75%. [5, 6]

$$J_{nr} = \frac{\text{Mittetaastunud nihkedeformatsioon}}{\text{Rakendatud nihkepinge}} \quad (4.2)$$

$$J_{nr} \text{ suhe} = \frac{J_{nr3,2} - J_{nr0,1}}{J_{nr0,1}} \quad (4.3)$$

$$\text{Taastuvus} = \frac{\text{Maksimaalne def.} - \text{Mittetaastunud def.}}{\text{Maksimaalne def.}} \quad (4.4)$$

Katsed Missisipi I-55-el näitasid kuueaastase jälgimistöö tulemusel korrelatsiooni $R^2 = 0,75$ tekkinud roopa ja mõõdetud J_{nr} väärtuse vahel. Veel parem korrelatsioon ($R^2 = 0,81$) saadi ALFi testrajatises (joonised 4.14 ja 4.15).



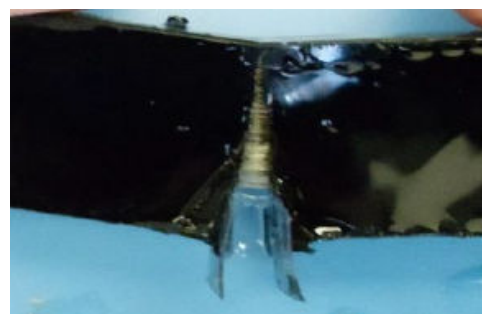
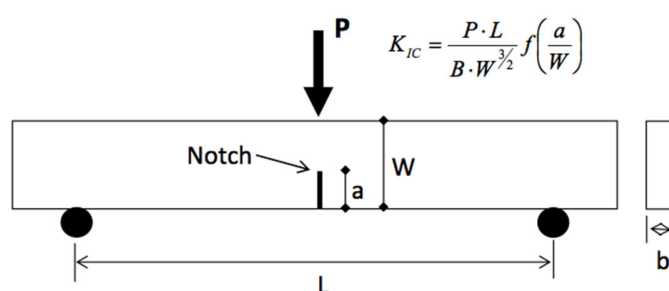
Joonis 4.14 ja 4.15 Korrelatsioonid J_{nr} ja katselõikude vahel [Danny Gierhart presentatsioonist].

4.2. Wisconsini ülikooli poolt soovitatud täiendavad eksperimentaalsed katsed

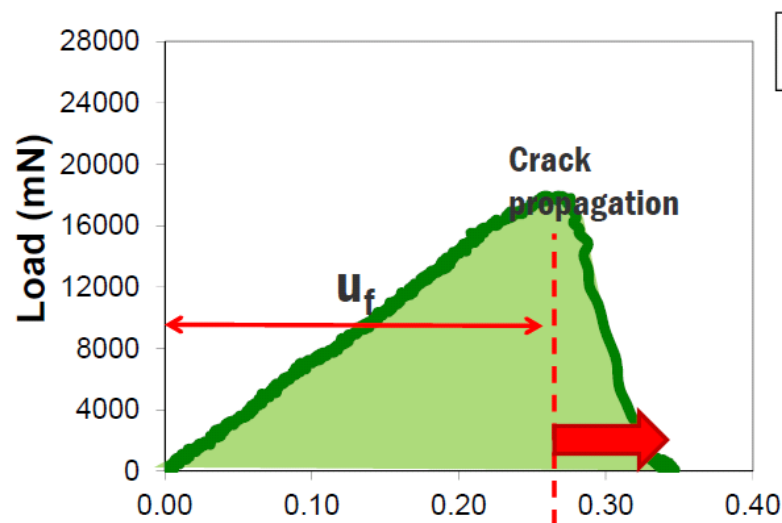
4.2.1. Single Edge Notched Beam (SENB) test

SENB katse eesmärgiks on määrata igale sideainele temperatuur, mille juures võib teekate bituumeni hapruse/rabeduse tõttu hakata pragunema. Katse on väga sarnane BBR-katsele, mida on kirjeldatud peatükis 4.1.4. Katse teostamiseks kasutatakse samade mõõtmatega proovikehasid, kuid proovikehade keskele tekitatakse ca 3 mm sügavune salk. BBR seadmega võrreldes kasutatakse ka teistsugust koormamisseadet, millega proovikehasid koormatakse. Kui BBR katse rakendatakse proovikehale konstantset koormust suurusega 980 mN, siis SENB katsega tuleb koormust pidevalt tõsta kuni proovikeha purunemiseni.

Arvutatavateks väärtusteks on **purunemistugevus** K_{IC} (ing. *fracture toughness*) ja **purunemisenergia** G_f (ing. *fracture energy*). Nende saamiseks kasutatakse „pideva keskkonna mehaanika“ (ing. *continuum mechanics*) asemel „purunemismehaanikat“ (ing. *fracture mechanics*). SENB katseskeem on esitatud joonisel 4.16. [7]



Joonis 4.16. SENB katseskeem [UW-MARC presentatsioon]



Joonis 4.17. SENB-katse graafiline väljund. Graafikul on näha läbipainde ja rakendatud jõu suhe. Graafikul kirjeldatud proovil hakkas pragu arenema ca 2,6 mm siirde juures [UW-MARC presentatsioon]

4.2.2. Linear Amplitude Sweep (LAS) test

LAS katse viiakse läbi DSR seadmega lineaarselt kasvava suhtelise deformatsiooniga ning PG keskmise temperatuuri juures. Katse tulemuseks on väsimuskindluse parameeter N_f , mis kirjeldab tsüklite arvu purunemiseni eeldatava suhtelise deformatsiooni korral. Arvutuskäik, kuidas reomeetri poolt väljastatud andmetest jõutakse väsimuskindluse parameetrini, on leitud viidatud allikast [1].

Vajalike andmete saamiseks viiakse DSR-ga, kasutades 8 mm diameetriga katsepead, läbi igal bituumenil kaks katset (joonis 4.18): *frequency sweep* ehk muutuva sagedusega "vääntamine" ja *amplitude sweep* ehk muutuva suhtelise deformatsiooniga "vääntamine". Neist esimese puhul on katseparameetrid järgmised:

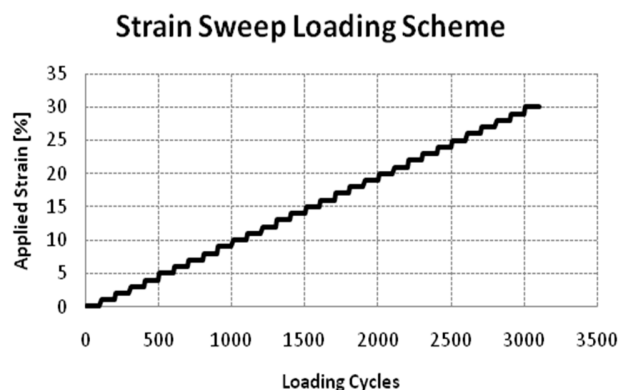
- konstantne temperatuur;
- konstantne suhteline deformatsioon (0,1%);
- lineaarselt muutuv sagedus (0,1 Hz kuni 30 Hz).

Reomeeter registreerib pidevalt sagedust, kompleksmoodulit, faasinurka ja elastsusmoodulit. Kõige olulisemad neist registreeritud väärtustest on sagedus ja elastsusmoodul, mille põhjal teostatakse ka arvutused.

Amplitude Sweep'i katseparameetrid:

- konstantne temperatuur;
- konstantne sagedus (10 Hz);
- lineaarselt muutuv suhteline deformatsioon (0,1% ja siis 1% kuni 30%).

Katse kestab 3100 tsüklit ja selle käigus registreeritakse kompleksmoodul, nihkemoodul, suhteline deformatsioon, aeg ja faasinurk. Väsimuskindluse parameetri arvutamiseks on vaja kõiki nimetatud viite parameetreid. [8, 9]



Joonis 4.18. LAS-katse dünaamika [UW-MARC presentatsioon]

4.3. Queensi ülikooli professor S.Hesp'i soovitatud täiendavad katsed

4.3.1. Extended Bending Beam Rheometer (eBBR) test

Katse teostatakse tavalise BBR katseseadmega, kuid proovikehasid katsetatakse kahel erineval temperatuuril ja kolmel erineval ajahetkel. Katsetemperatuurideks on 10 °C ja 20 °C kõrgem, kui PG margi järgne madal temperatuur – nt PG -34 korral teostatakse katse -24 ja -14 °C juures.

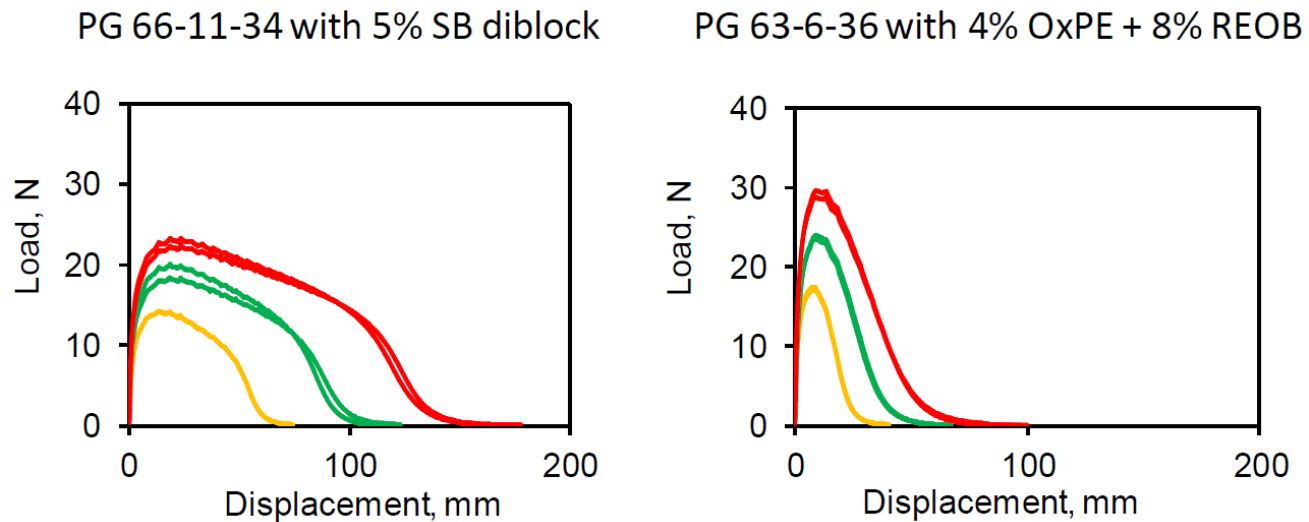
Koormamised viiakse läbi, kui proovikehasid on hoitud katse teostamise temperatuuril vastavalt 1, 24 ja 72 tundi. Katse väljundiks on sarnaselt tava-BBR katsega roomejäikus S ja roomekiiruse m -väärtus ning nende kriteerimud peavad endiselt vastavama tingimustele $S < 300$ MPa ja $m > 0,300$. Pärast viimase proovi katsetamist arvutatakse, kui mitme kraadi võrra erinevad bituumeni roomejäikused ja roomekiirused erinevatel katsetemperatuuridel ja katse teostamise aegadel (1 tund vs 72 tundi). Katse tulemusena leitakse PG madalate temperatuuride vahe peale 1 tundi katsetatud proovikeha ja peale 24 või 72 tundi katsetatud proovikeha tulemuste vahel ehk temperatuurikadu (ing. *grade loss*). Teekatte pragunemise vältimiseks on nõutud, et temperatuurikadu jääks alla 3-6 °C. [10]

Extended BBR (eBBR) katse eesmärk on viidata pöörduva vananemisega kaasnevale jäigenemise probleemile. Kui tavalise PG klassifikatsiooni määramisel teostatakse alumise otsa temperatuur 1 tunni jooksul peale proovikeha katsetemperatuuri saavutamist, siis 24 ja 72 tunni järel katsetades ilmneb bituumeni tegelik pikaajaline vastupidavus külmadel temperatuuridel. Üldiselt kaotavad kõik bituumenid madalatel temperatuuridel pöörduva vananemise ilmingu tõttu oma esialgset elastsust ning muutuvad rabedamaks. Kanadas on leitud, et 1 tunnine katse konditsioneerimisaeg ei ole piisav, et pöörduvat vananemist esile kutsuda, mistõttu PG alumise otsa klassifitseerimine tavameetodiga ei võimalda soovitud tõenäosusega taga sideaine töötamist madalatel temperatuuridel.

4.3.2. Double Edge Notched Tension (DENT) test

DENT katse peamiseks eesmärgiks on määrata bituumeni vastupidavus duktiilsele pragunemisele. Katse teostamiseks valatakse varasemalt RTFOT ja PAV vanandatud bituumenist kolm proovikeha, millel keskel on vastavalt 5 mm, 10 mm ja 15 mm laiune sälk (joonis 4.20). Proove hoitakse katse teostamise

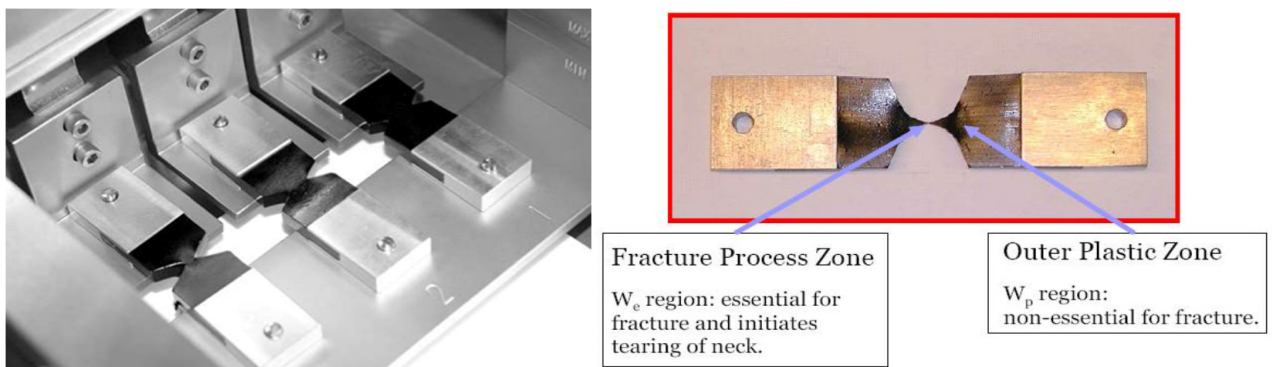
temperatuuri +15 °C juures 24 tundi (et jällegi selgitada pöörduva vananemisega tekkivaid probleeme) ning seejärel tõmmatakse proovikehad ühtlase kiiruse (50 mm/min) juures kuni purunemiseni. Katse käigus mõõdetakse reaajas jõuandurite ja siirde seost (joonis 4.19).



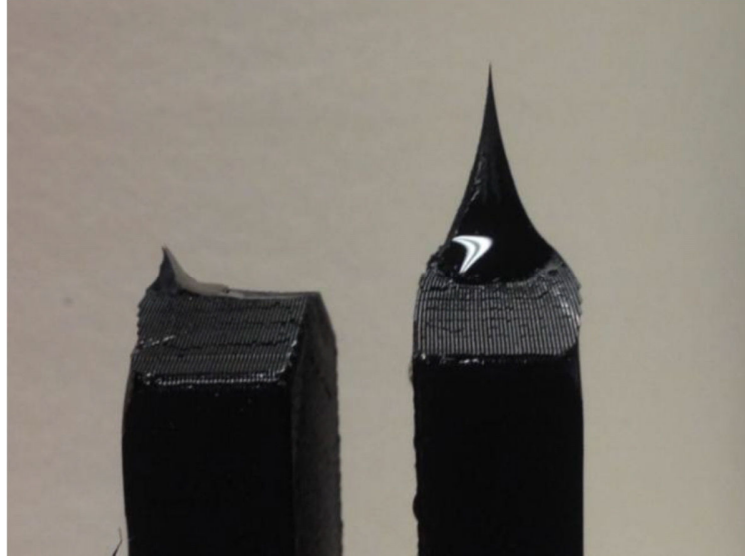
Joonis 4.19. Kahe erinevalt modifitseeritud sideaine DENT-katse tulemused 5 (kollased jooned), 10 (rohelised jooned) ja 15 mm (punased jooned) sälguga. Mida suurem on katse käigus saavutatav duktiilsus, seda vastupidavam on sideaine pragude tekkele [prof. Simon Hesp ettekanne TTÜ-s]

Jõu ja siirde andmete põhjal koostatud graafikualust pinda integreerides saab leida **prao tekitamiseks vajamineva töö hulga W_f** (ing. *total work of fracture*). See omakorda koosneb **peamisest purunemise tööst W_e** (ing. *essential work of fracture*), mis kulub proovikeha lõhestamiseks ja **kõrvalisest purunemise tööst W_p** (ing. *non-essential work of fracture*), mis kulub proovikeha venimisele katse jooksul. [3, 10]

Lisaks leitakse purunemiseks kulutatav töö suuruse W_e ja sidemes tekkiva pinge abil **prao tipu avanemise siire CTOD** (ing. *critical crack tip opening displacement*). Selle puhul on tegemist arvutusliku siirde väärtusega, mille juures avaneb proovikeha kahe poole vahel pragu (joonised 4.20...4.22). [3]



Joonis 4.20 ja 4.21. 5 mm, 10 mm ja 15 mm laiuse sälguga DENT proovikehad. W_e ja W_p selgitus [11]



Joonis 4.22. DENT katsel rabedal (vasakul) ja duktiilsel (paremal) viisil purunenud katsekehad [prof. Simon Hesp ettekanne TTÜ-s]

DENT katse tulemuste ja *Federal Highway Association*-i (FHWA) ALF katselõikudel tekkinud väsimuspragude vahel leiti väga hea korrelatsioon [11] (joonis 4.21). Katselõike koormati raskeveoki simulaatoriga (HVS) ning kaardistati pragude tekkekohad, iseloom ja ulatus. Samal ajal sooritati laboratooriumis erinevaid bituumenite väsimuskindlust iseloomustavaid katseid, mille tulemusi võrreldi pragude tekkega HVS-i katses. Parimat korrelatsiooni näitas DENT katse ($R^2 = 0,99$). [12] Antud aruande valmimise hetkeks oli DENT katse kinnitatud ka ametlikuks AASHTO katsemetoodikaks.

Binder Test for Fatigue Cracking	Comparative Data	$I-p_{Reg}$	τ_K	$I-p_{LK}$	R	Composite Score
Critical Tip Opening Displacement	Axial Fatigue	99%	1.00	99%	0.95	0.99
	ALF Cracking	100%	1.00	99%	0.98	
Binder Yield Energy	Axial Fatigue	94%	0.80	96%	0.87	0.88
	ALF Cracking	90%	0.80	99%	0.80	
Time Sweep	Axial Fatigue	89%	0.80	96%	0.79	0.88
	ALF Cracking	95%	0.80	96%	0.88	
Failure Strain in Low Temperature Direct Tension Test	Axial Fatigue	92%	0.60	88%	0.83	0.81
	ALF Cracking	93%	0.60	88%	0.85	
Superpave $ G^* \sin \delta$	Axial Fatigue	84%	-0.60	88%	-0.73	0.75
	ALF Cracking	78%	-0.60	88%	-0.66	
Large Strain Time Sweep Surrogate	Axial Fatigue	85%	-0.40	76%	-0.74	0.67
	ALF Cracking	78%	-0.40	76%	-0.67	
Essential Work of Fracture	Axial Fatigue	53%	0.40	76%	0.43	0.55
	ALF Cracking	60%	0.40	76%	0.50	
m-value from Low Temperature Bending Beam Rheometer	Axial Fatigue	63%	0.40	76%	0.52	0.54
	ALF Cracking	47%	0.40	76%	0.38	
Stress Sweep	Axial Fatigue	89%	-0.40	76%	-0.79	0.69* Incorrect trend direction
	ALF Cracking	83%	-0.40	76%	-0.73	

Gibson *et al.*, ICAPT 2012



Joonis 4.21. Väljavõte prof. Hespi ettekandest seoses ALFi katsetulemustega, millest nähtub CTOD parim korrelatsioon HVS-i katses asfaltbetooni väsimuskindluses osas [11]

Kasutatud kirjandus

1. K. Lill. 2015. Bituumenite *Performance Grade* klassifitseerimise süsteem, võrdlus Euronormi katsetega ja täiendavad katsed *Dynamic Shear Rheometer* - seadme abil.
2. Andriescu et al. 2004. *Essential and Plastic Works of Ductile Fracture in Asphalt Binders*.
3. T. Bodley et al. *Comparison between Binder and Hot Mix Asphalt Properties and Early Top-Down Wheel Path Cracking in a Northern Ontario Pavement Trial*.
4. Asphalt Institute. 2012. *Asphalt Binder Testing – Technician's Manual for Specification Testing of Asphalt Binders*.
5. Asphalt Institute. 2011. *The Asphalt Binder Handbook*.
6. Gierhart. 2011. *Simple Talking Points for Why Your State Should Be Implementing MSCR*.
7. University of Wisconsin – Madison. *Thermal Cracking Characterization Using the Single-Edge Notched Bending (SENB) Test*.
8. American Association of State and Highway Transportation Officials. AASHTO Designation TP 101-14. *Estimating Damage Tolerance of Asphalt Binders Using the Linear Amplitude Sweep*.
9. C. Hintz et al. 2010. *Modification and Validation of the Linear Amplitude Sweep Test for Binder Fatigue Specification*.

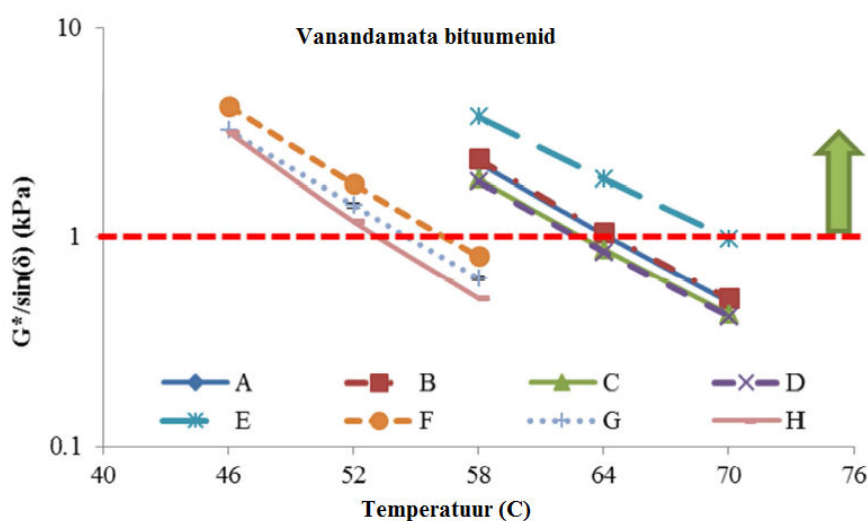
10. T. N. Adhikari. 2013. *Quality and Durability of Rubberized Asphalt Cement and Warm Rubberized Asphalt Cement*.
11. J. A. Erskine, S. Hesp, F. Kaveh. 2012. *Another look at accelerated aging of asphalt cements in the pressure aging vessel*.
12. Federal Highway Administration. 2012. N. Gibson, Xi. Qi, A. Shenoy, G. Al-Khateeb, M. E. Kutay, A. Andriescu, K. Stuart, J. Youtcheff, T. Harman. *Performance Testing for Superpave and Structural Validation*.

5. Performance Grade (PG) tulemused uuritud bituumenite osas

Uuringusse kaasatud bituumenite PG klassid määrati standardi AASHTO M320 kohaselt UW-MARC laboris Wisconsinis ülikoolis Põhja-Ameerikas ning neid tulemusi on kirjeldatud käesolevas peatükis. Andmete täpsem analüüs ja erinevate katsete omavahelised võrdlused ning tulemused on esitatud peatükis 9.

5.1. Uuringusse kaasatud bituumenite käitumine kõrgetel temperatuuridel

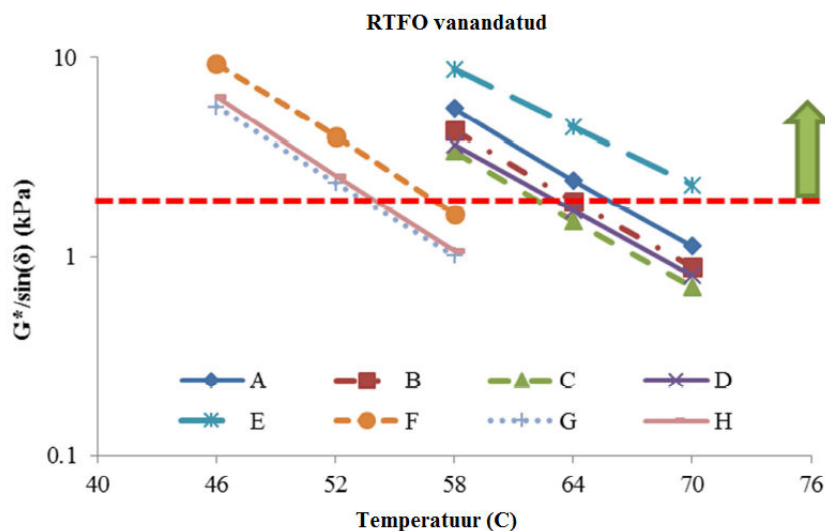
Bituumenite käitumist kõrgetel temperatuuridel mõõdeti DSR-seadmega ja esimese etapina tehti katsed vanandamata bituumeniproovidele. Vastavalt AASHTO M320 bituumeninõuetele, peavad vanandamata bituumenid täitma kompleksmooduli tulemuse minimaalselt 1,0 kPa (tähistatud joonisel 5.1 punase punktiiriga). Ülemise otsa PG klassi leidmiseks on bituumeneid katsetatud erinevatel temperatuuridel – 46, 52, 58, 64 ja 70 °C). Tulemused on näha joonisel 5.1, kus teistest sideainetest eristuvad pindamisbituumenid F ja G (pen 160/220), mis saavutasid vajaliku sitkuse 52 °C kraadi juures. Bituumenid A, B, C ja D (penetratsiooniga 70/100) on kõik väga lähestikku ja nõue 1,0 kPa on saavutatud 58 °C juures. Teistest eristub selgelt bituumen E (tulemusega 70 °C).



Joonis 5.1. Vanandamata bituumenite ülemise temperatuuri PG kohased katsetulemused. Graafiku vertikaalne telg on logaritmilises skaalas.

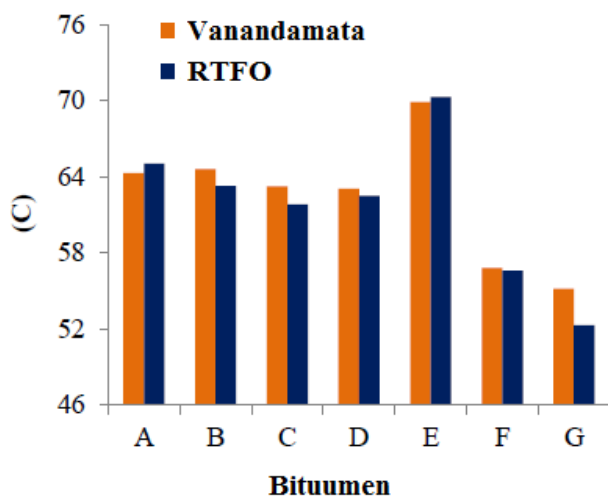
DSR tulemused peale RTFOT vanandamise katset on toodud joonisel 5.2. RTFOT protseduuri läbinud sideainete kompleksmooduli miimumnõudeks on 2,2 kPa, mis on joonisel 5.2 tähistatud punase punktiiriga. Nagu joonisel kirjeldatud tulemustest on näha, pole pindamisbituumenite F ja G tulemused lühiajalise, ehk RTFOT vanandamisega väga palju muutunud. Bituumen F saavutab vajaliku kompleksmooduli ka 55...56 °C juures, samas bituumen G sellel temperatuuril sama tulemuseni ei jõua.

Penetratsiooniga 70/100 bituumenite juures on näha, et E täidab nõutavat tingimust endiselt 70 °C juures ja bituumen A täidab tingimused 64 °C juures. Samas on bituumeni B ülemise otsa PG näitaja peale RTFOT vanandamist kukkunud 64 °C pealt 58 °C juurde. Bituumenid C ja D on endiselt 58 °C nõuete piires.

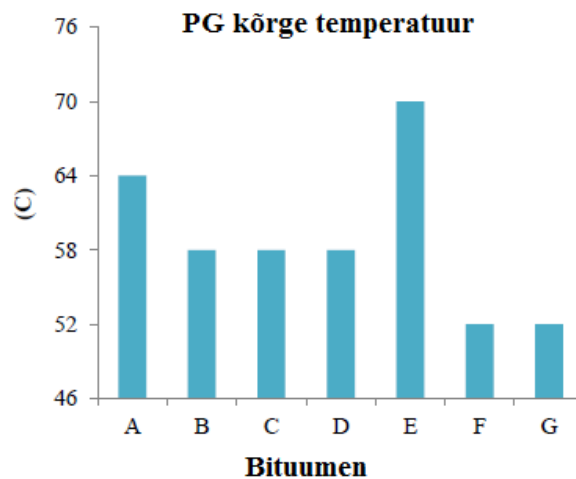


Joonis 5.2. RTFO vanandatud bituumenite ülemise temperatuuri PG kohased katsetulemused

Ülemise temperatuuri tegelikud maksimumtemperatuurid (ing. *true grade*) on esitatud joonisel 5.3. Vastavalt PG-klassifikatsioonile, mis põhineb 6-kraadisel skaalal, saadakse tulemused, mis on näidatud joonisel 5.4.



Joonis 5.3. *True grade* tulemused

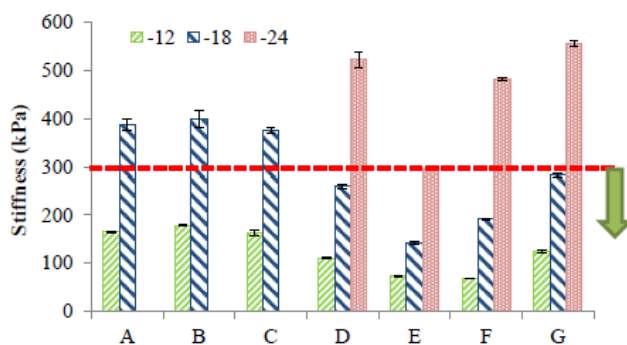


Joonis 5.4. Maksimumtemperatuur PG alusel

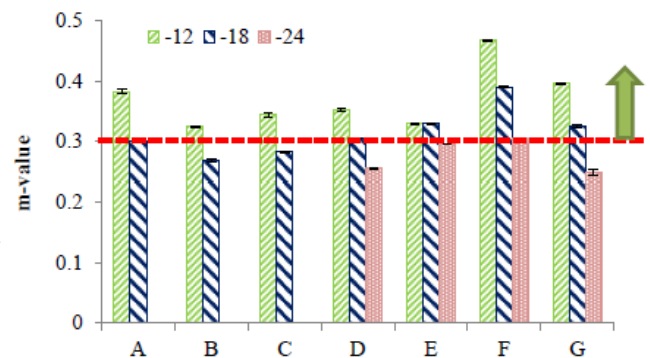
5.2. Uuringusse kaasatud bituumenite käitumine madalatel temperatuuril

Bituumenite reoloogilise omadusi madalatel temperatuuridel hinnatakse BBR-katseseadmega, kus katsed teostatakse aja kokkuhoiu mõttes 10 °C soojema temperatuuri juures, kui seda on PG klassi tulemus (nt -34 °C temperatuuri nõuetele vastavust kontrollitakse katseliselt -24 °C juures). BBR katseseadmega tehakse katsed ainult RTFOT+PAV-vanandatud bituumenile. Tulemusi madalal temperatuuril käitumise kohta hinnatakse kahe suurusega – roomejäikus (ing. *stiffness*), mis võib olla maksimaalselt 300 kPa, nagu on joonisel 5.5 tähistatud punase punktiiriga, ning roomekiiruse *m*-väärtus (ing. *m-value*), mille väärtus peab olema vähemalt 0,3, nagu on joonisel 5.6 tähistatud punase punktiiriga.

Pindamisbituumenite juures on näha, et F käitub madalatel temperatuuridel pehmema (voolavamana) bituumenina, kui bituumen G (joonis 5.5), jäädes napilt 300 kPa väärtuse joonest –18 °C juures alla poole, samas kui F on samal temperatuuril mõõtes 200 kPa juures.



Joonis 5.5. Jäikus (ing. *stiffness*)



Joonis 5.6. *m*-väärtus (ing. *m-value*)

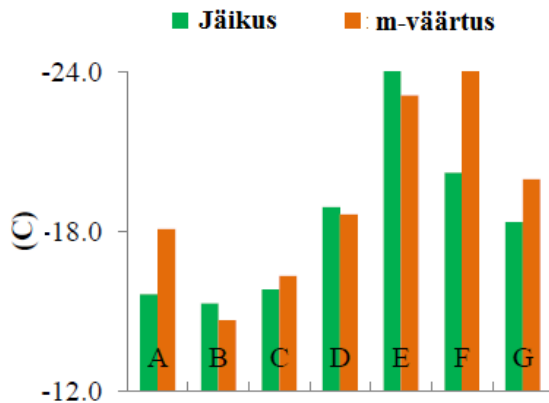
Bituumenid A, B ja C on suhteliselt sarnase tulemusega –12 °C juures, samas bituumen D suudab ka -18 °C juures täita tingimust $S < 300$ kPa. Tunduvalt eristub teistest taas bituumen E, mis ei ületa tingimuse $S < 300$ kPa piirmäära ka –18 °C juures.

Vaadeldes roomekiirust iseloomustava *m*-väärtuse (*m-value*) katsetulemusi joonisel 5.6 selgub, et bituumenid A, B, C ja D on –18 °C juures suhteliselt sarnased, kuid erinevalt roomejäikusest ei taga vajalikku *m*-väärtuse tulemust –18 °C juures, mistõttu jääb nende bituumenite PG alumise otsa marki määrama ikkagi temperatuur –12 °C (st bituumenite PG alumise otsa mark on –22 °C). Bituumen E suudab nõudeid peaaegu täita ka –24 °C juures, tagades seetõttu PG alumise otsa margiks peaaegu –34 °C.

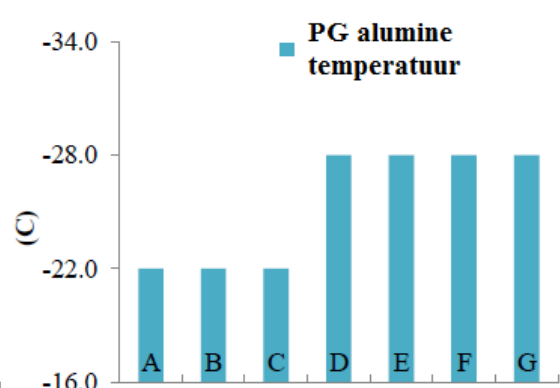
Pindamisbituumenitest eristub taas F, mis saavutab vajaliku *m-value* 0,3 ka –24 °C juures, kui bituumenil G on on sama temperatuuri juures *m-value* väärtuseks ca 0,25, mistõttu PG alumise otsa margiks jääb –18 °C (PG alumise otsa mark seega -28 °C).

Vastavalt eelnevatele tulemustele on joonisel 5.7 kujutatud madala temperatuuri PG klassifikatsioon vastavalt saadud reaalsele mõõtmistulemustele jäikuse (ing. *stiffness*) ja *m-value* kohta. Joonisel 5.8 on saadud madala temperatuuri PG klassid vastavalt PG standardi järgsele klassifikatsioonile.

Madala temperatuuri katsete juures on sarnase PG klassiga bituumenid A, B, ja C. Huvitaval kombel on ühes klassis kaks asfaldibituumenit D ja E ning kaks pindamisebituumenit F ja G just madala temperatuuri osas.



Joonis 5.7. Alumise temperatuuri *true grade*



Joonis 5.8. Alumise temperatuuri PG

5.3. Eesti tingimustesse sobilikud bituumenid - Eesti kliimakaart

Peatükkidest 5.1 ja 5.2 selgusid need temperatuurivahemikud, mida uuringusse kaasatud bituumenid suudavad PG-süsteemi järgi teedel katta. Antud peatükis selgitatakse, millised on Eesti oludesse vajalikud temperatuurivahemikud PG põhimõtteid järgides ning kuidas need vahemikud leitakse.

5.3.1. Temperatuuride andmed

Eesti temperatuurikaardi koostamiseks kasutati EMHI meteoroloogiajaamadest saadud õhutemperatuuride andmeid. Kuna PG reeglite järgi on vajalikud vähemalt 20-ne järjestikuse aasta andmed, siis ei olnud võimalik kasutada teeilmajaamade andmeid, mille andmeid on saadaval vaid 10. aasta perioodis. Teeilmajaamade andmeid kasutati siiski võrdlusmaterjalina.

Maksimaalsed seitsme päeva keskmised õhutemperatuurid on arvutatud ööpäeva absoluutsete maksimaalsete õhutemperatuuride alusel vahemikus 1993-2012 (andmed lisas 1 tabelis 1). Lisas 1 tabelis 2 on esitatud minimaalsed temperatuurid ajavahemikul 1993-2012.

Viidatud tabelitest saadakse kaks olulist väärtust aastate maksimaalsete ja minimaalsete temperatuuride kirjeldamiseks iga jaama kohta, mis on skemaatiliselt kujutatud ühe jaama näitena joonisel 5.9:

- kõigi aastate keskmine;
- standardhälve, mis näitab keskmisest erinevust aastate lõikes.

PG meetodi alusel on vajalikud mitte õhutemperatuurid, vaid katte temperatuurid, et leida vajalik bituumeni PG mark konkreetse tee jaoks. PG meetodi järgi tuleb bituumeni ülemise otsa mark valida katte temperatuuri järgi, mis on mõõdetav 20 mm sügavusel. Nende temperatuuride arvutamiseks kasutati kirjanduses esitatud valemeid, mis aitavad õhutemperatuurid teisendada teekatte temperatuurideks just 20 mm sügavusel. [2]

SHRP kasutas teoreetilisi analüüse, luues tegelikud tingimused katetele mudelite näol, kasutades selleks kuumaõhupuhureid ja päikeselampe, arvestades sealjuures tüüpilisi päikese neeldumise parameetreid (0,90), radiatsiooni läbitungimisvõimet läbi õhu (0,70) ning tuule kiirust (4,5 m/sek). Neid kõiki aspekte arvestades saadi järgmine valem:

$$T_{20\text{mm}} = (T_{\text{air}} - 0.00618 L_{\text{at}}^2 + 0.2289 L_{\text{at}} + 42.2) (0.9545) - 17.78$$

kus,

- $T_{20\text{ mm}}$ – maksimaalne katte projekteerimise temperatuur 20 mm sügavusel kattes;
- T_{air} – seitsme päeva aastate keskmine maksimaalne õhu temperatuur;
- L_{at} – asukoha geograafiline laius kraadides.

Minimaalne kattetemperatuur on võetud kui minimaalne õhutemperatuur.

Vastavalt valemile on saadud Lisa 1 tabel 3 (*Teekatte temperatuuride tabel*), kus on iga jaama kohta toodud nii keskmised õhutemperatuurid, kui ka arvutatud teekatte 20 mm sügavuse temperatuurid $T_{20\text{mm}}$, lisaks katte pinna temperatuurid T_{pinna} .

5.3.2. Katte projekteerimise temperatuuride leidmine

Lisa 1 tabelis 3 toodud kattetemperatuurid on keskmised 50% esinemise tõenäosusega 20 aasta jooksul, mis tähendab, et antud aastate keskmine temperatuur on “50% esinemise tõenäosusega” vastavalt terminile standardis AASHTO M323 ja R35. See tähendab et vastavalt joonisele 5.9, kus aastate keskmine madalaim temperatuur on 22,6 °C ja aastate madalaimate temperatuuride standardhälve on 4,6 °C, siis eksisteerib 50% võimalus, et igal toodud aastal võib minimaalne katte temperatuur jääda alla –22,6 °C ning 50% võimalust, et igal toodud aastal võib katte temperatuur olla üle –22,6 °C. Kasutades –22,6 °C teekatte ja seeläbi ka sideaine valikukriteerumi temperatuurina, loodakse kindlus pragude tekke vastu **vaid pooltel talvedest**.

Soovides suuremat kindlust, tuleb arvestada keskmisest suuremate esinemissagedustega - kas 85% või 98%. Tõenäosuse 85% saavutamiseks tuleb aastate keskmist temperatuuri 22,6 °C suurendada ühe standardhälbe (–22,6 °C - 4,6 °C = –27,2 °C) võrra, seega tuleks arvestada projekteerimistemperatuuriga –27,2 °C. Tõenäosuse 98% saavutamiseks tuleb minimaalset aastate keskmist temperatuuri suurendada kahe standardhälbe võrra (–22,6 °C – 2×4,6 °C = –31,8 °C). Seega peab projekteeritav minimaalne temperatuur olema vähemalt –31,8 °C. Sama arvutuse saab teha ka maksimaalsete aastate keskmiste temperatuuride kohta.

Näide eelneva arvutuse kohta on toodud Pärnu-Sauga meteoroloogilise jaama kohta tabelites 5.1 ja 5.2 ning kujutatud skemaatiliselt joonistel 5.9 ja 5.10.

Tabel 5.1

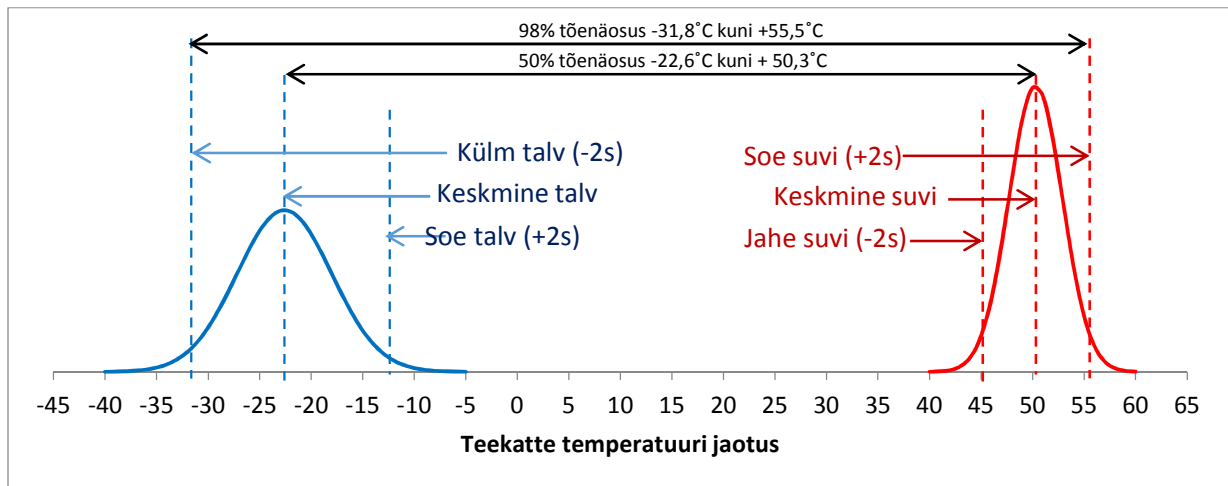
Minimaalne katte projekteerimistemperatuur vastavalt aastate keskmisele

Aastate keskmine = -22,6 °C, standardhälves = 4,6 °C	
50% esinemisesagedus	-22,6
85% esinemisesagedus	$-22,6\text{ °C} - 4,6\text{ °C} = -27,2\text{ °C}$
98% esinemisesagedus	$-22,6\text{ °C} - 2 \times 4,6\text{ °C} = -31,8\text{ °C}$

Tabel 5.2

Maksimaalne katte projekteerimistemperatuur vastavalt aastate keskmisele

Aastate keskmine = 50,3 °C, standardhälve = 2,6 °C	
50% esinemisesagedus	50,3 °C
85% esinemisesagedus	$50,3\text{ °C} + 2,6\text{ °C} = 52,9\text{ °C}$
98% esinemisesagedus	$50,3\text{ °C} + 2 \times 2,6\text{ °C} = 55,5\text{ °C}$



Joonis 5.9. Näide minimaalse ja maksimaalse temperatuuri leidmise kohta Pärnu-Sauga ilmajaama andmetel

Joonise 5.9 kohaselt on 50% esinemise tõenäosuse juures lubatud PG 52-28, 85% esinemise sageduse juures on vajalik juba PG 58-28 ning 98% esinemise sageduse juures peab PG klass olema vähemalt PG 58-34.

Andmed Eesti Ilmateenistusest (end. EMHI) saadud meteoroloogiajaamade kaudu arvutatud PG klasside kohta on kujutatud joonistel 5.11, 5.12 ja 5.13 98% esinemise tõenäosusega. Joonisel 5.12 on negatiivsete temperatuuride osas täpsuse huvides toodud välja ka „split” temperatuurid (2 °C sammuga).

PG klassifitseerimispõhimõtete järgi on temperatuurid ja sideaineklassid kirjeldatud 6 °C sammudena (maksimaalsed näiteks 46, 52, 58, 64, 70 jne ning minimaalsed vastavalt -22, -28, -34, -40, -46 jne) Kanadas on täpsuse huvides kasutatud PG määramisel nn „split” meetodit, kus arvestatakse ka PG ettenähtud temperatuuride vahel asuvaid suuruseid. Kasutades näitena andmeid tabelites 5.1 ja 5.2,

saaksime 50% juures vajalikuks PG 51-23 ja 85% esinemise sageduse juures PG 53-28 ning 98% esinemise sageduse juures PG 56-32 (tabel 5.3)

Tabel 5.3

Näide klassikalise PG meetodi klasside kohta võrrelduna Kanada “split” meetodi klassidega Pärnu-Sauga jaama näite põhjal

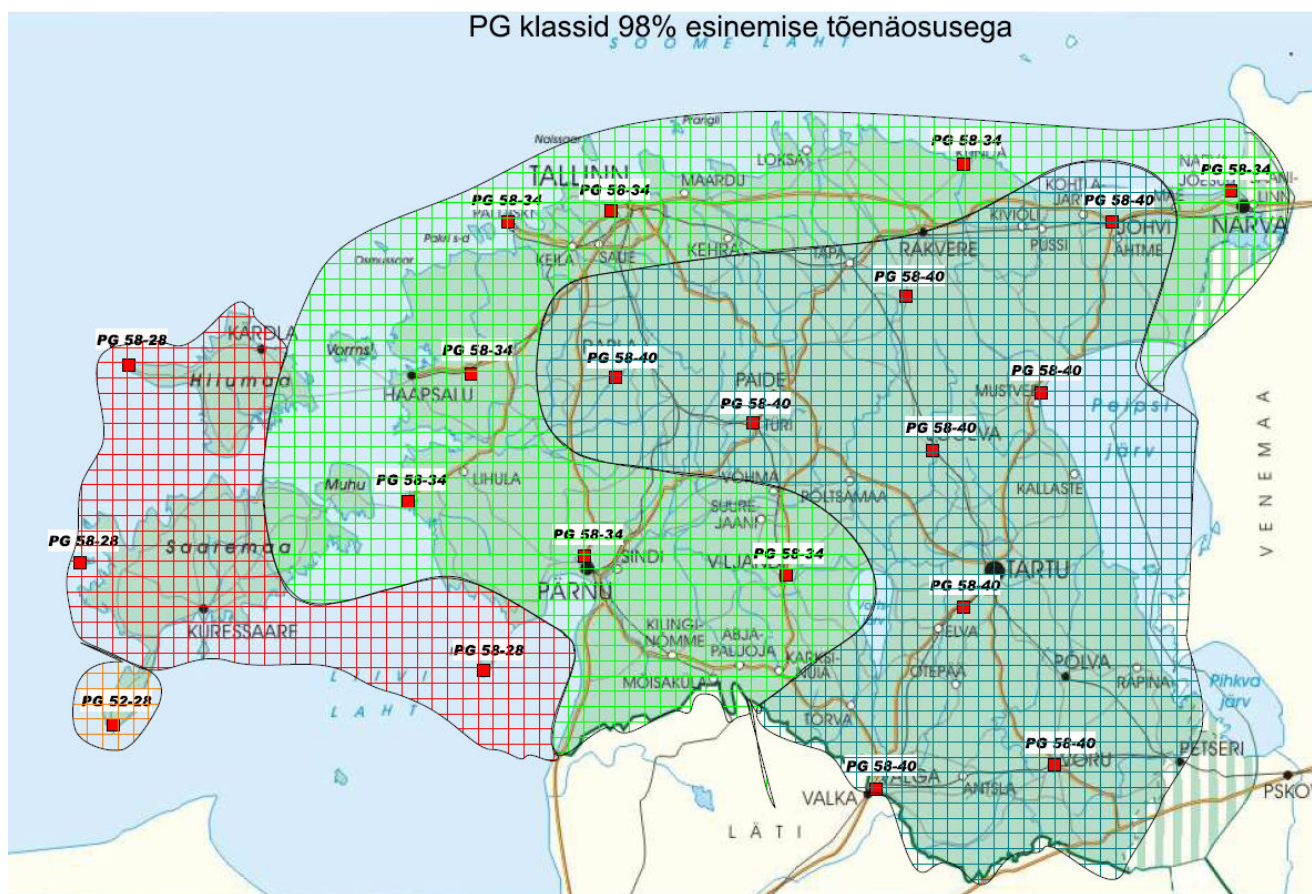
Temperatuuride esinemise sagedus.	PG klassikalise meetodi järgi.	PG “split” meetodi järgi
50%	PG 52-28	PG 51-23
85%	PG 58-28	PG 53-28
98%	PG 58-34	PG 56-32

Juhul, kui raskeliikluse osakaal on suur või liiklus on väga aeglane (nt ristmikel, tõusudel, parkimisplatsidel), tuleks PG ülemiste otsa klassi margi või kahe võrra tõsta - seda nimetatakse kui “*grade bumping*” (klassi tõstmine). Kui projekteeritaval teel võib esineda rasket, aeglast liiklust, võidakse suurendada temperatuuride järgi saadud PG klassi ühe või kahe astme võrra, näiteks PG 52-28 tuleks tõsta PG 64-28, sealjuures minimaalse temperatuuri PG klass jääb samaks.

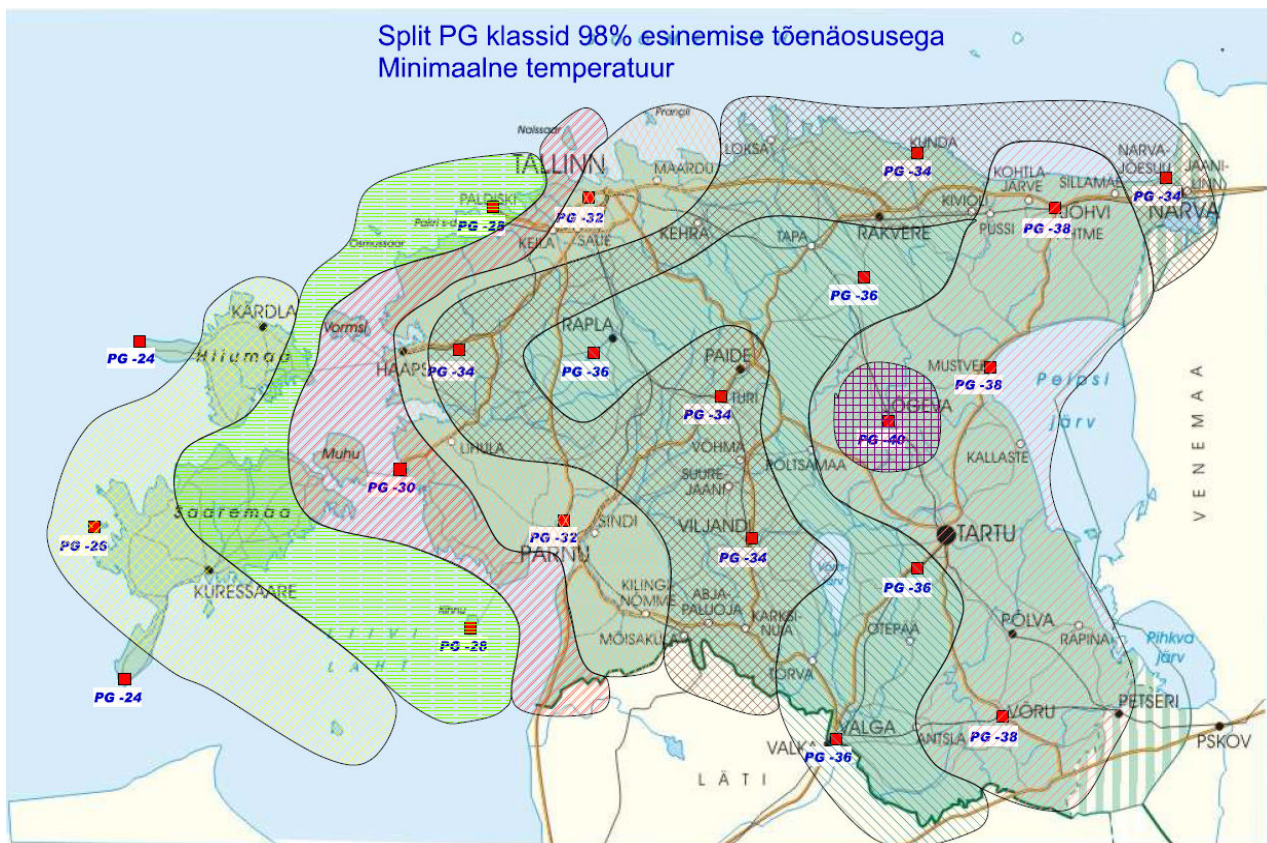
Tüüpilised “*grade bumping*” tõstetavad väärtused võivad sõltuvalt tingimustest olla järgmised:

- aeglane liiklus ja ristmike alad – ühe klassi võrra;
- seisev liiklus ja laadimise parklad, alad – kahe klassi võrra;
- keskmine raske liiklus – ühe klassi võrra;
- suur raskeliikluse osakaal – kahe klassi võrra.

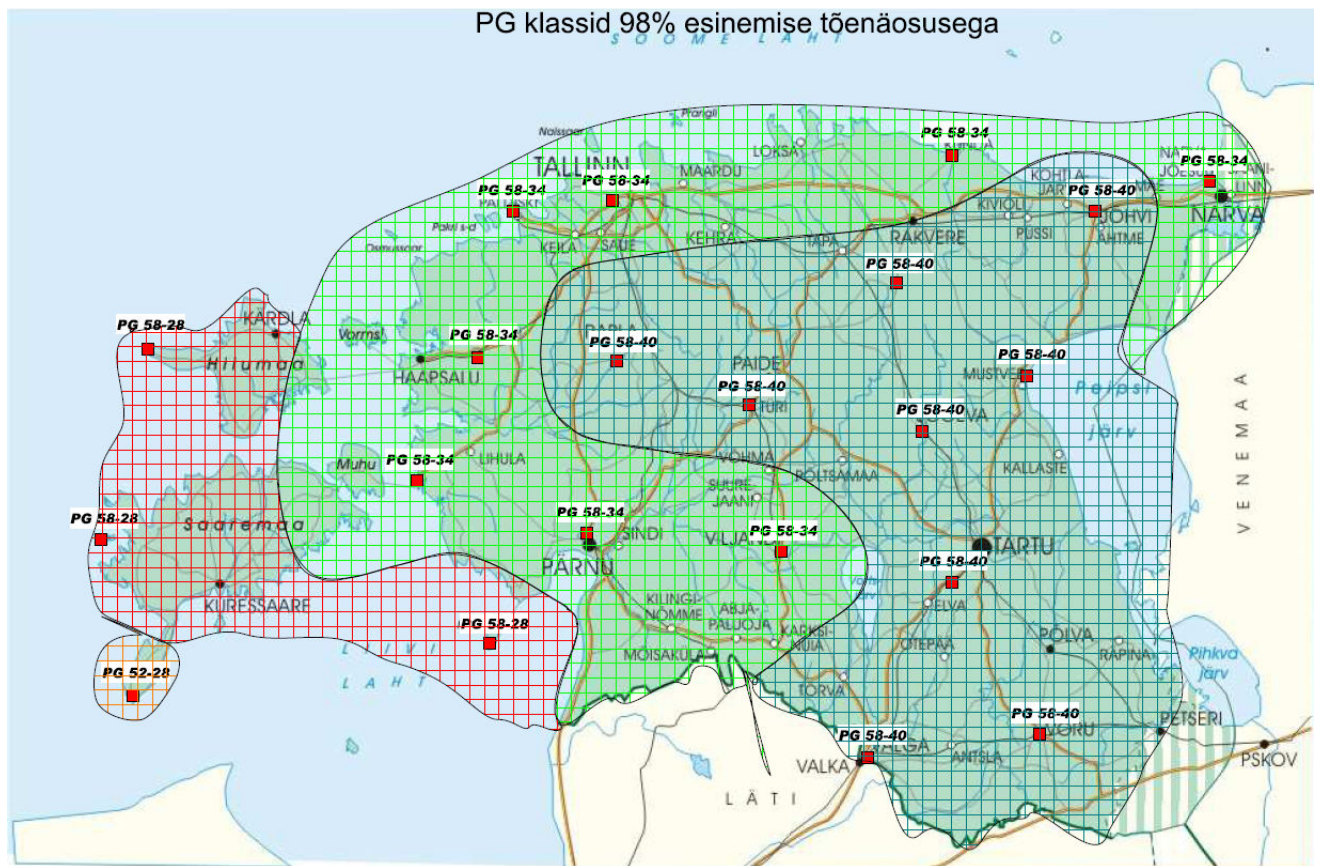
Näiteks kui USA-s tasulistel maanteedel kasutatakse bituumeneid margiga PG 64-22, siis teemaksu jaamade ja parklate juures kasutatakse bituumeneid margiga PG 70-22 või isegi PG 76-22. Liiklustingimustest sõltumata ei tohiks klassi tõstmine olla kunagi suurem kui üle kahe klassi.



Joonis 5.11. Eesti kõrgema temperatuuri tsoonid PG alusel.



Joonis 5.12. Eesti alumise temperatuuri tsoonid „split“ meetodi alusel.

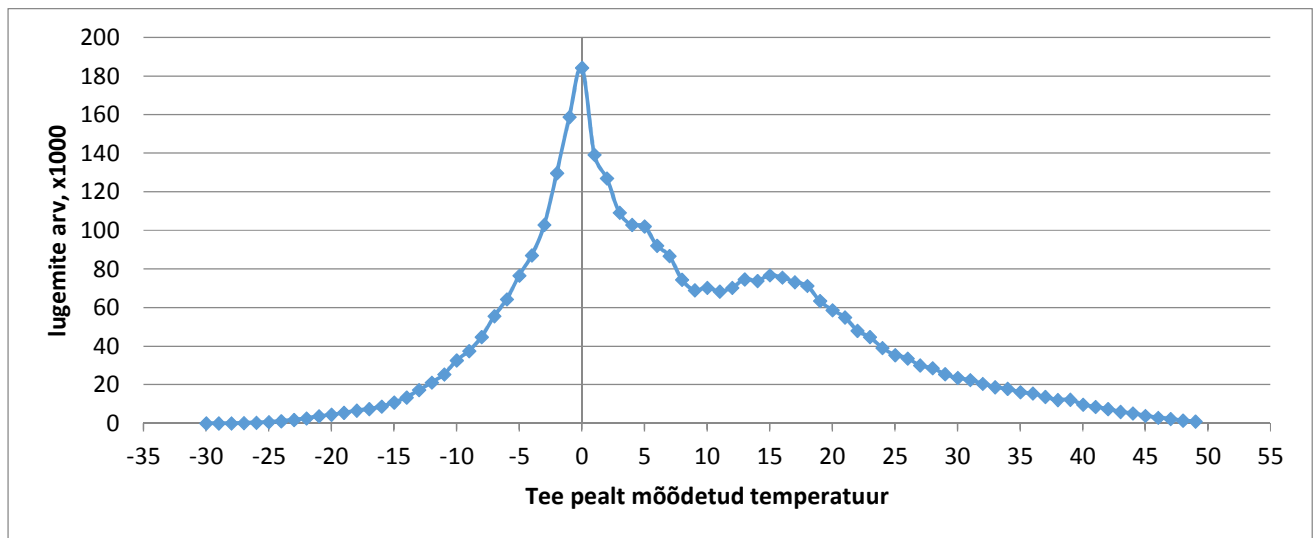


Joonis 5.13. Eesti temperatuuritsonid PG alusel (6 °C sammuga). Negatiivset temperatuuri peaks arvestama pigem „split“ meetodi järgi, nagu on kujutatud joonisel 5.12, kuna PG klassi -40 °C on bituumenite osas väga keeruline saavutada.

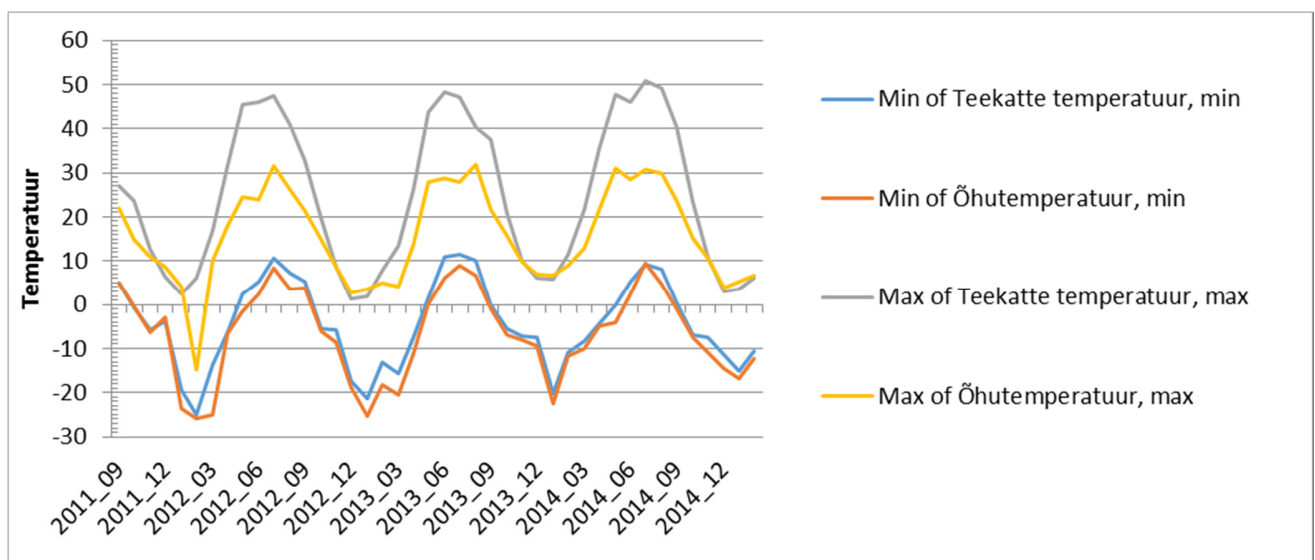
5.3.3. Teeilmajaamade andmed

Eestis on alates 1995. aastast paigaldatud teeilmajaamasid, mis monitoorivad otseselt teekatte ja õhutemperatuure. Tänapäevase seisuga on Eestis 60 teeilmajaama ning nende andmeid on mitmes Maanteeameti uuringus käsitletud. Uuringus, mis oli seotud asfaltsegude deformatsiooni- ja kulumiskindluse piirmäärade väljatöötamisega, vaadeldi vähemalt viie aastase perioodi, mistõttu tulemused ei ole siiski otse kohalduvad PG nõuetele (min 20 aastane periood) [3].

Eestis kasutatavad teeilmajaamade teekatte temperatuuriandurite tööpiirkond lõppeb kahjuks +50°C juures, mistõttu andmed üle selle piiri on kohati ebausaldusväärsed. Seetõttu tehti eelpool viidatud uuringus ka ettepanek kasutada teekatte temperatuuride monitoorimiseks suurema temperatuurilatusena andureid. Uuringus toodi välja, et viimase viie aastase perioodi vältel on teekatte temperatuuride vahemik ulatunud -29°C kraadist kuni + 56°C kraadini (joonis 5.14). Kusjuures andmetest on näha, et teekatted on ca 40% ajast temperatuurivahemikus -5°C kuni +5°C.



Joonis 5.14. Teeilmajaamade teekatte temperatuuride jaotus Eesti teedel. Valdav enamus lugemeid koondub vahemikku -5 kuni +5°C ning teine suurem hulk andmeid koondub ca 15 °C ümbrusesse.



Joonis 5.15. Teekatte ja õhutemperatuuride miinimumid kuude lõikes Adavere teeilmajaama andmetel. Jooniselt on näha, et minimaalne teekatte temperatuur ühtib 2012. ja 2014. aastal minimaalse õhutemperatuuriga – 2012 aastal oli veebruaris registreeriti teekatte minimaalseks temperatuuriks -25,0°C ning minimaalseks õhutemperatuuriks -25,8°C.

5.4. PG katsete kokkuvõte

Vastavalt peatükkides 5.1 ja 5.2 saadud PG klasside tulemustele saadakse uuringusse kaasatud bituumenite kohta tabel 5.4.

Tabel 5.4

Uuringusse kaasatud bituumenite PG-klassid

Katsetatav bituumen	PG klass
A	PG 64-22
B	PG 58-22
C	PG 58-22
D	PG 58-28
E	PG 70-28
F	PG 52-28
G	PG 52-28

Võrreldes EMHI andmete põhjal koostatud PG klasse kliimakaartidel (joonised 5.11 ja 5.12) esitatud vajalike PG klassidega, nähtub tabelist 5.5, millises suunas meil kasutatavaid bituumeneid oleks vaja modifitseerida või parandada.

Tabel 5.5

Olemasolevad ja puuduvad temperatuurivahemikud PG alusel

		● Uuritavate bituumenite PG klassid			
		○ Vajalikud, kuid puuduvad PG klassid			
		Kõrgel temperatuuril toimimine			
		52	58	64	70
Madalal temperatuuril toimimine	-22	●	●	●	
	-28		●		●
	-34		○		
	-40		○		

Tabeli 5.5 kohaselt on Eesti tingimuste jaoks katmata toimimine madalatel temperatuuridel (PG metoodika alusel). UW-MARC soovitude ja arvamuste kohaselt peaks neid bituumeneid pehmemdama õlide lisamisega, milleks võivad olla petrooleumõlid rafineerimisest, bioõlid või taaskäideldud mootoriõlid.

UW-MARC katsetuste põhjal tõstab õlide bituumenisse lisamine küllastunud ja aromaatsete ühendite osakaalu bituumenite kolloidsüsteemis, parandades sellega madalal temperatuuril vajamineva PG klassi

väärtust BBR katsel nii jäikuse (ing. *stiffness*) kui ka *m-value* osas. Vastavalt PG margi vajadustele ja UW-MARC'i kogemustele kasutati uuritavate lähtebituumenite modifitseerimisel erinevaid õlisid, elastomeere ja plastomeere saavutamaks Eesti tingimustele vajalikud PG klassid kõikidele bituumenitele. Põlevkivibituumenit ei modifitseeritud, kuna sellel ei olnud asfaltbetooni valmistamiseks sobivaid omadusi.

Kasutatud kirjandus

1. Asphalt Institute. 2012. Asphalt Binder Testing – Technician's Manual for Specification Testing of Asphalt Binders.
2. U.S. Department of Transportation, Federal Highway Administration, NHI 2000 "Superpave Fundamentals" Reference manual.
3. A/b katete kvaliteedi arendusuuringud. Deformatsiooni- ja kulumiskindluse katsete teaduslik analüüs. Maantee 4 roopauuringud. Lõpparuanne. Maanteeamet 2014.

5.5. Bituumenite modifitseerimine

UW-MARC-is kasutati bituumenite modifitseerimiseks kahte tüüpi õli - õli A on bioõli ja õli B on rafineeritud kasutatud mootoriõli. Õlide ja polümeeride kasutamise valik tehti vastavalt UW-MARC kogemustele. Õli lisati igale bituumenile, kuna see võimaldab nihutada madalamat PG temperatuuri külmema poole. Polümeere lisati selleks, et madalatel temperatuuridel toimimiseks pehmendatud bituumenitele anda tagasi vajalikku jäikust kõrgetel temperatuuridel. Bituumeni E puhul prooviti nii bio- kui rafineeritud õli ning polümeere ei lisatud, kuna kõrgete temperatuuride omadused olid täidetud oluliselt suuremas ulatuses, kui Eestis tegelikult vajalik. Erinevate bituumenite modifitseerimise viisid on kujutatud tabelis 5.6.

Tabel 5.6

Bituumenite modifitseerimine

Base Binder	Modification	Modified Binder Code
A	5% Oil-A	M-A
B	10% Oil-B + 2% Plastomer	M-B
C	8% Oil-B + 3% SBS	M-C
D	8% Oil-B + 2% Plastomer	M-D
E	11% Oil-A	M-E-1
E	8% Oil-B	M-E-2
F	8% Oil-B + 4% Plastomer	M-F
G	8% Oil-B + 5% SBS	M-G

5.5.1. Modifitseeritud bituumenite katsetamine

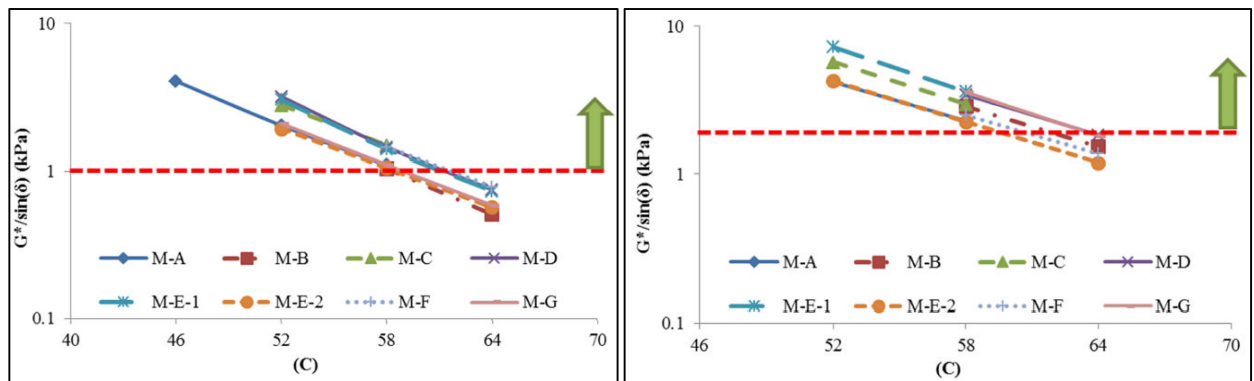
Pärast modifitseerimist määrati bituumenitel uuesti PG klassid, tulemused on tabelis 5.7.

Tabel 5.7

Modifitseeritud bituumenite PG klassid

Bituumen	PG kõrge temp.	PG madal temp.
M-A	58	-28
M-B	58	-34
M-C	58	-34
M-D	58	-34
M-E-1	58	-34
M-E-2	58	-40
M-F	58	-34
M-G	58	-34

Uuringusse kaasatud bituumenite toimimine kõrgetel temperatuuridel on esitatud joonistel 5.16 (vanandamata) ja 5.17 (RTFO vanandatud). Katse läbimiseks piirtingimused on näidatud punase joonega.

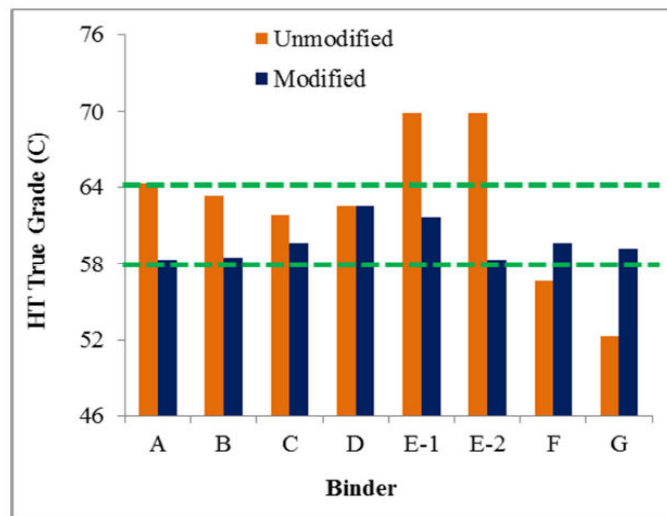


Joonised 5.16 ja 5.17. Vanandamata (vasakul) ja RTFO vanandatud (paremal) modifitseeritud bituumenid kõrgetel temperatuuridel

Jooniselt 5.16 nähtub, et 58 °C juures täitsid kõik proovid nõutud tingimuse. M-D, M-E-1 ja M-C saavutavad ka 60 °C juures vajaliku tulemuse, kuid kuna katsetemperatuuride vahemik on 6 °C, jääb bituumeni ülemise temperatuuri margiks 58 °C. RTFOT vanandatud proovidega (joonis 5.17) annavad

parima tulemuse segud M-E-1 ja M-G, järgneval tasemel on M-C ja M-B, kuid 58 °C nõue on kõigil täidetud.

Koondades modifitseerimata ja modifitseeritud bituumenite tulemused ühele graafikule, saab võrrelda erinevate lähtebituumenite kõrgetel temperatuuridel käitumisi enne ja pärast modifitseerimist. Võrdlev graafik on joonisel 5.18. Tulemustest selgub, et kõikidele modifitseeritud bituumenitele on Eesti kliima jaoks vajalik 58 °C tagatud (sinised tulbad). Bituumenite A kuni E puhul kukkus õli lisamisega seonduvalt PG margi ülemine piir tunduvalt. Bituumenitel F ja G on kasutatud rohkem polümeere, kui teistel sideainetel ning sellest tingituna on põhjustatud ka kõrgel temperatuuril toimimise suur tõus.

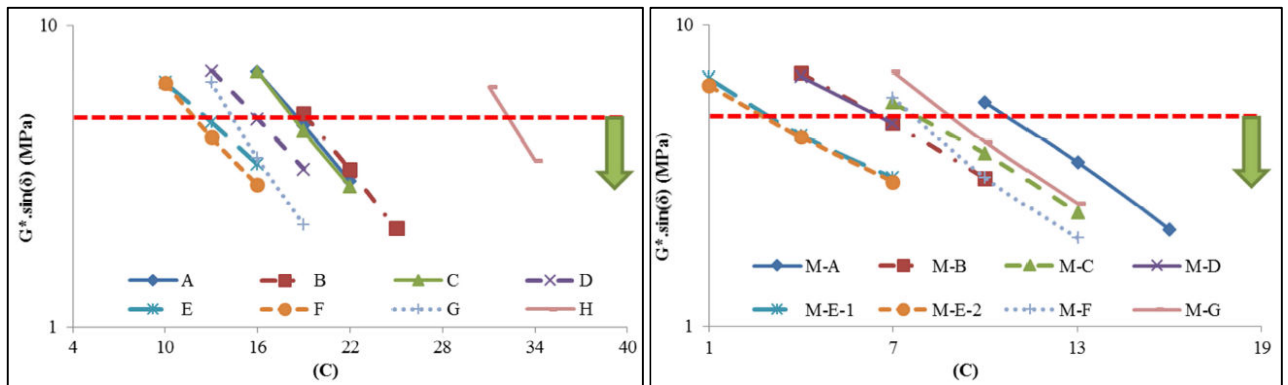


Joonis 5.18. Modifitseerimata ja modifitseeritud bituumenite ülemise temperatuuri võrdlus PG alusel.

Toimimine keskmistel temperatuuridel kirjeldab väsimuspragude tekkimise võimalust. Katsetamine toimub DSR seadet kasutades, kus maksimaalseks lubatud $G^*\sin\delta$ suuruseks on 5 MPa, mida on joonistel 5.19 ja 5.20 kujutatud punase punktiiriga. Katsetemperatuur (keskmise temperatuur) tuleneb vastavalt uuritava bituumeni PG margist. Bituumenite keskmised temperatuurid on Eesti kliimat arvestades võrdlemisi kõrged. Eriliselt eristub siinkohal põlevkivibituumen (+34 °C), mis on ka üheks põhjuseks, miks ei sobi antud bituumen asfaldis kasutamiseks ja seetõttu ei peetud mõttekaks ka selle edasist katsetamist modifitseerimise teel.

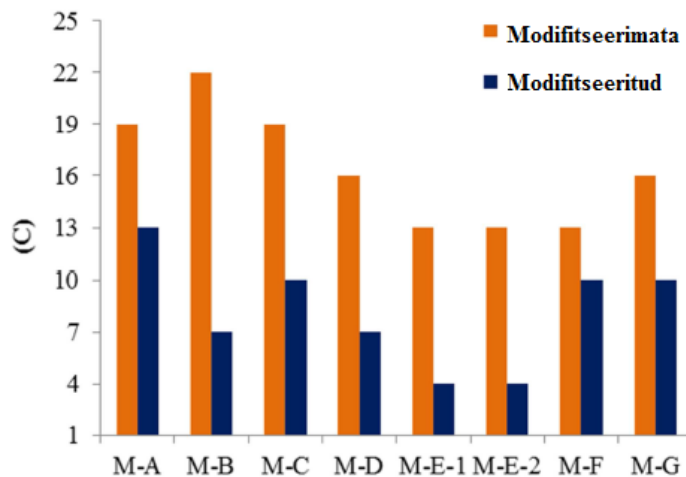
Naftabituumenitest näitavad parimaid tulemusi E ja F, milledele järgnevad G ja D, ülejäänud bituumenid on samas suurusjärgus. Arusaadavalt on võrkpragude tekkele vastupidavamad bituumenid 160/220 penetratsiooniga ning nende vahele mahub bituumen E (70/100), mis näitas teistest sama margiga bituumenitest tunduvalt erinevaid omadusi ka EN katsete juures (tabel 4.2).

Modifitseerimisega on vastupidavus väsimuspragude tekkele suurenenud kõikidel bituumenitel, eriti M-E-1 ja M-E-2 puhul, mida illustreerib kokkuvõttev graafik joonisel 5.21, kus on kõrvuti lähtebituumenite ja nende modifitseeritud variandite katsetulemused.



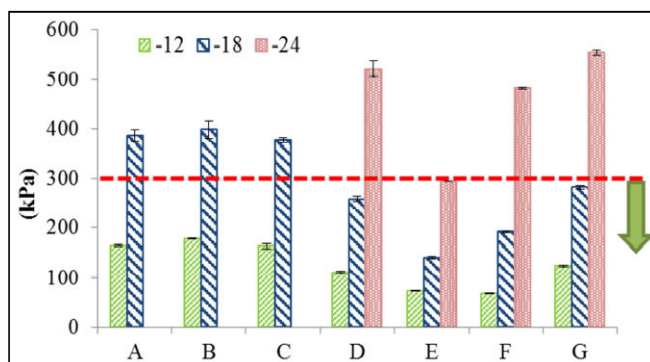
Joonis 5.19. Lähtebituumenite toimimine keskmistel temperatuuridel (vastavalt uuritava bituumeni PG margist). Joonis 5.20. Modifitseeritud bituumenite toimimine keskmistel temperatuuridel.

Joonisel 5.21 on näha, et modifitseerimine on alandanud kõikide bituumenite keskmist temperatuuri väsimusekindluse suhtes 6...15 °C võrra võrreldes lähtebituumenite keskmiste temperatuuridega. Ehk bituumenid toimivad modifitseeritud kujul oluliselt madalamate temperatuuride juures väsimuspragunemise vastu, kui modifitseerimata bituumenid.

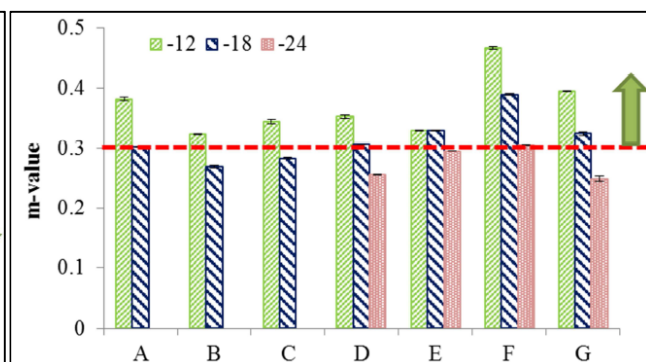


Joonis 5.21. Keskmistel temperatuuridel saadud tulemused

Toimimist madalatel temperatuuridel hinnatakse BBR katseseadmega. BBR katseseadmega tehakse katsed ainult RTFOT+PAV vanandatud bituumenile. Tulemusi madalal temperatuuril käitumise kohta hinnatakse kahe suurusega – jäikus (ing. *stiffness*), mis võib olla maksimaalselt 300 kPa, nagu on tähistatud joonisel 5.22 punase punktiiriga, ning *m-value*, mille väärtus peab olema vähemalt 0,3, nagu on tähistatud joonisel 5.23 punase punktiiriga.



Joonis 5.22. Lähtebituumenite jäikus

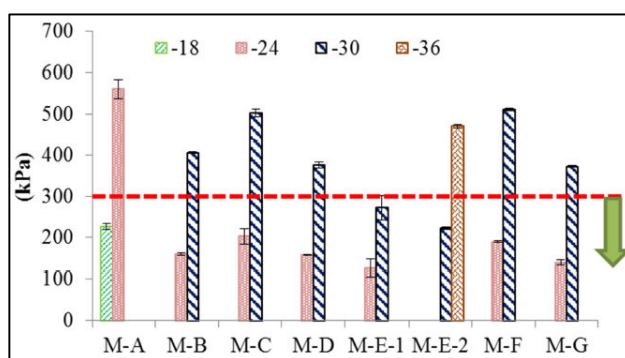


Joonis 5.23. Lähtebituumenite *m-value*

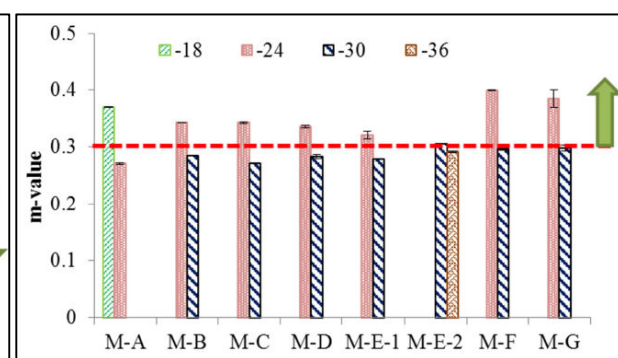
Nagu nähtus peatükist 5.4, ei oma uuritavad bituumenid vajalikke omadusi Eesti kliimale kohaste -34 ja -40 °C temperatuuride juures. Sellest tulenevalt on vaja muuta bituumeneid vähem sitketeks ning üheks võimaluseks on õlidega modifitseerimine. Kirjanduses on arutletud, et õli lisamine suurendab bituumenis molekulidevahelist vaba ruumi, mistõttu suudavad molekulid madalamatel temperatuuridel üksteise suhtes vabamalt liikuda.

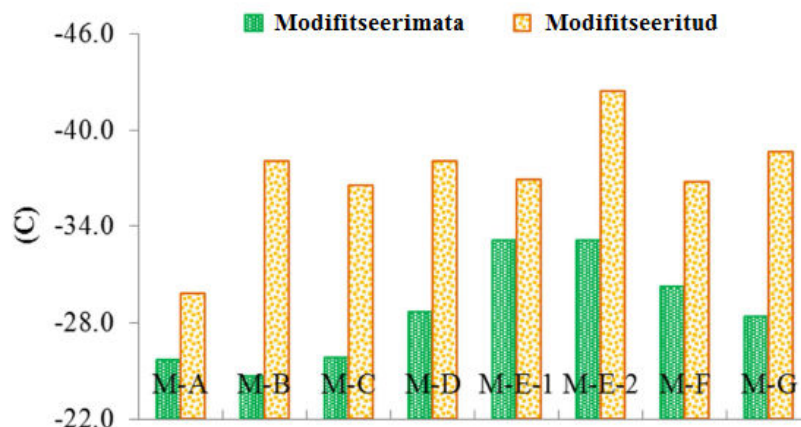
Tulemustest joonistel 5.24 ja 5.25 nähtub, et õli lisamine vähendab tunduvalt bituumenite jäikust ja m-väärtust muutes bituumenite toimivust madalamatel temperatuuridel paremaks.

Bituumenite PG-klassid madalamatel temperatuuridel enne ja peale modifitseerimist on kujutatud joonisel 5.26, kust nähtub, et kõikide modifitseeritud bituumenite madala temperatuuri toimivus on kasvanud ning -34 °C juures toimivad bituumenid M-B, M-C, M-D, M-E-1, M-E-2, M-F, M-G ja -40 °C juures M-E-2.



Joonis 5.24. Modifitseeritud bituumenite jäikus (*stiffness*). Joonis 5.25. Modifitseeritud bituumenite m-väärtus (*m-value*).





Joonis 5.26. Bituumenite PG madala temperatuuri klassid enne ja peale modifitseerimist.

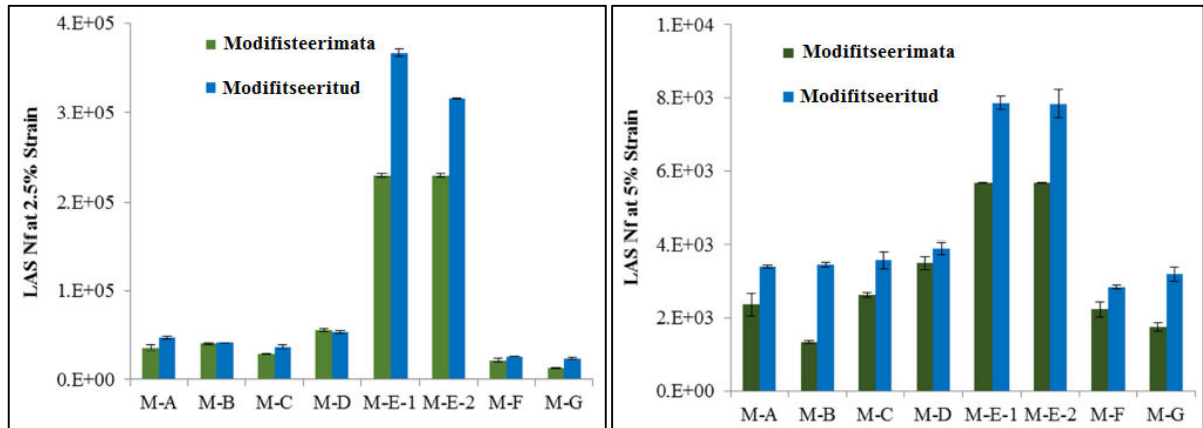
5.5.2. Lisakatsed UW-MARCis

Vastavalt kogemustele Põhja-Ameerikas, lihtsalt PG standardi rakendamine pikemaajaliste teekatete tagamiseks Eestis ei oleks piisav. Sellega seoses kaasati uuringusse ka katseid, mida juba tänagi kasutatakse paralleelselt PG katsetega, et bituumenite omadusi paremini hinnata. Kasutatud katseteks on:

- LAS (*Linear Amplitude Sweep*) test;
- Single Edge Notched Beam (SENB) test;
- pikendatud BBR test (eBBR).

LAS testi (*Linear Amplitude Sweep*) kasutatakse bituumeni vastupidavuse testimiseks väsimusele, katse on hetkel veel uurimisjärgus. Test viiakse läbi DSRiga keskmistel temperatuuridel. Katse näeb ette süstemaatilist koormuse tõstmist kiirendamiseks deformatsioone katsekehas.

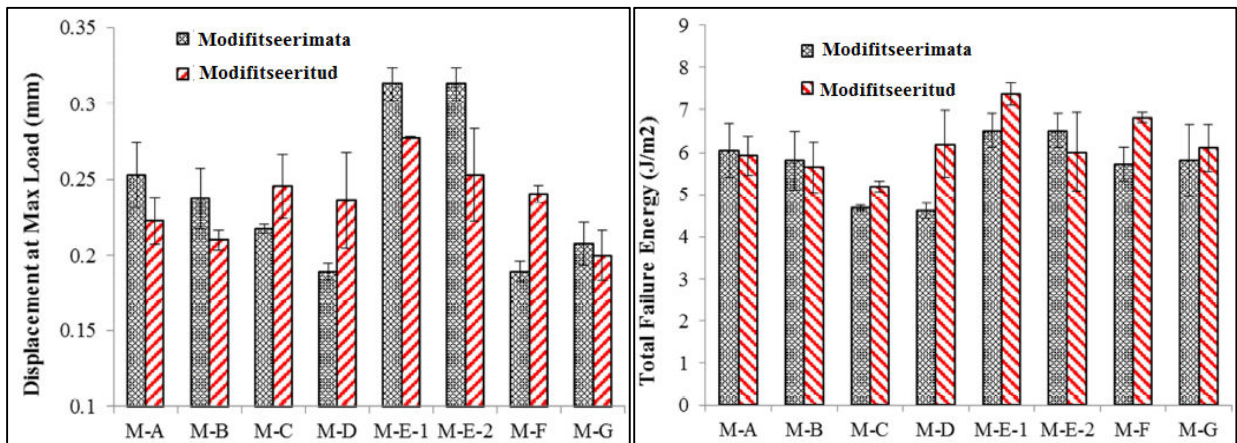
Katsetulemused on koondatud kahte graafikusse tsüklitena 2,5% (joonis 5.27) ja 5,0 % deformatsiooni (joonis 5.28) juures. Tulemused näitavad, et kõikidel modifitseeritud bituumenitel on vastupidavus väsimusele suurenenud võrreldes nende lähtebituumenitega, parimaid tulemusi annab bituumen E Üldiselt nähtub, et õlide lisamine on antud katse tulemusi parandanud märkimisväärselt.



Joonis 5.27. Katsetsüklite arv 2,5% suhtelise deformatsiooni juures. Joonis 5.28. Katsetsüklite arv 5,0% suhtelise deformatsiooni juures.

Single Edge Notched Beam (SENB) test. BBR iseloomustab bituumeneid linenaar-viskoelastsel moel, kasutades väikseid pinget väärtusi ja väikest paindumist. BBR katse ei arvesta suuremate jõudude ja nihkepingetega, millega bituumen võib kattes madalatel temperatuuridel kokku puutuda. Taolist olukorda peaks iseloomustama SENB katse, mis on BBRi modifikatsioon. Katse teostatakse peale PAV vanandamist kirjeldamiseks võimalikult täpselt tegelikku olukorda teel ekspluatatsioonis aastate pärast. SENB katse iseloomustab temperatuuripragude teket madalatel temperatuuridel.

Katsetulemused on esitatud joonistel 5.29 ja 5.30, kust nähtub, et võrreldes lähtebituumenide modifitseeritute, katsetulemused ei erine kuigi palju. Tuleb siiski täheldada, et modifitseerimine on parandanud mõningate bituumenite vastupidavust madalatel temperatuuridel pragunemisele.



Joonis 5.29. SENB proovikeha läbipaindumine (mm) maksimaalse koormuse juures lähtebituumenil ja modifitseeritud bituumenil. Joonis 5.30. SENB katse purustamise energia lähtebituumenil ja modifitseeritud bituumenil

Pikendatud BBR test (eBBR). Katse eesmärk on teha kindlaks bituumenite „grade loss“ ehk määrata see, kas bituumenid suudavad töötada madalate temperatuuride juures ka pikemaajaliselt või kaotavad

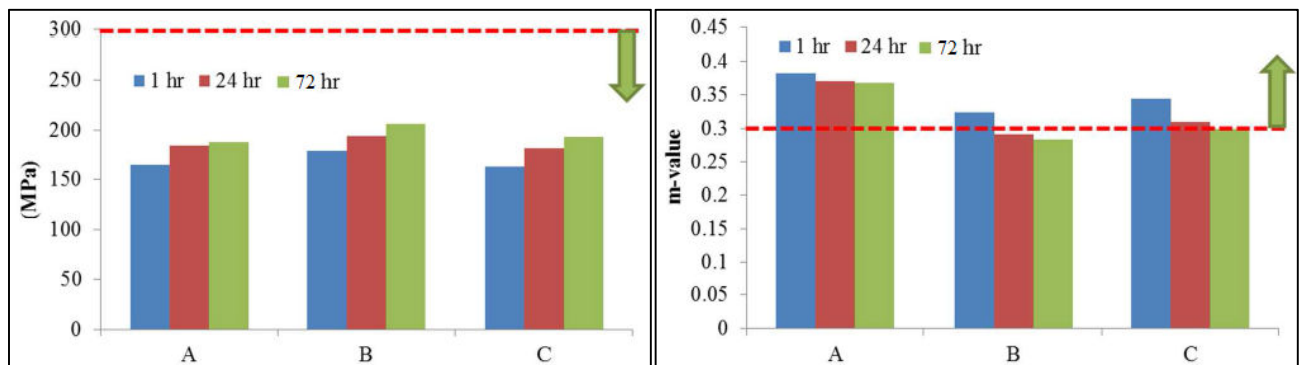
oma toimivuse aja jooksul (ehk alumise otsa temperatuur tõuseb aja jooksul kõrgemale). Kanadas on leitud väga hea korrelatsioon eBBRi ja reaalseste asfaltkatete toimivuse vahel (käsitletakse täpsemalt peatükis 6).

Katse teostamise käigus hoitakse BBRi proovikehasid nende madalaima toimimise temperatuurist 10 ja 20 °C kõrgema temperatuuri juures 1, 24 ja 72 tundi. Edasi sooritatakse standardne BBRi katsetus, millega määratakse roomejäikus ja roomekiirust iseloomustav m-väärtus; leitakse see temperatuur, millal bituumen vastab tingimustele peale 24 h ja 72 h hoiustamist.

Uuringus jagati bituumenid vastavalt nende PG klassidele kolme gruppi, mis katsetati erinevatel temperatuuridel, nagu näidatud joonisel 5.31. Katsetulemused on esitatud joonistel 5.32...5.37 koos vajalike kommentaaridega.

<u>-12°C</u>	<u>-18°C</u>	<u>-24°C</u>
• A	• D • G	• M-B • M-E-2
• B	• E • M-A	• M-C • M-F
• C	• F	• M-D • M-G

Joonis 5.31. Lähtebituumenite ja modifitseeritud variantide jaotamine pikendatud BBR katseks vastavalt madalatele temperatuuridele

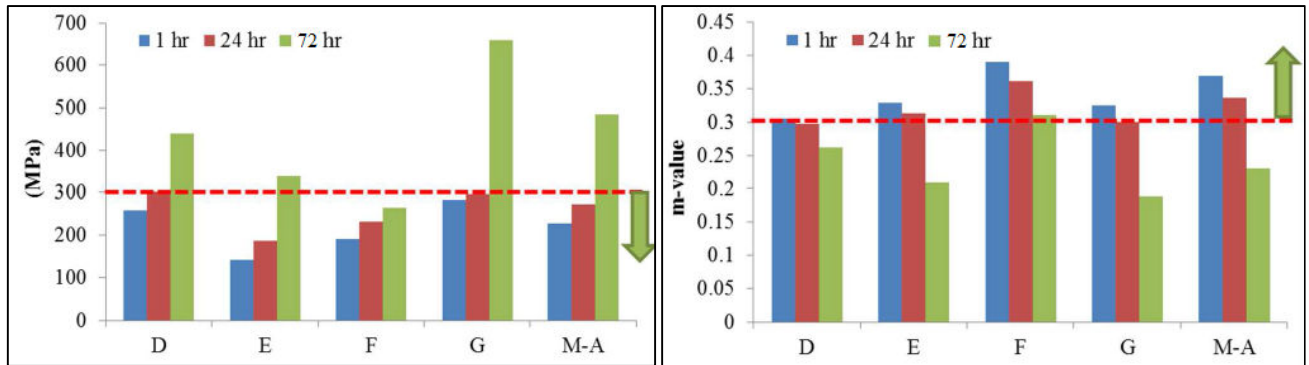


Joonis 5.32. Bituumenite jäikus (stiffness) -12 °C juures vastavalt eelnevalt hoiustatud tundidele. Joonis 5.33. Bituumenite *m-value* -12 °C juures vastavalt eelnevalt hoiustatud tundidele.

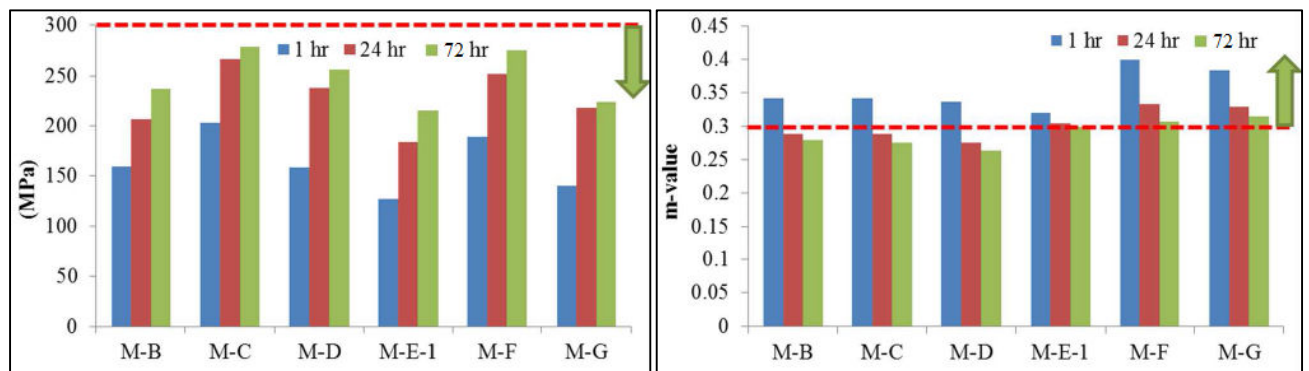
Bituumenite toimivuse -12 °C juures määrab kõikidel bituumenitel ära m-väärtus, mis bituumenil B väljub nõutud piiridest (>0,3) nii peale 24 kui 72 tundi. Bituumen A jääb nõutud piiridesse ja C on piiri peal. Jäikuse maksimaalset lubatud suurust (<300 MPa) vastavalt joonisele 5.32 ei ületa ükski antud bituumenitest. Näha on ka asjaolu, et suurem osa bituumeni jäikusest tuleb juurde esimese 24 tunniga.

Jäikus jääb nõutavale tasemele ainult bituumenil F, teistel toimub vahemikus 24 – 72 h jäikuse suurenemises märkimisväärne hüpe; m-väärtus on määravaks ka -18 °C puhul. Ainult bituumen F jääb napilt nõutavast piirist ülespoole. Lähtebituumenitest jäävad madalama temperatuuri toimivuse poolest samasse PG klassi ainult bituumenid A ja F, kõikidel teistel kukub PG mark ühe klassi võrra.

Jooniselt 5.34 kuni 5.37 nähtub selgelt, et modifitseerimine on halvendanud bituumenite pikaajalist vastupidavust madalatel temperatuuridel. Eriti selgelt tuleb see välja bituumeni M-A puhul, mis kaotab tugevalt oma omadustes peale 72 h hoiustamist. Modifitseerimata kujul bituumen A niivõrd laiaulatuslikku jäigenemist katsete käigus ei näidanud (vt joonis 5.32).



Joonis 5.34. Bituumenite jäikus (stiffness) -18 °C juures vastavalt eelnevalt hoiustatud tundidele. Joonis 5.35. Bituumenite *m-value* -18 °C juures vastavalt eelnevalt hoiustatud tundidele.



Joonis 5.36. Bituumenite jäikus (stiffness) -24 °C juures vastavalt eelnevalt hoiustatud tundidele. Joonis 5.37. Bituumenite *m-väärtus* -24 °C juures vastavalt eelnevalt hoiustatud tundidele.

5.5.3. Eurostandardijärgsed katsed PG jaoks modifitseeritud bituumenitele

Kujundamaks arusaama, kuidas käituvad erinevad PG katsete nõuded täitnud modifitseeritud bituumenid Euroopas tuntud EN-katsetega, tehti samadele modifitseeritud bituumenitele kolm peamist EN katset, mille tulemused on koondatud tabelisse 5.8:

- penetratsioon;
- pehmenemistäpp (kuul ja rõngas);
- murdumistäpp (Fraass).

Tabel 5.8

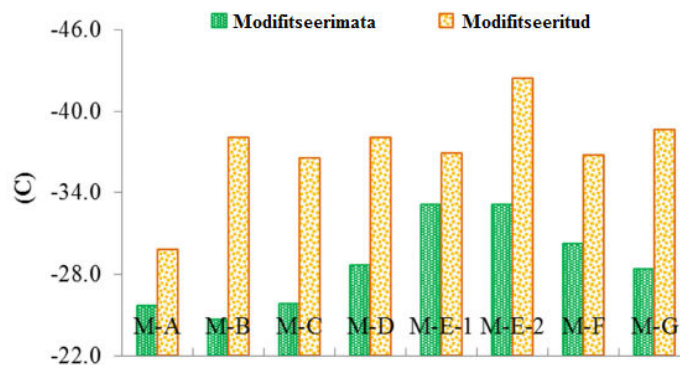
Modifitseeritud bituumenite EN katsete tulemused koos lähtebituumeni samade tulemustega

Bituumen	Penetratsioon 25°C juures (x 0,1mm)		Pehmenemistäpp (°C)		Murdumistäpp (°C)	
	Lähte-bituumen	Modifitseeritud	Lähte - bituumen	Modifitseeritud	Lähte-bituumen	Modifitseeritud
A	84	187	45,4	37,8	-16	-24
B	74	203	46,6	53,0	-15	-29
C	83	217	45,8	40,4	-20	-26
D	88	150	46,4	51,6	-18	-29
E-1	82	168	52,0	44,6	-24	-31
E-2	82	187	52,0	43,4	-24	-31
F	177	240	38,2	49,6	-20	-27
G	186	225	38,8	33,4	-18	-27

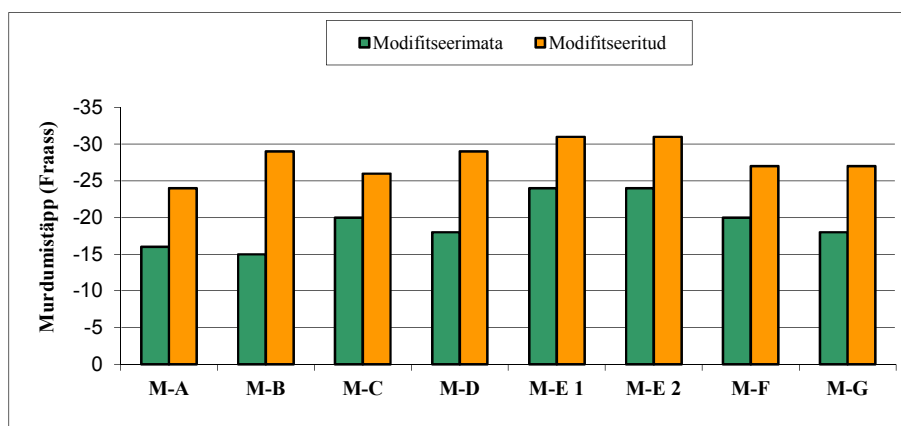
Kõige tähelepanuväärsem tabelis 5.8 esitatud tulemuste juures on see, et peale modifitseerimist ei ole bituumenitel enam Eesti jaoks harjumuspäraseid asfaltbetoonidele sobilikke penetratsioone. Pigem on tegemist pindamistööl kasutatavate bituumenimarkidega 160/220, millel on pehmenemistäpp kõrgem ja murdumistäpp oluliselt madalam, kui tavaliselt. Ka Eestis kasutatavad polümeermodifitseeritud bituumenid (näiteks PMB 65/105-65 või PMB 75/130-65) jäävad murdumistäpi järgi tihti nõrgemaks ja ei pruugi ulatuda tabelis 5.8 esitatud tulemusteni.

Kõigil modifitseeritud bituumenitel on murdumistäpp võrreldes lähtebituumenitega tunduvalt muutunud. Võrreldes madala temperatuuri PG väärtusi murdumistäpi tulemustega, mis on EN katsetametoodika järgi madalatel temperatuuridel bituumenite omaduste näidikuks, on kõige paremad tulemused kõrge polümeerisisaldusega M-F ja M-G bituumenitel. ENi järgselt on nende tulemused võrreldavatest bituumenitest keskpäraseid, jäädes suurelt maha M-E-1 ja M-E-2 ning natuke vähem ka M-B ja M-D bituumenitest (võrdle jooniseid 5.38 ja 5.39).

Modifitseeritud bituumenid, mis PG järgi sobivad napilt PG kliimakaardi alusel Eesti asfaltsegudesse, ületavad ENi murdumistäpi nõudeid tugevalt. Bituumenitel M-E-1 ja M-E-2 on murdumistäpp võrdselt -31 °C (joonis 5.37), kuid PG meetodi järgi on temperatuuride erinevus märgatav: -36 ja -42 °C (joonis 5.38). Murdumistäpp annab teatud indikatsiooni bituumenite madalatemperatuurilistest omadustest (nii PG kui EN-i kohaselt annavad madalaima temperatuuri bituumenile M-A), kuid selle täpsus on kaheldav.



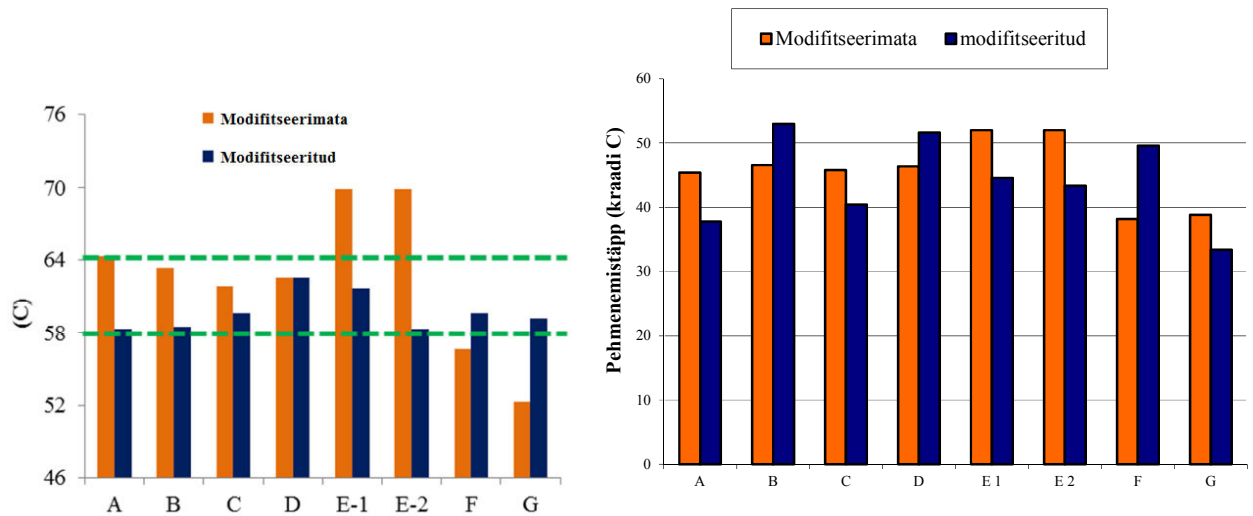
Joonis 5.38. PG kohaselt bituumenite toimivus madalatel temperatuuridel



Joonis 5.39. Bituumenite murdumistäpp ehk ENi kohaselt bituumenite toimivus madalatel temperatuuridel

Eesti nõue PMB asfaldibituumenite puhul on rõhutatud pehmenemistäpile. Tabelis 5.8 toodud modifitseeritud bituumenitel on see võrreldes meie nõuetega väga pehme, kuid PG alusel täidavad kõik ülemise temperatuuri nõuded.

Võrreldes modifitseeritud bituumenite EN katsete pehmenemistäppi tabelis 5.8 ja joonisel 5.18 toodud PG tulemusi kõrgetel temperatuuridel, saadakse huvitavad erinevused. Kõrgeima pehmenemistäpiga M-B (+53 °C) ei ole PG katsete järgi sugugi parima tulemusega ja on võrdne M-G tulemusega, mille pehmenemistäpp on kõigest +33 °C. Lisaks, PG järgi kõrgetel temperatuuridel parimaid omadusi näitavad bituumenid M-D, M-E-1 ja M-C ei oma kaugeltki sarnaseid omadusi EN-i järgselt. Pehmenemistäpp varieerub suuresti – tulemused vastavalt 51,6; 44,6 ja 40,4 °C (tabel 5.8). Joonistel 5.40 ja 5.41 on esitatud kõrgema temperatuuri toimivus nii PG kui ENi kohaselt.



Joonis 5.40. PG kõrgemad temperatuurid katsetatud bituumenitele. Joonis 5.41. ENi pehmenemistäpid katsetatud bituumenitele

Kaks erinevat lähenemist (PG ja EN) ei näita kuigi võrreldavaid tulemusi kõrgetel temperatuuridel. Õlid vähendasid bituumenite vastupidavust kõrgetele temperatuuridele, kuid seda tasakaalustas polümeeride lisamine – näiteks SBS'i lisamine M-G puhul.

EN-spetsifikatsioonide pehmenemistäpi puhul paranevad bituumenitel kõrgel temperatuuril käitumisomadused ainult plastomeeridest modifikaatorite puhul, ning SBS'i puhul omadusi ei parandata. Võimalik, et tänane ülikõrge pehmenemistäpi nõudmine ei olegi õigustatud ning selle asemel peaks tähelepanu külmades ja väsimuspragude tingimustes rohkem pöörama just bituumeni pehmusele, mis aitaks bituumenitel külmade talvede tingimustele paremini vastu pidada ning saavutada paremat väsimuskindlust.

5.6. Kokkuvõte PG tulemustest ja modifitseerimisvajadustest

Saamaks uuringusse kaasatud bituumeneid vastavaks PG nõuetele, oli vajadus modifitseerimise järgi. Peamine probleem oli mittevastavus madalatele temperatuuridele, puudu oli ca 10 °C. Modifitseerimata bituumenid võimaldasi -22 ja -28°C (tabel 5.7), kuid vaja oleks, sõltuvalt piirkonnast, kuni -38°C (joonis 5.12). Kõik bituumenid vastasid nõuetele kõrgete temperatuuride osas (tabel 5.5).

Bituumenite modifitseerimiseks kasutati „hübriidmodifitseerimist“, mis tähendab, et kasutati kahte erinevat komponenti – polümeere ja õlisid (tabel 5.6). Viimaste eesmärk oli teha bituumeneid vedelamaks, võimaldamaks taluda madalamaid temperatuure. Õlide lisamisega halvenevad kõrgetemperatuurilised omadused, mida kompenseeriti polümeeride lisamisega. Kokkuvõttes saavutati modifitseerimisega vajalikud temperatuurid, nagu on esitatud tabelis 5.9. Katsetulemustega leidis kinnitust fakt, et Euronormijärgsed katsed ei suuda kirjeldada adekvaatselt bituumeni toimivust erinevate temperatuuride juures.

Tabel 5.9

Soovituslikud bituumenid ja modifitseeritud bituumenid vastavalt Eesti PG piirkondadele.

Nõutud PG (temperatuurivahemik)	Sobilik bituumen/modifikatsioon (tabel 5.6)
+58...-28°C (PG 58-28)	D, E, M-A
+58...-34°C (PG 58-28)	M-B, M-C, M-E-1, M-F, M-G
+58...-40°C (PG 58-28)	M-E-2

Võimalikud probleemid seoses kasutatud modifitseerimisega saavutamaks bituumentele PG nõudeid, tulid välja pikendatud BBRi katses, millekohaselt ei ole tagatud modifitseeritud bituumentide pikaajaline vastupidavus negatiivsetele temperatuuridele, nagu näitavad joonised 5.34 ja 5.35. Seoses sellega sooritati lisakatseid vastavalt Kanadas Ontario piirkonnas kasutatavate meetodite ja nõuetega, mida käsitletakse peatükis 6.

6. Bituumenite katsetamine Kanada Ontario piirkonna nõuetele vastavalt

PG suurimaks puuduseks loetakse asjaolu, et see ei käsitle bituumenite väsimus- ja vastupidavusomadusi piisava täpsusega (näiteks seetõttu on otsitud uusi testmetoodikaid, milleks üheks oli juba käsitletud LAS-test). Samuti ei võimalda PG alati eraldada heade omadustega bituumeneid nendest, mille omadused tegelikult ei vasta ootustele (pikendatud BBRi katse viitas probleemidele vastupidavuse osas negatiivsetele temperatuuridele).

PG süsteem põhineb bituumenite reoloogiliste omaduste mõõtmisel viskoelastses režiimis, kuid ei võimalda mõõta sideaine duktiilset purunemist ning nõuetest on täiesti puudu või siis on ebapiisavas ulatuses käsitletud sideaine oküdeerumisest tingitud vananemist ja pöörduvat jäigenemist.

PG süsteemi teiseks suureks puuduseks on asjaolu, et tahtmatult soodustatakse sobimatute modifikaatorite kasutamist. Näiteks, kui bituumenile oleks konkreetse tee seisukohalt nõutav temperatuurivahemik (nn „*Grade span*“) üle 86...92 °C, siis ei võimalda otse detillatsioonist tulnud materjal (nn „*straight run*“ bituumen) seda enam saavutada. Seetõttu kasutatakse temperatuurivahemiku suurendamiseks polümeere (SB, SBS, RET, SBR), happeid (PPA, H₂SO₄, H₃PO₄, sulfoonid), aluseid (NaOH), vahasid, puhutud/oksüdeeritud bituumeneid, freespurust ja bituumensindel katusematerjalidest eraldatud bituumeneid, taaskäideldud mootoriõlisid, taimset päritolu bioõlisid ning erinevaid kombinatsioone kõigist nimetatuid. Majanduslikel põhjustel leitakse nendest kõige soodsamad, mille abil on võimalik PG nõuetes kirjeldatud kriteeriumid läbida, kuid mis tegelikult ei taga asfaltkatte pikaalisust. Nendele järeldustele on jõutud Põhja-Ameerikas ning eelkõige Kandas, Ontario piirkonnas.

Võimaldamaks paremat hinnangut bituumenite omadustele, kasutatakse Kanadas, Ontario piirkonnas täiendavaid ja PG katsemetoodikate põhjal edasiarendatud katseid, milleks on:

- Infrapuna (IR) analüüs, mis võimaldab teha kindlaks polümeeridega modifitseerimise (IRi graafikule tekivad butadieeni piigid lainepikkustel vahemikus 983 cm⁻¹ ja 955 cm⁻¹ ning stüreeni piigid lainepikkustel vahemikus 710 cm⁻¹ ja 690 cm⁻¹) ja selle, kas bituumen on puhutud või mitte (oksüdeerumisel tekib karbonüüli piik lainepikkustel vahemikus 1760 cm⁻¹ ja 1655 cm⁻¹).
- NMRi fosfori (P-31) analüüs võimaldab kindlaks määrata polüfosforhappe (PPA) kasutamise bituumeni modifitseerimiseks. Lisaks fosfori jääkidele viitab ka süsinik (C-13) vanade mootoriõlide segamisele bituumenitesse. Lisaks võimaldab NMR tuvastada mõningate muude lisandite ja soovimatute ainete olemasolu bituumenites, mis viitab nende modifitseerimisele.
- XRFi analüüs, mis võimaldab mõõta elementkoostist (metallid, väävel, fosfor, broom ja silikon), mis viitavad samuti vanade mootoriõlide ja muude lisandite kasutamisele bituumenis.
- Pikendatud BBR katse (LS-308, eBBR), millega määratakse bituumeni vastupidavus pöörduvale jäigenemisele (ing. *physical hardening, reversible hardening*) ehk mõõdetakse seda, mitu kraadi kaotab bituumen oma alumise otsa temperatuurist. Kui katse käigus kaotab bituumen enam kui 6 °C oma alumise otsa temperatuurist, langeb tõenäosus, et külmal talvel ei teki asfaltkattes temperatuuripragusid 98%-lt vähem kui 50%-ni.
- DENT (LS-299), millega hinnatakse koos LS-308 bituumeni vastupidavust pöörduvale jäigenemisele. DENT võimaldab välja sõeluda bituumenid, mille vastupidavus ekspluatatsioonis

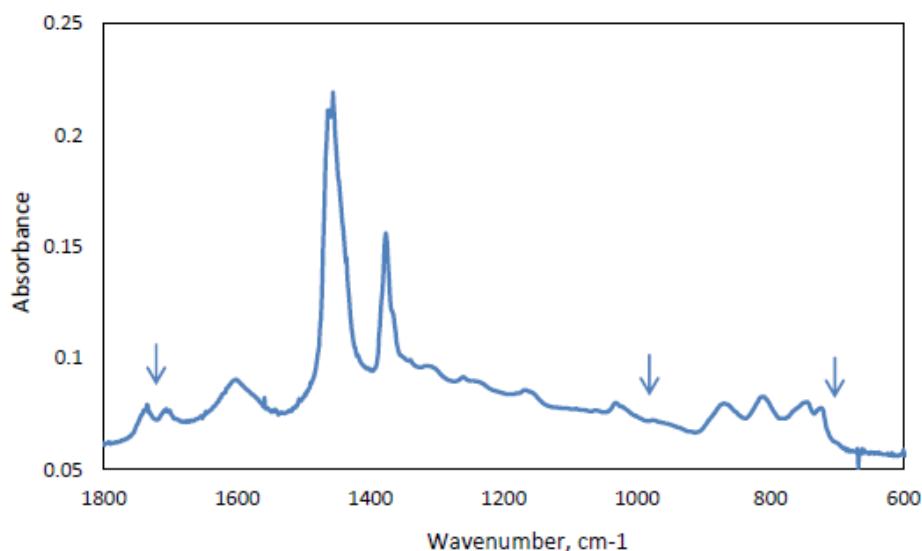
ei ole hea ja millel on probleeme väsimuskindlusega ning toimivusega madalatel temperatuuridel (ehk mis muutuvad rabedaks).

- Pikendatud PAV (LS-228, mPAV) võimaldab anda täpsema hinnangu sellele, kuivõrd kergelt bituumen eksploatatsioonis oksüdeerub. Samuti võimaldab pikendatud PAV hinnata erinevalt modifitseeritud sideainete tegelikku vastupanu vananemisele (tavaline PAV katse protseduur oma lühiajalisusest tingituna ei mõjuta näiteks SBSi omaduste muutusi bituumenis).

Lisaks eelnimetatutele määratakse bituumenite omadused ka standardsete PG nõuete kohaselt ning teostatakse ka MSCRi katse.

6.1. Keemiakatsed

Infrapunaanalüüsist (IR, joonis 6.1) saadud tulemused näitasid, et uuringusse kaasatud bituumenid ei sisaldanud polüstireeni, polübutadieeni ega polüisobutüleen (kasutatakse mootoriõlides). Bituumenitel A ja F olid väikesed karbonüüli piigid, mis tavaliselt viitavad tootmise käigus toimuvale puhumisele (oksüdeerumine), aga võivad viidata ka teadmata päritoluga lisandite sisaldusele.



Joonis 6.1. Nooltega on näidatud (vastakult paremale) karbonüüli ($1760\text{--}1655\text{ cm}^{-1}$), butadieeni ($983\text{--}955\text{ cm}^{-1}$) ja stireeni ($710\text{--}690\text{ cm}^{-1}$) piikide lainepikkuste asukohad.

Ontario ülikoolis tehtud **IRi** katsetulemused on esitatud tabelis 6.1, kus esitatud numbrid on saadud jagades individuaalse piigi pindala standardse metüleen (CH_2) piigiga vahemikus $3,121\text{ cm}^{-1}$ ja $2,746\text{ cm}^{-1}$. Seega ei ole tulemused numbriliselt võrreldavad joonisel 7.8 esitatuga (uuritavate bituumenite keemilise koostise aruandest), mis saadi teistsugust metoodikat kasutades.

Tabel 6.1

IRi katsetulemused Ontario ülikoolist. Esitatud numbrid on saadud jagades individuaalse piigi pindala standardse metüleeniga (CH_2) piigiga vahemikus $3,121\text{ cm}^{-1}$ ja $2,746\text{ cm}^{-1}$

Bituumeni proov	Karbonüüli indeks	Stüreeni indeks	Butadieeni indeks
A	0,0068	0,0000	0,0003
B	0,0020	0,0000	0,0000
C	0,0037	0,0000	0,0000
D	0,0000	0,0000	0,0003
E	0,0022	0,0000	0,0002
F	0,0062	0,0000	0,0003
G	0,0000	0,0000	0,0003

NMRi tulemused näitasid, et proovid ei sisalda polüfosforhapet (PPA) ega teisi fosforühendeid, mida leidub mootoriõlides. DOSY NMRi analüüs näitas, et bituumenid on puhtad peamistest lisaainetest, mida kasutatakse suurendamiseks bituumenite temperatuurivahemikku.

Samuti näitasid **XRF-i** tulemused, et proovid ei sisalda mootoriõlides kasutatavaid ühendeid (tsink ja molübdeen), millest nähtub, et uuringusse kaasatud bituumeneid sel viisil modifitseeritud ei ole. Tsinki looduslikult bituumenites ei esine, praegusel juhul avastatud väikesed tsingisisaldused tulenevad tõenäoliselt refineerimisprotsessist ja nafta torutranspordist.

XRFi elementkoostise tulemused on esitatud tabelis 6.2. Kõrge raudkloriidi sisaldus (FeCl_3) proovides E ja G viitab võimalusele, et nende bituumenite valmistamiseks on kasutatud raudkloriidiga puhumist.

Tabel 6.2

Ontario ülikoolis määratud elementkoostis XRFiga

Proov	Väävel	Vanaadium	Nikkel	Raud	Tsink	Mo
A	6453	3381	2579	1193	60	0
B	5425	953	2053	1174	51	0
C	5773	1587	2157	992	0	0
D	6016	1163	2378	1103	171	0
E	5400	919	1760	1819	180	0
F	7249	3786	2634	1158	155	0
G	6621	1407	2360	1834	270	0

Tabelis 7.1 (keemilise koostise aruanne) nähtub mõnevõrra teistsugust järjestust bituumenite elementkoostisele (numbrilised väärtused erinevad üksteisest erinevate ühikute tõttu). Arvatavaks põhjuseks on mõõtmismetoodikate erinevus – Ontarios kasutati kaasaskantavat Bruker Corporation XRF seadet, TTÜ Keemiainstituudis kasutati seadet Elementar VARIO Micro Cube CHNS-seades. Seetõttu on keemilise koostise mõõtmisel alati oluline ära märkida kasutatud mõõtmismetoodika.

6.2. Reoloogiakatsed

Ontarion ülikoolis tehtud PG tulemused on esitatud tabelis 6.3 *true grade* (st täpselt see temperatuur, mil katse piirväärtus ületatakse) numbritena, lisaks on näidatud temperatuurivahemik, milles bituumen suudab töötada. Bituumen E on tõenäoliselt puhutud, kuna temperatuurivahemik on 100 °C, mis omakorda ei ole vaakumdestillatsiooniga bituumenite puhul võimalik. Lisaks viitab sellele teistest 70/100 bituumenitest märgatavamalt madalam keskmine temperatuur (13,3 °C vs 18 °C).

Tabel 6.3

Ontario ülikoolis määratud bituumenite *true grade* ja temperatuurivahemikud

Proov	DSR ₀	DSR _{RTFO}	DSR _{PAV}	BBR _{S(60s)}	BBR _{m(60s)}	XX-II-YY	Temp. vahemik
A	64,4	63,0	17,7	-17,2	-20,6	63-18-27	90
B	64,4	62,7	17,7	-17,9	-17,9	63-18-28	91
C	64,1	63,5	18,5	-18,6	-18,1	64-19-28	92
D	61,6	61,6	18,2	-20,3	-19,8	62-18-30	91
E	68,6	70,0	13,3	-24,9	-21,3	69-13-31	100
F	56,3	55,9	12,6	-21,6	-23,5	56-13-32	88
G	53,9	52,9	14,6	-18,5	-20,7	53-15-29	82

Tabelis 6.3 kirjeldatud tulemustest ilmneb huvitav asjaolu, et 160/220 margiga bituumenid (F ja G) omavad võrreldes 70/100 margiga bituumenitest väiksemat töötemperatuuride vahemikku (82 kuni 88 °C võrreldes 90 kuni 100 °C). Samuti on bituumeni G alumise otsa PG mark sarnane 70/100 bituumenite alumise otsa PG markidega. Tabelis 6.3 esitatud tulemustes ei ole arvesse võetud pöörduva vananemise ilmingut, need tulemused on esitatud tabelis 6.5.

Multiple stress creep recovery (MSCR) viidi läbi hindamaks bituumenite vastupidavust pikiroobaste tekkele. Algselt polümeermodifitseeritud bituumenitele mõeldud test näitab häid tulemusi ka modifitseerimata bituumenite osas ning on laialt kasutuses, kuna võimaldab mõõta korduva rattakoormuse mõju. Katses võrreldakse 100 Pa ja 3200 Pa nihkepinge juures tekkivat elastselt taastuvat ja taastumatut roomekomponenti omavahel. Katsetemperatuurina kasutatakse PG ülemist või sellelähedast temperatuuri. Tulemused on esitatud tabelis 6.4, temperatuurina kasutati 52 °C.

Tabel 6.4

MSCRi tulemused tehtuna 52 °C juures

Proov	100 Pa		3200 Pa		Erinevus %	
	ER, %	J _{nr} , kPa	ER, %	J _{nr} , kPa	ER	J _{nr}
A	6,7	0,69	2,3	0,75	66	7,8
B	4,9	0,73	1,7	0,77	67	6,2
C	4,1	0,61	2,7	0,63	34	3,2
D	11,4	0,84	1,8	0,98	84	16
E	58,6	0,13	42,7	0,18	27	35
F	0	2,77	0	2,97	-	7,3
G	1	3,73	0	4,26	-	14

ER – elastne taastuvus (*ing. elastic recovery*), J_{nr} – taastumatu roomekomponent (*ing. non-recoverable creep compliance*)

MSCRi katses võrreldakse protsentuaalselt elastse taastuvuse ja taastumatu roomekomponendi muutust 100 ja 3200 Pa nihkepinge vahel. Mida väiksemad on erinevused, seda nihkekindlamad on bituumenid. Tabelist 6.4 nähtub, et mittetaastuva roome komponent kasvab kuni 35% (bituumen E) ja elastne taastuvus väheneb kuni 84% (bituumen D).

Vaadeldes bituumeneid konkreetsemalt nähtub, et E-l on kõige suurem mittetaastuva roome komponent, aga kõige väiksem elastse taastuvuse erinevus. Eelnevalt toodi välja, et bituumen E on tõenäoliselt puhutud, mille tulemusel on materjal jäigem, kui teised. Bituumenid F ja G ei oma elastset komponenti, kuna katse tehti 52 °C juures, mis on 160/220 bituumenite jaoks liiga kõrge temperatuur, et elastsust omada ning katse käigus muutusid need bituumenid voolavateks, omamata vastupanu roobaste tekkeks.

Tulemused näitavad, et uuritud bituumenid on polümeeridega modifitseerimata ja on üpriski nihketundlikud. Roobaste/pikideformatsioonide osas tuleks tähelepanu pöörata pigem asfaltbetooni omadustele (deformatsioonikindluse peaks tagama eelkõige asfaltbetooni mineraalne), kui üritada tagada seda omadust jäigema bituumeniga.

Tabelis 6.5 on esitatud **pikendatud BBRi** (LS-308, eBBR) lõpptulemused peale 1, 24 ja 72 h hoiustamist soovitud temperatuurist 10 ja 20 °C soojemal temperatuuril. Tulemustest selgub, et Vene päritolu bituumenid käituvad võrreldes Kanada kogemustele tuginedes keskmisest kuni halvani ehk neis tekib alumise temperatuuri vähenemine, st pöördub vananemine kohati üle 6 °C võrra. Venetsueela toornaftast pärit bituumenites alumise otsa temperatuuri vähenemist, st pöörduvat vananemist praktiliselt ei toimu.

Tabel 6.5

Bituumenite madala otsa temperatuurikaod vastavalt eBBRi katsele

Proov	PG temp.	LS-308 temperatuur, °C	LS-308 temperatuurikadu, °C
A	63-18-27	-26,9	0,3
B	63-18-28	-21,3	6,6
C	64-19-28	-23,1	5,0
D	62-18-30	-22,9	6,9
E	69-13-31	-24,2	7,1
F	56-13-32	-31,3	0,3
G	53-15-29	-23,3	5,1

DENTi (LS-299) tulemuste kohaselt tabelis 6.6 nähtub, et +5 °C (mis on Eestis teekatete aasta keskmiseks temperatuuriks) juures on enamus bituumeneid rabedad, ka +10 °C juures jäävad kaks bituumenit rabedateks. Kui bituumen on suutnud läbida ette antud temperatuuril katse, siis käitub materjal duktiilselt. Tulemustest nähtub, et Venetsueela bituumenid jäävad pigem pehmemateks, kuid Vene bituumenitel on probleeme rabedusega madalatel temperatuuridel. DENT-katse tulemustest selgub lisaks asjaolu, et Venetsueela päritolu bituumenite väsimuskindlus peaks olema (tuginedes FHWA ALF katsestendi tulemustele – joonis 4.21 ja Kanada kogemustele) parem, kui Vene päritolu bituumenitel.

Tabel 6.6

DENT-katse (LS-299) tulemused

Proov	XX-II-YY	5 °C		
		W _e , kJ.m ⁻²	B _{wp} , MJ.m ⁻³	CTOD, mm
A	63-18-27	Purunes (bituumen on rabe)		
B	63-18-28	Purunes (bituumen on rabe)		
C	64-19-28	Purunes (bituumen on rabe)		
D	62-18-30	Purunes (bituumen on rabe)		

Tabeli 6.6 jätk

E	69-13-31	Purunes (bituumen on rabe)		
F	56-13-32	24	0,48	15
G	53-15-29	Purunes (bituumen on rabe)		
Proov	XX-II-YY	10 °C		
A	63-18-27	25	0,53	14
B	63-18-28	Purunes (bituumen on rabe)		
C	64-19-28	Purunes (bituumen on rabe)		
D	62-18-30	16	0,70	9,3
E	69-13-31	16	0,21	10
F	56-13-32	14	0,14	20
G	53-15-29	17	0,45	13
Proov	XX-II-YY	15 °C		
A	63-18-27	16	0,34	17
B	63-18-28	16	0,47	12
C	64-19-28	16	0,43	13
D	62-18-30	11	0,31	13
E	69-13-31	8,2	0,29	10
F	56-13-32	6,3	0,02	26
G	53-15-29	8,3	0,04	23

W_e – essential work, W_p – plastic work, CTOD – critical crack-tip opening displacement

Mõõtmaks bituumenite vastupidavust oksüdeerumisele, kasutatakse Ontarios tavalise PAVi asemel modifitseeritud PAVi (**mPAV, LS-228**), mille käigus viiakse katse läbi 20h asemel 40h (katse nimetus PAV₄₀ ja metoodika kirjeldus LS-228). Uuringud on näidanud, et modifitseeritud meetod kajastab tegelikku bituumeni vananemist oluliselt paremini [peatüki nr 7 kasutatud kirjandus nr 3]. Eesmärgiks on näha, kuivõrd bituumen muutub aja jooksul jäigemaks. Tulemused on näidatud tabelis 6.7.

Tabel 6.7

mPAV ehk modifitseeritud pikaajalise oksüdeerumise testi tulemused

Proov	RTFO/PAV ₂₀			PAV ₄₀			Erinevus		
	XX	II	YY	XX	II	YY	XX	II	YY
A	68	18	-27	77	23	-27	14	5	0
B	63	18	-28	77	22	-26	14	4	2
C	64	19	-28	78	21	-26	14	2	2
D	62	18	-30	77	20	-28	15	2	2
E	69	13	-31	93	16	-28	24	3	3
F	56	13	-32	69	13	-31	13	0	1
G	53	15	-29	63	16	-28	10	1	1

On selge, et kõik bituumenid muutuvad oksüdeerumise jooksul jäigemaks, mis omakorda väljendub PG ülemise otsa temperatuuriklassi tõusus. Kõige enam muutuks eksploatatsioonis jäigemaks arvatavasti puhumisprotsessiga toodetud bituumen „E“, mille ülemise otsa temperatuur tõuseb lausa 24 °C võrra. See selgitab ka olukorda, miks puhutud bituumenid on altimad temperatuuripragude tekkele ning miks puhutud bituumenite kasutamisel jäävad teekatete eluead võrreldes otse destillatsiooniprotsessist tulnud bituumenitega lühemaks.

6.3. Järeldused Ontario ülikoolis sooritatud katsetustest

Uuritud bituumenid ei sisalda kahjulikke lisandeid (PPA, vanad mootoriõlid jne) ega polümeere (SBS). Venetsueela bituumenite karbonüüli piigid 1700 cm^{-1} juures viitavad, et materjal võib olla modifitseeritud või saastunud teadmata lisandiga. Seoses kahjulike/mittesoovitavate lisainete avastamisega, nõutud lisainete olemasolu kontrollimisega (SBS) ja nägemaks, kas bituumenid on puhutud, oleks mõistlik uurida bituumeneid Eestis edaspidigi kasutades IRi ja XRFi. Nimetatud katsed on kordades kiiremad ja odavamad, kui püüdes uurida lisandite olemasolu reoloogiliste katsetega.

Uuritud füüsilise jäigenemise (pöörduv vananemine ehk alumise otsa temperatuuri halvenemine) suurus eBBRiga (LS-308) ulatusid uuringusse kaasatud bituumenite hulgas väga vähesest (Venetsueela bituumenitel 0,3 °C) kuni suhteliselt kõrgeni (Vene bituumenitel vahemikus 5,0 kuni 7,1 °C). Suurem kui 6 °C temperatuurikadu vähendab tõenäosust, et külmal talve ei teki kattes pragusid 98%-lt vähem kui 50 %-ni. DENT (LS-299) tulemused olid üldiselt kooskõlas eBBR (LS-308) omadega. Vananemiskatse LS-228-ga (mPAV) näitas, et uuritud bituumenid ei ole väga tundlikud oksüdeerumisele, välja arvatud bituumen „E“, mille ülemise otsa PG temperatuur tõusis 24 °C.

Ontario piirkonnas tehtavad testid näitasid, et uuritavad bituumenid erinesid üksteisest oluliselt, eriti mis puudutab omaduste säilimist ajas – nii oksüdeerumise vastu kõrgematel temperatuuridel, kui füüsilise jäigenemise vastu külmades temperatuurides.

7. Uuringusse kaasatud bituumenite keemiline koostis

Peatükk käsitleb uuringusse kaasatud bituumenite keemilise koostise mõõtmist TTÜ Keemiainstituudis. Mõõtmised teostas Maria Kulp, Ph.D. Kirjeldatud on bituumenite keemilist koostist ning selle muutusi peale lühi- (ing. k. *short-term aging*, ehk vananemine peale RTFOT katset) ja pikemaajalist laboratoorset vanandamist (ing. k. *long-term aging*, ehk vananemine peale RTFOT katset ning sellele järgnenud PAV katset). Peatükis väljatoodud informatsioon on kokkuvõtte põhjalikumast inglisekeelsest aruandest.

7.1. Uuringusse kaasatud bituumenite elementkoostis

Bituumenite elementkoostis mõõdeti seadmega Elementar VARIO Micro Cube CHNS seades.

Bituumenite elementkoostis sõltub peamiselt nafta päritolust ja mõnevõrra ka tootmisprotsessi iseärasustest ning erisused erinevatest lähtekohtadest pärit bituumenite vahel ilmnevad ka käesolevasse uuringusse kaasatud bituumenite elementkoostiste võrdlemisel (kõikide bituumenite elementkoostis ja vaadeldud metallide sisaldused on esitatud tabelis 7.1).

Kõikide uuringusse kaasatud bituumenite toorme päritolu kohta kindel informatsioon puudub, kuid teatava kindlusega saab väita, et bituumenid tähistusega A (mark 70/100) ja F (mark 160/220) on pärit Venetsueela toornaftast, mille elementkoostises on vanaadiumi ja magneesiumi sisaldus märkimisväärselt suurem ning nikli sisaldus mõnevõrra suurem võrreldes teiste bituumenitega. Kõrge vanaadiumi sisaldus on üks indikaator bituumeni Venetsueela päritolule (joonis 3.4). Bituumenid B, C, D, E, G päritoluks on Venemaa nafta ning selle väite aluseks on asjaolu, et bituumen tähistusega D saadeti töörühmale Venemaal asuvast naftatöötlemistehasest, järelikult selle päritolu on teada. Bituumenite B, C, D, E, G elementkoostised on omavahel sarnased.

Põlevkivibituumen (tähistus H) erineb naftabituumenitest märkimisväärselt. Suurim erinevus ilmneb väävli ja hapniku sisaldustes, mis võrreldes naftabituumenitega on pea kuuekordsed. Lisaks on põlevkivibituumeni H/C suhe naftabituumenitega võrreldes mõnevõrra madalam, mis viitab aromaatsete süsivesinikstruktuuride suuremale osakaalule bituumenis.

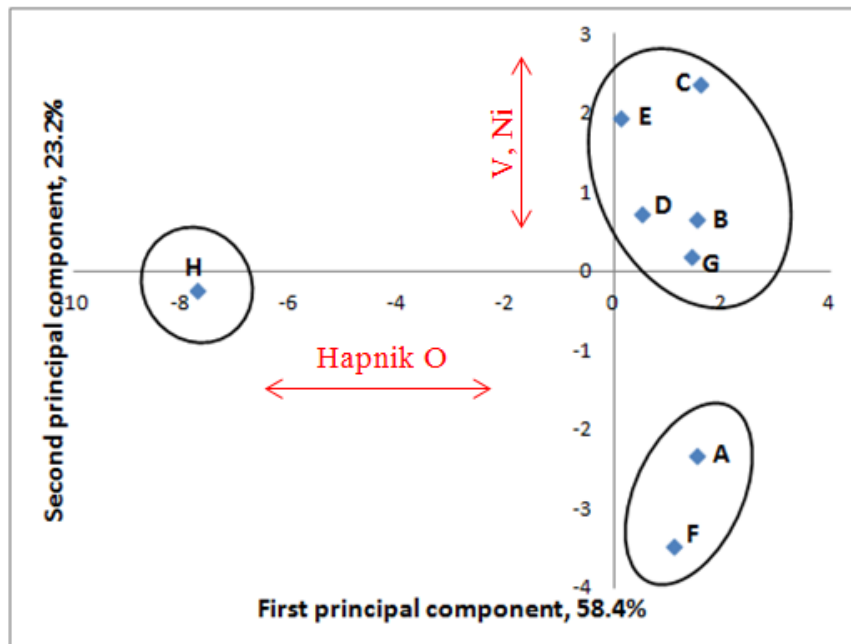
Tabel 7.1

Uuringusse kaasatud bituumenite elementkoostis TTÜ Keemiainstituudi alusel

Bituumen	A	B	C	D	E	F	G	H
C (%)	85.17	85.54	85.29	85.29	85.34	85.07	85.23	84.02
H (%)	10.33	10.51	10.46	10.50	10.49	10.39	10.61	8.99
N (%)	0.56	0.56	0.53	0.52	0.47	0.51	0.53	0.16
S (%)	2.99	2.56	2.95	2.82	2.68	2.99	2.84	0.47
O* (%)	0.95	0.84	0.77	0.88	1.01	1.04	0.79	6.35
H/C (atomic)	1.46	1.47	1.47	1.48	1.48	1.47	1.49	1.28
V, ppm	701.9	184.9	285.1	207.3	177.8	649.9	248.0	0.2
Ni, ppm	74.0	48.8	51.9	47.5	36.5	60.5	49.3	1.9
Fe, ppm	17.6	27.8	63.4	33.4	45.7	15.0	78.6	15.5
Na, ppm	22.2	31.4	22.8	13.7	12.9	18.7	20.8	2.2
Mg, ppm	15.2	1.8	1.5	4.7	1.5	24.9	0.9	2.5
Ca, ppm	7.9	5.3	3.4	7.8	4.0	6.8	4.1	22.6
Cu, ppm	0.39	0.59	0.97	0.59	0.67	0.31	0.33	0.39
Pb, ppm	0.09	0.07	0.13	0.16	0.39	0.10	0.10	0.22
Cd, ppm	0.02	0.02	0.03	0.02	0.02	0.01	0.01	0.02

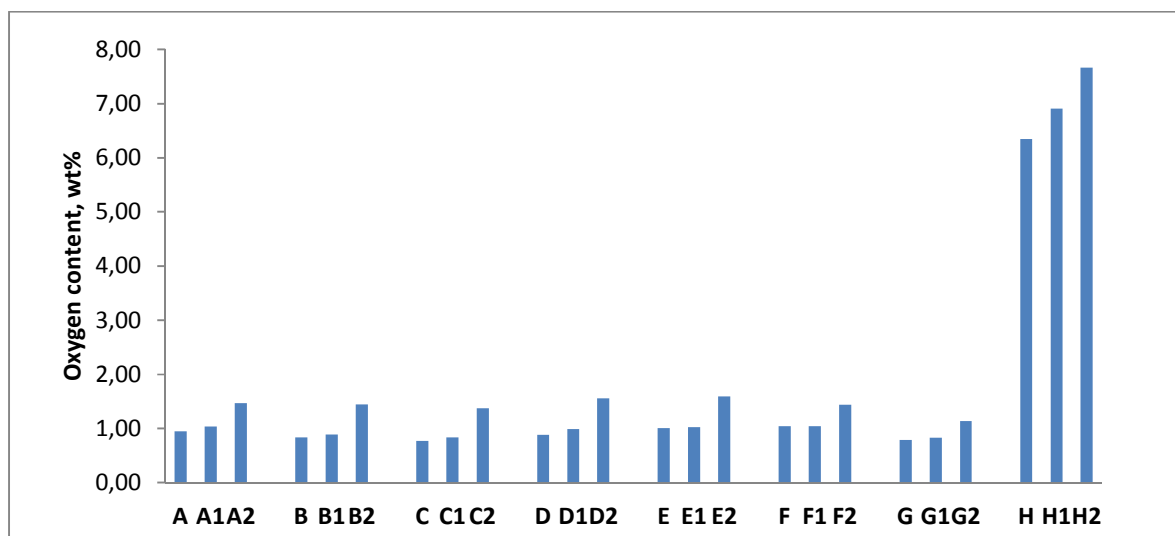
Märkus: *- Arvutuslik väärtus, mis arvutati erinevuste alusel

Bituumenite elementkoostist uuriti ka peakomponentanalüüsi meetodiga (PCA – *Principal component analysis*) ning tulemus on kujutatud joonisel 7.1, mille horisontaalteljel on asetseb bituumenite hapniku ning vertikaalteljel vanaadiumi ja nikli sisaldus. Peakomponentanalüüsi andmete põhjal eristub kolm gruppi – Eestist pärit põlevkivist toodetud bituumen tähistusega H; Venetsueela naftast toodetud bituumenid tähistusega A ja F ning Venemaa naftast toodetud bituumenid B, C, D, E, G.



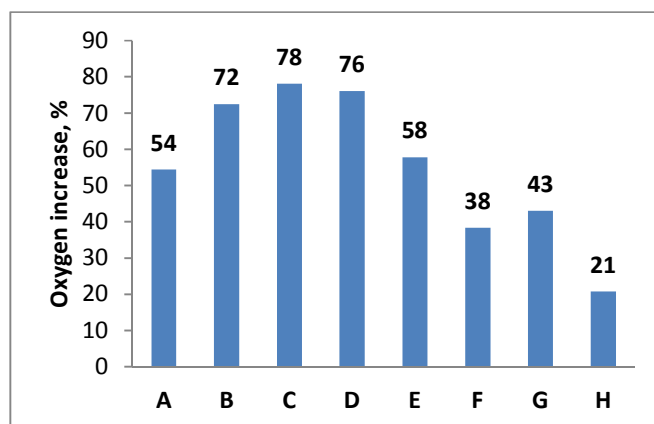
Joonis 7.1. Tabeli 7.1 andmete põhjal teostatud peakomponentide analüüsi tulemus. Horistonaaltelg iseloomustab bituumenite hapnikuühendi sisaldust ning vertikaaltelg vanaadiumi ja nikli sisaldust.

Uuringu raames vaadeldi ka muutusi bituumenite elementkoostises peale lühiajalist (RTFOT) ja pikaajalist (RTFOT+PAV, edaspidi PAV) laboratoorset vanandamist. Laboratoorsete vanandamismeetoditega kiirendatakse bituumenite oksüdeerumisprotsessi ning seetõttu on võimalik vaadelda bituumenite hapnikuühendi sisalduse kasvu elementkoostises. Hapnikuühendi sisalduse muutust/kasvu erinevate vanandamisetappide (RTFOT, PAV) järel bituumenite lõikes on kujutatud joonisel 7.2.



Joonis 7.2. Hapnikuühendi sisalduse kasv bituumenite elementkoostises peale RTFOT ning PAV vanandamist. Tähtis ilma numbrita – vanandamata bituumen; tähistus koos numbriga 1 – RTFOT vanandatud bituumen; tähistus koos numbriga 2 – PAV vanandatud bituumen.

Joonisel 7.3 on võrreldud tavabituumeni ja PAV-vanandatud bituumeni hapnikuühendi protsentuaalset juurdekasvu. Tavabituumenite ja RTFOT-vanandatud bituumenite puhul on näha, et hapniku sisalduse kasv pole olnud märkimisväärne, seevastu PAV-vanandatud bituumenite hapniku sisaldus on arvestataval hulgal kasvanud.



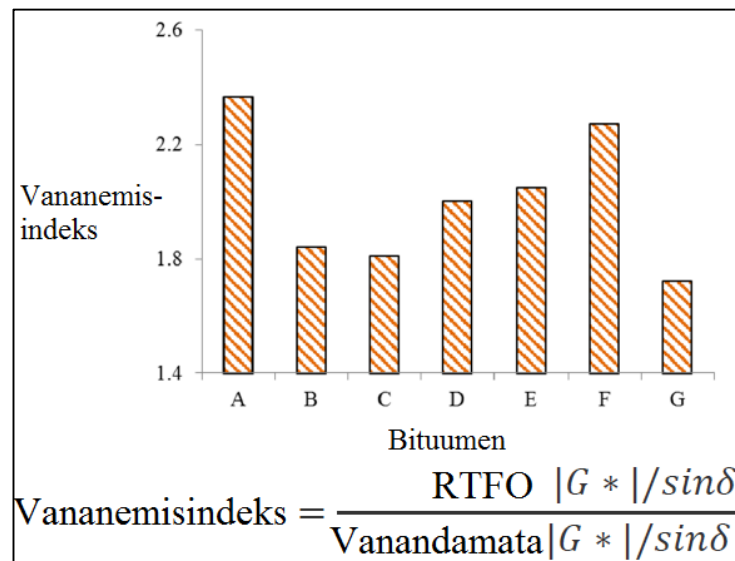
Joonis 7.3. Hapnikuühendi juurdekasv peale PAV-vanandamist bituumenite lõikes.

Põlevkivibituumeni hapnikuühendi juurdekasv on olnud kõige tagasihoidlikum (21%). Venetsueela bituumenid, milles on teistega võrreldes suurem vanaadiumi sisaldus ning mis omakorda võib soodustada intensiivsemat oksüdeerumist, on hapniku sisalduse kasvu põhjal muutunud keskmises ulatuses (ca 45%). Venemaa päritolu bituumenite hapnikuühendi kasvud elementkoostises jäävad vahemikku 43% kuni 78%.

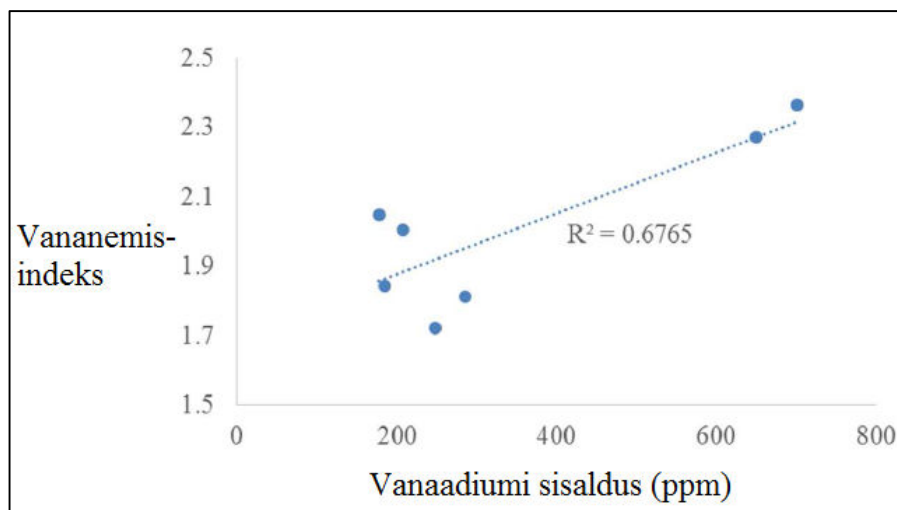
Vananemise mõju vaadeldi lisaks hapnikuühendi kasvule ka reoloogilisest aspektist ning arvutati välja vananemisindeks lähtudes $G^*/\sin\delta$. Vananemisindeksi leidmiseks leiti suhtarv vanandamata ja

vanandatud bituumeni vahel. Mida suurem suhtarv, seda jäigemaks bituumen pärast RTFO-d muutus ehk seda rohkem see vananes. Tulemused on esitatud joonisel 7.4, mille kohaselt oli suurim vananemisindeks hoopis Venetsueela bituumenitel. Sellega seoses paistab silma Venetsueela bituumenite kõrgem vanaadiumi sisaldus. Teaduskirjanduses on viidatud võimalusele, et vanaadium on üks komponent, mis kiirendab bituumeni vananemisprotsessi (ingliseelse keemiaaruande viidatud allikas nr 2). Joonisel 7.5 on kujutatud seost vanaadiumisisalduse ja reoloogilise vananemisindeksi vahel.

Oksüdeerumisprotsessi võivad mõjutada ka vanandamata bituumeni karbonüülindeksid, mis Venetsueela bituumenitel olid teistest kõrgemad (joonis 7.8).



Joonis 7.4. Uuringusse kaasatud bituumenite vananemisindeksid ja selle arvutamiseks kasutatud valem.



Joonis 7.5. Uuringusse kaasatud bituumenite vananemisindeksite ja vanaadiumisisalduse seos

7.2. Bituumenite infrapunasppektrid

Mõõtes bituumeniproovi infrapuna neelduvust erinevatel lainearvudel, on võimalik koguda täiendavat informatsiooni süsivesinikühendite koostise ja funktsionaalrühmade kohta. Joonisel 7.6 on esitatud kolme erineva päritoluga (Venetsueela, Venemaa, Eesti põlevkivibituumen) bituumenite infrapunasppektrid lainearvude vahemikus $4000\text{--}400\text{ cm}^{-1}$. Suuremad neelduvused on täheldatavad lainearvude 2924, 2855, 1458 ja 1376 cm^{-1} juures ning need viitavad alifaatsetele⁴ (benseenitsükli orgaanilised ühendid) C-H sidemete, -CH_2 ja -CH_3 võnkumistele. Eelpool nimetatud lainearvudel neelduvusi esineb väikese nihkega kõikidel bituumeniproovidel, k.a. põlevkivibituumenil.

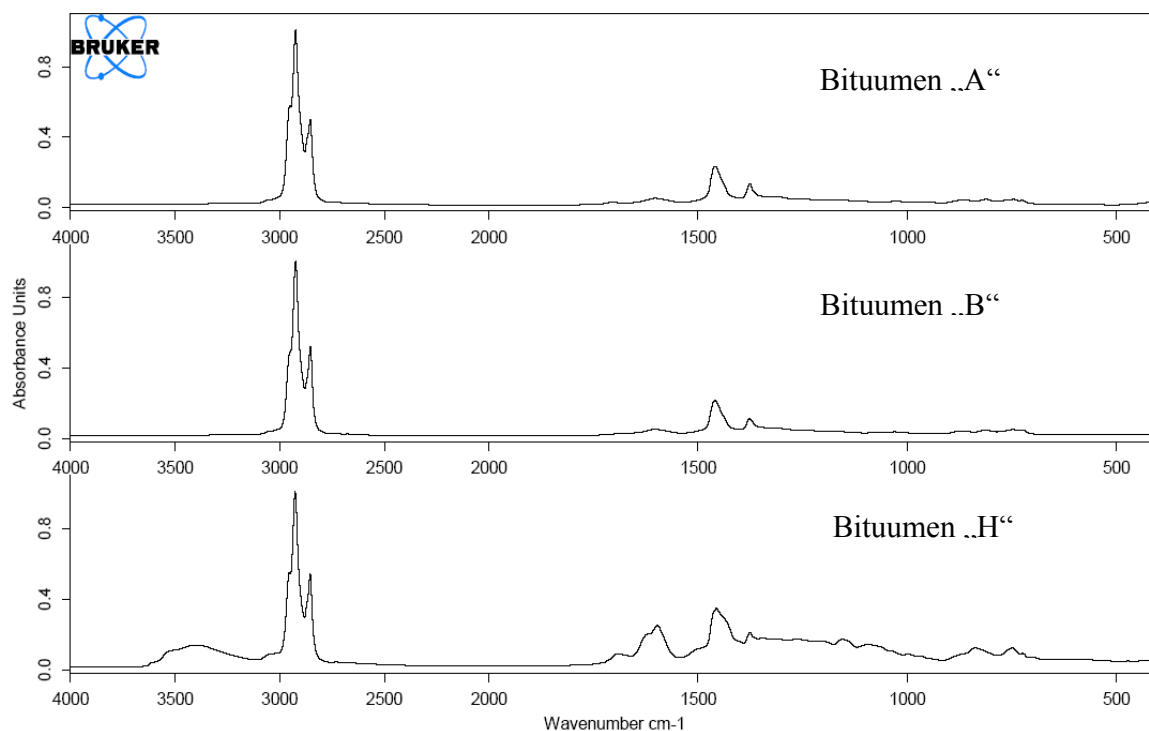
Kõikidel bituumeniproovidel esineb neelduvusi ka lainearvudel 2855, 1601, 1458, 1376 cm^{-1} , mis on seotud vastavalt C-H sidemete valentsvõnkumisega⁵ -CH_3 struktuuris, kaksiksidemega ühendatud süsinike struktuuris ($\text{C}=\text{C}$) ning C-H sidemete deformatsioonvõnkumisega⁶ -CH_2 ning CH_3 struktuuris. Lainearvudel 1601, 1029, 812 ja 747 cm^{-1} esinevad neelduvused on samuti vaadeldavad kõikidel proovidel ning see iseloomustab aromaatses ühendi küljes asuvaid -CH_3 ühendeid/kõrvalharusid. Piigid vahemikus 1000 kuni 1300 cm^{-1} on seotud väävlit sisaldavate sidemetega.

Põlevkivibituumeni puhul on täheldatavad väga intensiivsed piigid lainearvudel 1601, 810, 755, 3052 cm^{-1} , mis viitavad suuremale aromaatses ühendite sisaldusele (nn PAH ühendid) põlevkivibituumenis võrreldes naftabituumenitega. Põlevkivibituumeni karbonüülrühma piik on samuti intensiivsem, kui naftabituumitel ning selge erinevus võrreldes naftabituumenitega ilmneb vahemikus $3200\text{--}3500\text{ cm}^{-1}$. Neeldumine selles vahemikus viitab hüdroksüülrühmade olemasolule, mida kinnitab ka hapniku kõrgem sisaldus põlevkivibituumeni elementkoostises võrreldes naftabituumenitega.

⁴ Alifaatne ühend – benseeniringita orgaaniline ühend

⁵ Valentsvõnkumine – sidemetevaheline pikisuunaline võnkumine

⁶ Deformatsioonvõnkumine – sidemetevaheliste ühenduste nurga muutumine



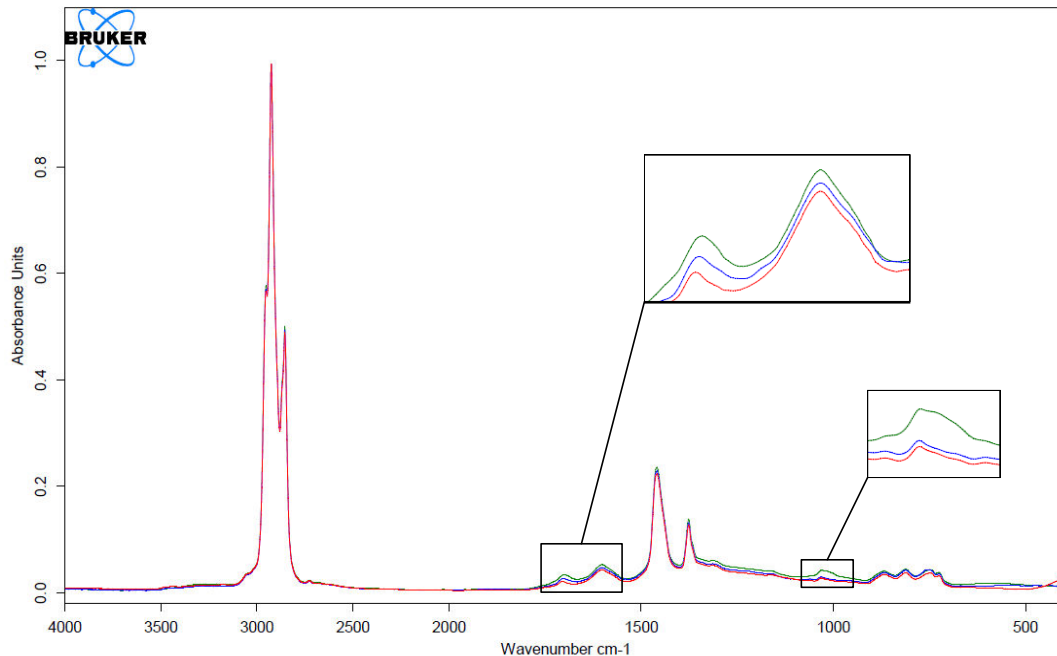
Joonis 7.6. Erinevat päritolu bituumenite infrapunaspektrid

Bituumeni oksüdeerumise seisukohalt on kõige enam mõjutatav neeldumine piirkonnas 1700 cm^{-1} , kus on võimalik registreerida karbonüüli (süsiniku küljes kaksiksidemega hapnik, $\text{C}=\text{O}$) arenemist ja 1029 cm^{-1} , kus on võimalik registreerida sulfoksiidi (väävli küljes kaksiksidemega hapnik, $\text{S}=\text{O}$) arenemist. Joonisel 7.7 on esitatud bituumeni „A“ karbonüüli ja sulfoksiidi piikide areng peale RTFOT ja PAV katseid. Joonistel 7.8 ja 7.9 on esitatud kõikide uuringusse kaasatud bituumenite karbonüülide ja sulfoksiidide arengut iseloomustavad andmed.

IRi oksüdeerumisega seotud tähtsamad piigid ja nende tähendused (väävel on kõige enamesinev polaarne aatom, mis esineb sulfiidide, thioolide ja väiksemal hulgal sulfooksiididena. Hapnik sisaldub ketoonides, fenoolides ja väiksemal hulgal karboksüülhapetes. Lämmastik on tavaliselt pürroololistes struktuurides ja ka 2-kinoloonides):

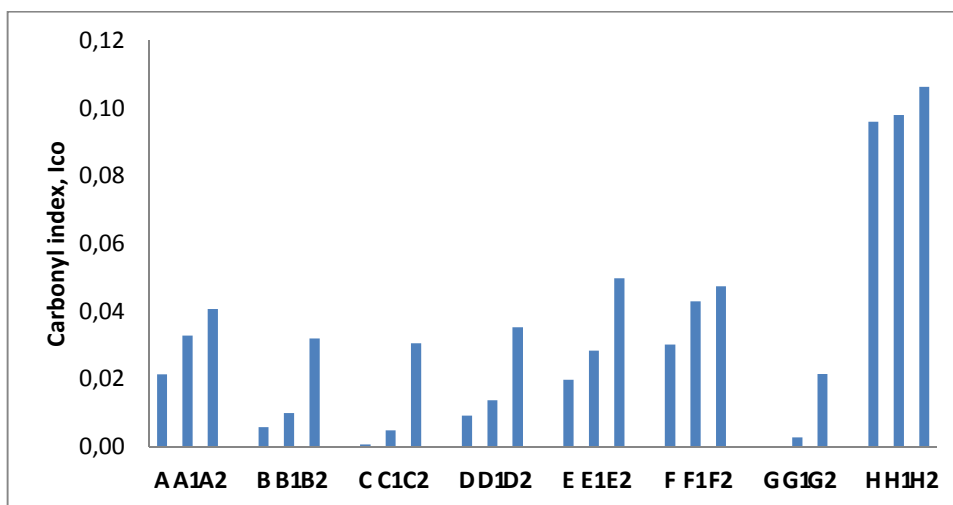
- Fenoolid ja pürroolid on lainepikkuse vahemikus 3610 cm^{-1} ja 3480 cm^{-1} ;
- Karboksüülhapped ja 2-kinoloontüübid on vahemikus 1700 ja 1600 cm^{-1} . Nende eristamine on väga komplitseeritud, kuna kattuvad teiste ühenditega suurel määral, näiteks ketoonid on 1700 cm^{-1} peal. Ka dikarboksüülised anhidriidid on moodustunud oksüdeerumisel ning nende neeldumine toimub $1725\text{--}1765\text{ cm}^{-1}$ ja on seetõttu äärmiselt raskelt eristatavad. Kokkuvõttes leidub piirkonnas 1700 cm^{-1} karbonüüle (süsiniku küljes kaksiksidemega hapnik, $\text{C}=\text{O}$);
- Oksüdeerumisel tekkinud sulfoksiidid on lainepikkusel 1029 cm^{-1} ;

- Oksüdeerumisel tekkinud alifaatsed ja aromaatsed süsivesikud on lainepikkustel 3000, 1400 cm^{-1} ja 900 kuni 700 cm^{-1} ;



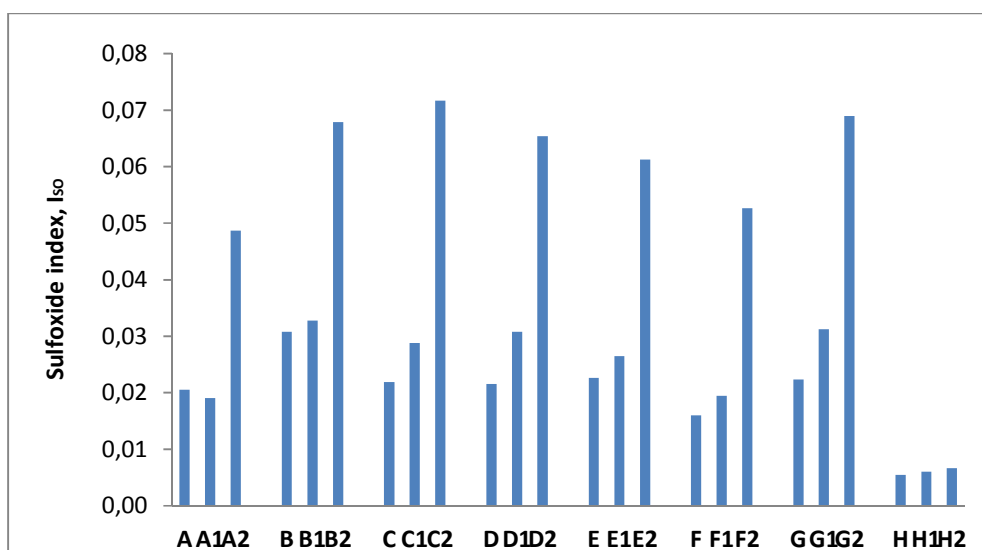
Joonis 7.7. Bituumeni "A" infrapunasppekter (punane joon - tavabituumen; sinine joon - RTFOT vanandatud; roheline joon - PAV vanandatud).

Karbonüüli ja sulfoksiidi piigi intensiivsus kasvab iga laboratoorse vanandamisetapi tulemusena ning osadel bituumenitel on näiteks algne karbonüüli piigi suurus märkimisväärselt suurem, kui teistel ning see võib olla tingitud bituumeni tootmisprotsessi eripäradest (nt „puhumine“ tootmisel, et tõsta sideaine viskoossust).



Joonis 7.8. Bituumenite karbonüüli funktsionaalrühma (C=O) areng enne ja peale RTFOT ning PAV vanandamist.

Kõige kõrgem karbonüülindex vanandamata bituumenite hulgas esineb põlevkivibituumenil ning seda kinnitavad ka elementkoostise andmed. Kõige madalama karbonüüli sisaldusega bituumenid on G (mark 70/100) ja C (mark 160/220), mis pärinevad mõlemad samalt tootjalt.



Joonis 7.9. Bituumenite sulfoksiidi funktsionaalrühma (S=O) areng enne ja peale RTFOT ning PAV vanandamist.

Venemaa päritolu bituumenitel toimub sulfoksiidi piigi areng mõnevõrra kiiremini võrreldes teiste bituumenitega. Elementkoostise katseandmete selgus, et põlevkivibituumeni koostises on väevli sisaldus madal ning sulfoksiidi piigi areng on seetõttu samuti tagasihoidlik.

7.3. Uuringusse kaasatud bituumenite küllastunud ühendite uurimine GC-MS meetodil

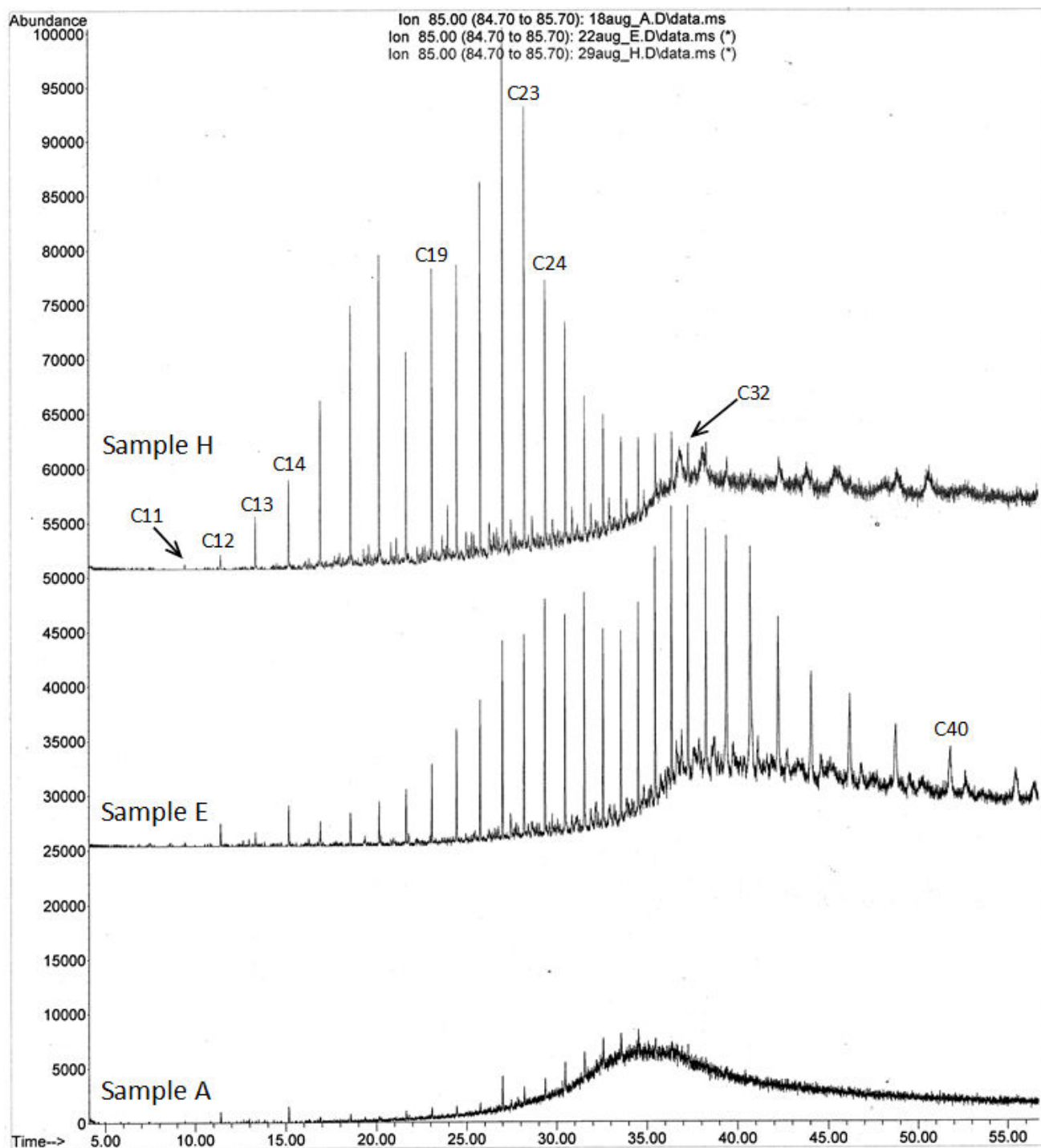
Uuringusse kaasatud bituumenitest eraldatud küllastunud ühendeid uuriti gaaskromatograaf-mass-spektromeetria analüüsi meetodiga (GC-MS). Küllastunud ühendite ekstraheerimisprotsessi on täpsemalt kirjeldatud aruande inglisekeelses lisas. Erinevast lähtekohast pärit bituumenite küllastunud ühendite profiil on märkimisväärselt erinev (joonis 7.10) ning küllastunud ühendites sisalduvate alkaanide⁷ ahelapikkused on samuti päritolu ja tootmistehaste lõikes erinevad.

Venetsueela päritolu bituumenite (tähistusega A ja F) küllastunud ühendite koostises on väga vähe *n*-alkaane võrreldes põlevkivibituumeni ja Venemaa naftabituumenitega. Põlevkivibituumeni küllastunud ühendite hulgas on alkaanide süsinikahela pikkuseks kuni C₃₂ ning enim eksisteerib C₂₂-C₂₃ süsinikahelaga lineaarseid ühendeid. Venemaa bituumenite koostises eksisteerib rohkem pikema süsinikahelaga alkaane (C₂₅-C₄₀) ning enim esineb C₃₂ ahelapikkusega ühendeid.

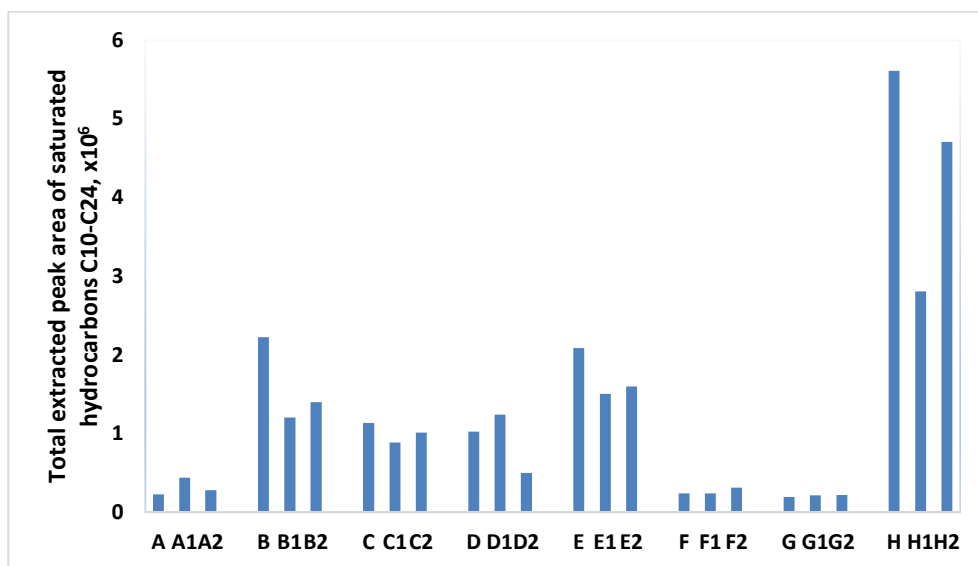
Joonisel 7.11 on esitatud poolkvantitatiivse meetodiga mõõdetud lühikese ahelapikkusega (süsinikahela pikkused vahemikus C₁₁-C₂₄) küllastunud ühendite sisaldus bituumenites ning joonisel 7.12 on esitatud pika ahelapikkusega (süsinikahela pikkused vahemikus C₂₅-C₄₀) küllastunud ühendite sisaldus bituumenites. Võrreldes joonistel 7.11 ja 7.12 esitatud andmeid, selgub, et põlevkivibituumeni küllastunud ühendite hulgas on ülekaalus pigem lühema ahelaga üendid, samas kui Venemaa päritolu bituumenites on ülekaalus pikema ahelaga üendid. Venetsueela bituumenite hulgas on hargnenud või lineaarse ahelaga küllastunud ühendite sisaldus märkimisväärselt madalam.

Pikk ahelapikkus mõjutab bituumeni pikaajalist vastupidavust madalatel temperatuuridel (põhjustab peatükis 3.3.4 kirjeldatud pöörduvat vananemist).

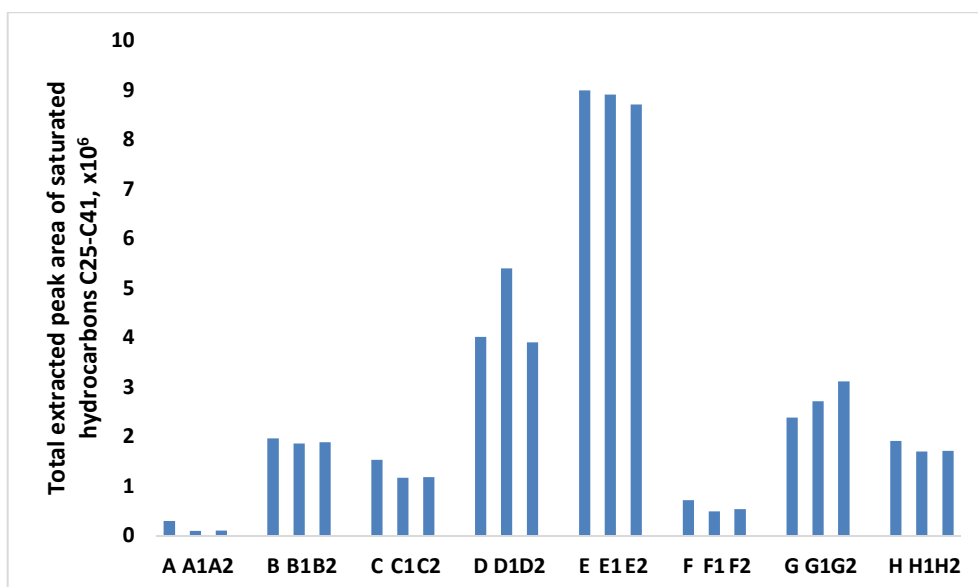
⁷Süsiniku ja vesiniku üendid, mille molekulides on süsiniku aatomid omavahel seotud kovalentse üksiksidemega.



Joonis 7.10. Põlevkivibituumeni (H), Venemaa päritolu naftabituumeni (E) ning Venetsueela päritolu naftabituumeni (A) küllastunud ühendite võrdlus. Intensiivsed piigid iseloomustavad alkaanide kogust ja süsinikahela pikkust.



Joonis 7.11. Lühikese ahelapikkusega (C₁₁-C₂₄) alkaanide sisaldus küllastunud ühendite hulgas.



Joonis 7.12. Pika ahelapikkusega (C₂₄-C₄₀) *n*-alkaanide sisaldus küllastunud ühendite hulgas.

7.4. Vaha sisaldus

Vaha sisaldus määrati TTÜ Polümeeride instituudis kasutades DSC-seadet (ing. *differential scanning calorimetry*, joonis 7.13). Tegemist on termoanalüütilise mõõtetehnikaga, millega mõõdetakse vajalikku soojahulka tõstmaks uuritava proovi temperatuuri võrreldes referentsprooviga. DSC on levinud seade polümeeride termiliste üleminekute mõõtmiseks, mille võrdlemisel saab eristada erinevaid materjale omavahel. Sulamis- ja klaasistumistemperatuur on ühed põhilistest väljuvatest ja huvipakkuvatest andmetest.



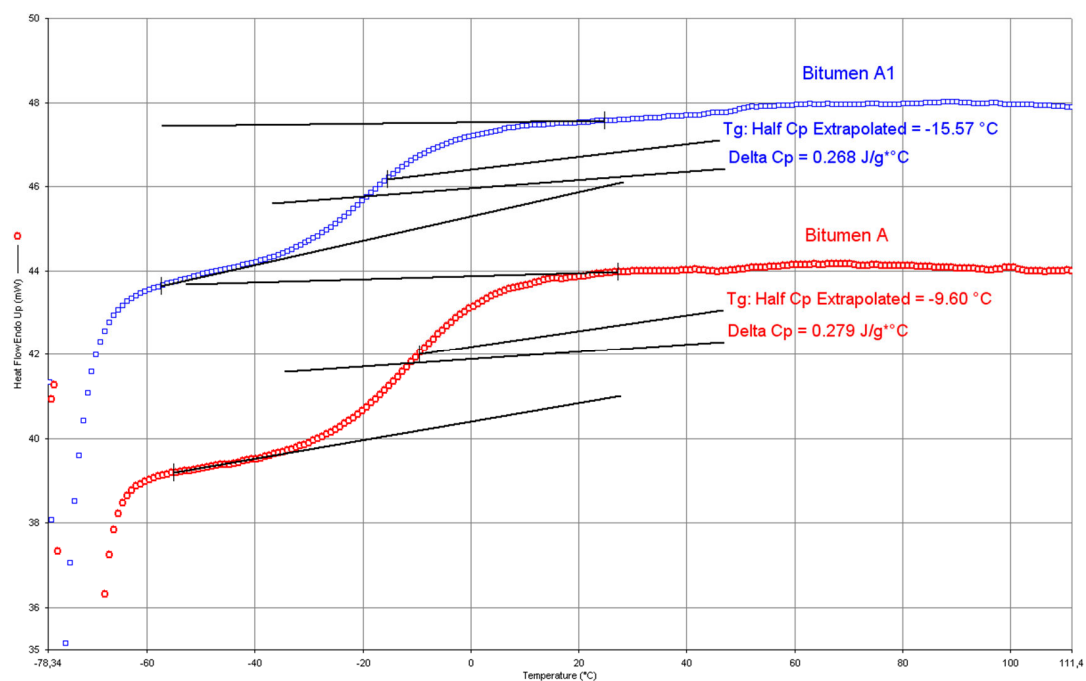
Joonis 7.13. DSC seadme katsekamber. Ühte silindrisse paigutatakse uuritav materjal ning teine jääb tühjaks ehk see on referentsnäiduks [Wikipedia].

Vaha mõõtmisel kasutatud parameetrid saadi peatüki 3 viidatud allikast nr 10. Katse teostamiseks kasutati 15 mg bituumeniproovi, mis suleti hermeetiliselt DSC anumasse (joonis 7.13). Tühja konteinerit kasutati referentsandmeks. Proovikeha kuumutati 120 °C juurde ja hoiti sel temperatuuril 15 min. Seejärel alustati proovi jahutamist kuni -80 °C kiirusega 10 °C/min. Vaha sisaldus arvutati endotermilisest piigist kasutades järgnevat valemit ning referentsina konstantset entalpiat (termodünaamilise süsteemi siseenergia) 121,3 J/g.

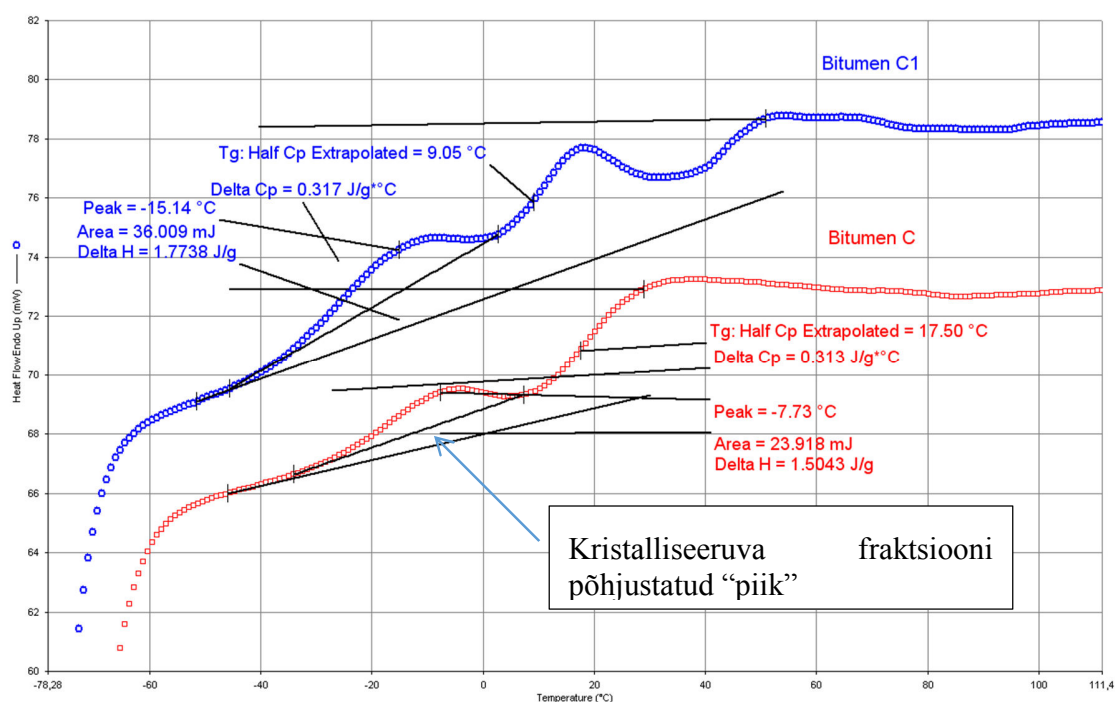
$$\text{vaha sisaldus (\%)} = \text{sulamise entalpia} / 121,3 * 100$$

DSC mõõtetulemused bituumeni A (Venetsueela) ja C (Venemaa) osas on esitatud joonistel 7.14 ja 7.15.

Vaha protsentuaalne sisaldus uuringusse kaasatud bituumenite osas on esitatud tabelis 7.2, millest nähtub, et Venetsueela bituumenid vaha praktiliselt ei sisalda, mis on kooskõlas kirjanduses esitatuga. Uuringusse kaasatud Vene bituumenitel leidub vaha kuni 1,5%. On pakutud, et teebituumenites ei tohi vahasisaldus ületada 3,0% [peatüki 3 viidatud allikas nr 10], mõned riigid, näiteks Hiina, on seadnud kõrge liiklussagedusega teede puhul piiri 2,2% [peatüki 3 viidatud allikast nr 8] või isegi väiksema sisalduse peale. Tabelist nähtub ka, et õlidega modifitseerimine on tõstnud bituumenite vahasisaldust, mis on samuti hästi kooskõlas kirjanduses esitatuga [peatüki 3 viidatud allikast nr 4]. Kuna vaha sisalduse määramine on komplitseeritud, tuleks tabelis 7.2 esitatud andmeid võtta indikatiivse näitajana, mitte absoluutarvudena.



Joonis 7.14. Bituumeni A DSC mõõtetulemus. A – puhas bituumen ja A1 – õliga modifitseeritud bituumen (tabel 5.6).



Joonis 7.15. Bituumeni C DSC mõõtetulemus. C – puhas bituumen ja C1 – õliga modifitseeritud bituumen (tabel 5.6).

Tabel 7.2

Uuringusse kaasatud bituumenite vaha sisalduse DSC-metodil

Bituumen	T _g , °C	ΔC_p , J/g*°C	T _m , °C	T _m , °C	ΔH , J/g	Vaha %
A	-9,6	0,27	-	-	-	-
A1	-15,6	0,27	-	-	-	-
B	11,5	0,32	-14,5	-	1,5	1,2
B1	2,2	0,23	-13,5	-	2	1,6
C	17,5	0,31	-7,7	-	1,5	1,2
C1	9	0,32	-15,1	-	1,8	1,5
D	4,5	0,43	-16,8	-	1,1	0,9
D1	7,4	0,23	-19,2	-	1,8	1,5
E	-3,3	0,33	-23,7	-	1	0,8
E1	-3,9	0,33	-25,8	-	1,9	1,6
E2	-3,9	0,33	-25,8	-	1,9	1,6
F	-17,9	0,24	-	-	-	-
F1	-21,3	0,26	-	-	-	-
G	15,9	0,34	-9,4	-	1,8	1,5
G1	7,4	0,27	-15,1	-	2,7	2,2
H	-14,8	0,41	-	-	-	-

7.5. Kokkuvõte bituumeni keemiast

Elementanalüüsi abil määratakse eelkõige bituumenite päritolu ehk „*fingerprint*“ („sõrmejalg“), mille abil nähti, et kaks uuringusse kaasatud bituumenit pärinevad Venetsueelast (A ja F), üks Eestist (H) ning ülejäänud Venemaalt (oli teada, et bituumen D pärineb Venemaalt ning kuna teiste bituumenite elementkoostis oli sellele väga sarnane, sai järeldada, et ka need pärinevad samast regioonist). Elementkoostise alusel oli võimalik näha hapnikuühendite tõusu vananemise järgselt, kõige rohkem kasvas see Venetsueela bituumenite juures, mis korreleerus vanaadiumisisaldusega.

IR spektrite abil määratakse samuti bituumenite „sõrmejälgi“ ning sellega on teoreetiliselt tuvastatav, kas bituumeneid on lisaainetega töödeldud. Nafta- ja põlevkivibituumenite IR-spektrid on üksteisest oluliselt erinevad (joonis 7.6). IR võimaldas määrata karbonüül- ja sulfoksiidindeksid, mille abil saab anda esmase hinnangu, kas bituumen on puhutud või mitte. Kõrge karbonüülindex oli bituumenitel A ja F ning E. Reoloogilistest andmetest tulenevalt nähti, et puhutud bituumen on E ning A ja F puhul põhjustab kõrget karbonüülindexit teadmata komponent.

Gaaskromatograafmassspektromeetria tulemustena nähti erinevust *n*-alkaanide sisalduse kohta, tegemist on vaha makrokristallidega, mis võivad mõjutada väga tugevalt bituumeni käitumist just madalatel temperatuuridel ja bituumeni omaduste halvenemist ajas. Tulemusena nähti, et kõige suurema *n*-alkaanide sisaldusega bituumenitel esines kõige suurem muutus madalatemperatuurilistes omadustes ja vastupidi.

Andmed vaha sisalduse mõõtmises näitasid, et vaha hulk uuritud bituumenites on väike (kuni 1,5%). Vaha koosneb mitmetest komponentidest, millest bituumenites kõige ebasoovitavam on *n*-alkaanid ehk makrokristalliline vaha, mis põhjustas hoolimata suhteliselt vähesest sisaldusest probleeme bituumeni pikaajalise vastupidavusega. Nii kirjandusest kui antud uuringust saadi infot, et vaha mõõtmine on keeruline ja ei pruugi anda usaldusväärseid tulemusi. Täpsem meetod bituumeni omaduste määramiseks on bituumeni reoloogiliste omaduste mõõtmine.

8. Bituumenid ja pindamine

8.1.1. Plaadikatsed ja arutelu muude katsete osas

Pindamisbituumenitena on antud uurimustöös vaadeldud kahte 160/220 marki bituumenit (F ja G), lisaks kohalikku põlevkivibituumenit (H).

Vaadeldes EN katsete tabelit 4.2, siis võrreldes asfaldibituumenitega on pindamisbituumenite peamiseks erinevusteks bituumenite pehmus nii penetratsiooni kui ka teiste omaduste järgi. Pindamistööde puhul sõltub kivi ja bituumeni omavahelise nakke tekkimine väga suuresti ilmastikust ja temperatuuridest. Seetõttu kasutatakse laialdaselt bituumenemulsioone, mis aitavad luua bituumeni ja kivi vahelist kontakti. Lõpptulemusena, kui vesi on emulsioonist eraldunud, jääb järgi siiski puhas bituumen ja selleks ajaks peab olema tekkinud ka piisavalt tugev kontakt. Kui emulsiooni lagunemisel tekkiv kontakt kiviga ei ole piisav, kas siis tolmuse killustiku või emulsiooni liiga kiire lagunemise tõttu, vajatakse edasiste päevade jooksul veel sooje temperatuure, et bituumen muutuks piisavalt vedelaks ja kontakt kivi ning bituumeniga saaks suureneda. Antud omadust saab EN katsete puhul kirjeldada ainult penetratsiooniga, kuna selle katsetemperatuur on kõige ligilähedasem teel esinevatele tingimustele pindamistööde teostamise perioodil suvisel ajal.

Hinnanguliselt moodustab sideaine rahaline osakaal kogu pindamistööde hinnast ca 60% ja kuna Eestis pindamistööde hangetel lubatakse töövõtjal endal kasutatava bituumeni hulga osas otsustada, kasutatakse võimalikult väikseid sideainenorme, mis kohati võivad olla ebapiisavad. USA Minnesota DOTi spetsialistid on tegelenud põhjalikult pindamistööde problemaatikaga. Seal soovitatakse, et pindamiskillustik tuleks „uputada“ oma kõrgusest ca 2/3 bituumeni sisse, tänu millele tagatakse piisav nake, mis ei lase kivil irduda. Teisalt võib see tekitada suuremate liiklusintensiivsusega teedel probleeme „higistamisega“.

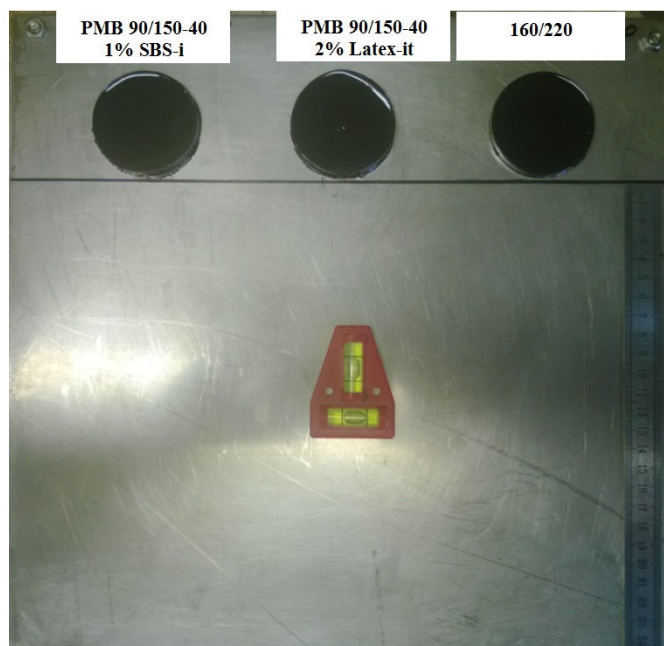
8.1.2. Katsed pindamiskihitide „higistamise“ vastu

„Higistamise“ vältimiseks kasutatakse hetkel nõudeid pehmenemistäpi osas, kuid katse on liiga kaudne hindamiseks pindamiseks sobivate bituumenite omadusi. Teede „higistamine“ toimub seetõttu, et kõrgetel temperatuuridel muutub bituumen vedelikuks, hakates kivide vahel voolama. Seega peaks pindamise puhul hindama bituumeni vedelikulisi omadusi, aga kuna viskoossuse mõõtmine teekatetel esinevatel erinevatel temperatuuridel on suhteliselt võimatu, siis püütaksegi hinnata bituumeni sobilikkust pehmenemistäpi katsega.

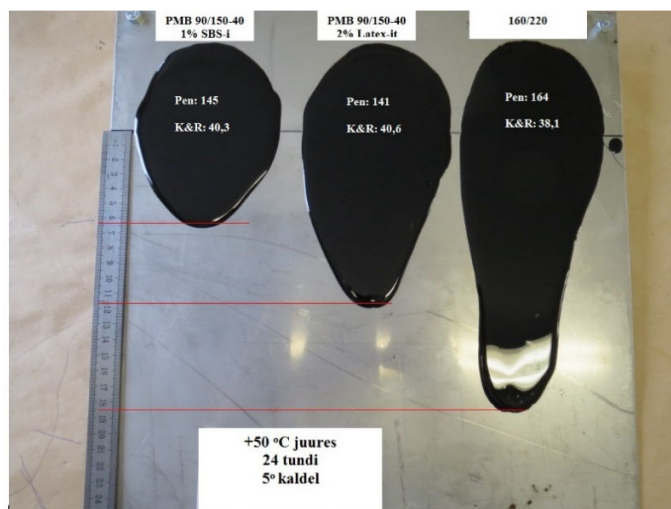
Paremini kirjeldaks bituumeni käitumist vedelikuna erinevatel temperatuuridel USAs kasutatav „plaadi katse“, millega võrreldakse puhaste ja modifitseeritud bituumenite voolavusomadusi. Näiteks on toodud OÜ Pigipadas tehtud katsed kahele pindamiseks mõeldud PMB bituumenile võrrelduna nende lähtebituumeniga.

54 mm läbimõõduga metallist rõnga abil valmistatakse loodis metallplaadile ümmargused katsekehad kaaluga $14 \pm 0,5$ g (joonis 8.1). Peale proovikeha jahtumist metallist ümbrised eemaldatakse ning proovikehad asetatakse temperatuuri $50,0 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5 \text{ }^{\circ}\text{C}$ juurde (temperatuur on valitud lähtudes Eesti kõige

soojemast võimalikust kattetemperatuurist) kappi 5° nurga alla 24 tunniks peale mida mõõdetakse proovikeha voolamise pikkus (joonis 8.2).



Joonis 8.1. Proovikehad metallplaadil enne katse algust [Rein Freiberg]



Joonis 8.2. Proovikehad peale katset (50 °C, kaldenurk 5 ° ja 24h) [Rein Freiberg]

Jooniselt 8.2 lähtudes muudab juba vähene polümeeri (1% SBS) lisamine bituumeni voolamisevõimet ehk vedelikulisi omadusi märgatavalt. Latexi (2%) lisamine annab tagasihoidlikuma efekti. Vaadates nende bituumenite EN katsete tulemusi, siis penetratsioon ja pehmenemistäpp SBSi ja latexi lisamisel praktiliselt ei muutunud. Voolamiskatse tulemused, penetratsioon ja pehmenemistäpp on esitatud tabelis 8.1.

Tabel 8.1

Voolamistulemused erinevatel bituumenitel ja nende modifitseeritud variantidel.

	Sideaine mark	Baas- bituumen	Modifikaator	Voolamine (mm)	Penetratsioon 25 °C 0,1mm	Pehmenemistäpp °C
Pindamine	160/220	-	-	186	164	38,1
	PMB 90/150-40	160/220	2% Latex	120	141	40,6
	PMB 90/150-40	160/220	1% SBS	61	145	40,3
	100/130	-	-	56	100	47
Asfalt	70/100	-	-	98	62	45
	50/70	-	-	72	51	49
	PMB 45/85-45	70/100	1% SBS	56	52	46
	PMB 65/105-65	160/220	4% SBS	5	100	65

Voolamiselt võrreldavad on pindamise PMB 90/150-40 (1% SBS), asfaldi PMB 45/85-45 (1% SBS) ja modifitseerimata 50/70 bituumenid, kuigi penetratsioonid ja pehmenemistäpid on täiesti erinevad. Asfaldi PMB 65/105-65 ei näita üldse voolavust, kuid selle pehmenemistäpp on ka kõige kõrgem.

Pindamisbituumenite puhul liiga suure koguse modifikaatorite (nagu näiteks asfaldibituumeni 4% SBS) kasutamine hakkab takistama vajalikku voolavust ja nakke tekkimist kiviga. Kui plaadikatses 50 °C juures bituumen üldse ei voola, ei saa seda pindamistööde juures kasutada, kuna sel juhul ei teki kivimaterjaliga piisavalt tugevat naket. Hetkeandmetele tuginedes võiks öelda, et pindamisbituumenite puhul plaadikatses 50 °C juures peaks voolavus olema üle 50 mm.

Seoses pindamisbituumenitele esitatavate kõrgete nõuetega pehmenemistäpile võib juhtuda olukord, kui kasutatakse liiga palju SBSi, mis takistab bituumeni voolavust ning seega pindamistöödel naket kiviga. Kirjeldatud plaadikatse iseloomustab pindamiskihtides bituumeni „higistamist“ ning seda võiks hakata paralleelselt kasutama pehmenemistäpi ja penetratsiooniga vaadeldes samal ajal pindamiskihtide toimivust.

8.1.3. Katsed pindamiskihtide väsimuskindluse ja kivide irdumise vastu

Pindamiskillustik on pidevalt autorataste otsese löökoormuse mõju all, mistõttu võiks pindamisbituumenite puhul tähtsateks omadusteks olla duktiilsus ja elastne taastuvus. Tabelist 4.2 nähtub, et tavabituumenite elastne taastuvus ei ületa 20%, kuid lisades sinna juba 1% SBSi, suureneb see 50% ja suurema peale. Bituumeni elastne taastuvus aitab kindlustada seda, et kivi püsib oma kohal peale autoratastelt tulevat löökoormust.

Pindamisbituumenite puhul oluliseks katseks tuleks pidada ka duktiilsuse katset 5 °C juures. Kogemuslikult on teada, et pindamiskillustik irdub peamiselt temperatuuride vahemikus -5...+5 °C. Kogemus näitab ka seda, et pindamiskihi kivid irduvad esimesel talvel peale temperatuuri esmakordset langemist alla -10 °C ja sellele järgnevat sula.

Peatükis 3.3.3 selgitati, mis juhtub bituumeniga külmudes. Kuna Eestis püütakse kasutada kõige minimaalsemat bituumenikogust, ei ole kivide ja bituumeni vahel kuigi suurt kontaktpinda, kuhu sisse tekivad temperatuuri langedes liikluse toimel mikropraad. Mikropragude teket võib soodustada ka sügisesel pindamisel emulsiooni lagunemisel bituumeni sisse jäänud (üksikud) õhumullid. (Naast)rehvide poolt tekitatud löögid ja sulamisel, libedusetõrjel tekkinud vesi, mis pääseb mikropragude vahele, nõrgestavad bituumeni ja kivi vahelist sidet, misjärel kivi irdub pindamise mosaiigist. See on samas ahelreaktsiooni aluseks teistele irdunud kivi kõrval olevate kivide irdumisel, kuna tugi eelnevalt irdunud kivi näol on teistele teradele kadunud. Taoliselt tekivad pindamisest paljad laigud, kuniks leidub üks koht, kus sideainenorm on tänu aluskatte siledamale osale suurem ja kivi „uputatud“ bituumenisse tugevamalt.

Tabelist 4.2 nähtub, et kõige halvema duktiilsusega on põlevkivibituumen (H), mis annab küllaltki nõrga tulemuse alles +15 °C juures. Samas on ka täheldatud, et piiripealse sideaine kulunormi puhul irdub killustik just põlevkivibituumeniga tehtud objektidel esimestena ja kõige lihtsamini. Seega võiks duktiilsuse katse olla heaks indikaatoriks pindamisbituumeni toimivusele. Peatükis 4.4.2 kirjeldatud DENT katse on edasiarendus duktiilsuse katsest ning sellega hinnatakse eelkõige bituumenite väsimuskindlust. Seega võiks kaaluda pindamisbituumenite sobivuse hindamiseks ka DENT katset, mida samuti teostatakse 5 °C juures.

8.1.4. Katsed pindamiskihtide vananemise vastu

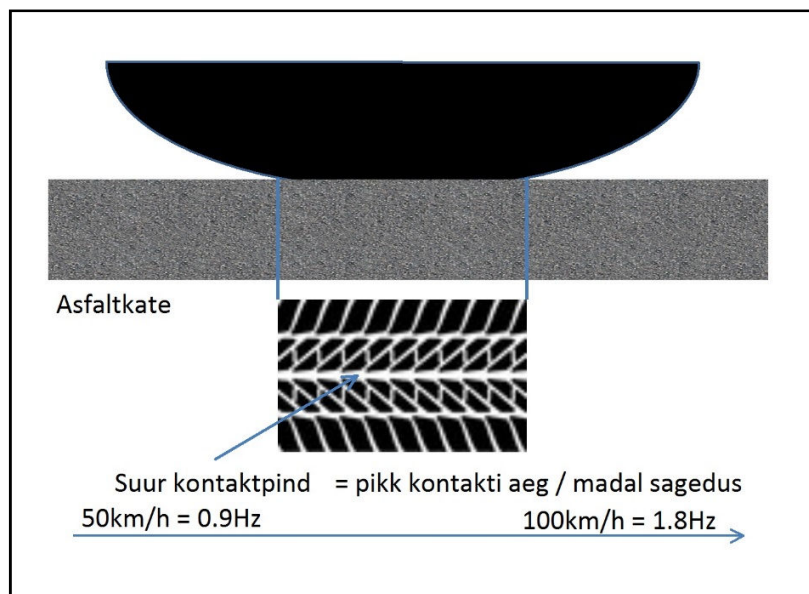
Asfaltsegudes kasutatavate bituumenite omadusi hinnatakse peale lühi- (RTFOT) ja pikaajalist vananemist (PAV). RTFO vananemise katse ei ole pindamisbituumeni jaoks relaventne, kuna seda ei käidelda nii kõrgetel temperatuuridel, kui asfaltbetooni valmistamisel. Lisaks on bituumeni vananemine pindamisel ja asfaldis erinev bituumenikile paksuse tõttu. PG süsteemis kasutatakse bituumeni pikaajaliseks vanandamiseks PAV katset, mis viiakse läbi 3,2 mm paksuse bituumenikilele. Ontario ülikoolis tehtud uurimustöö tulemusel leiti, et PAV ei ole piisav ning katset muudeti (tehti mPAV), muuhulgas vähendati bituumenikile paksust 0,8 mm peale [peatüki 3 viidatud allikas nr 3]. Pindamiskihtides kasutatavad bituumenikihtide paksused jäävad ca 3...4 mm juurde ning seega oleks just tavaline PAV hea katse hindamaks pindamiskihtides olevate bituumenite vananemist.

8.1.5. PG katsed pindamisbituumenitele

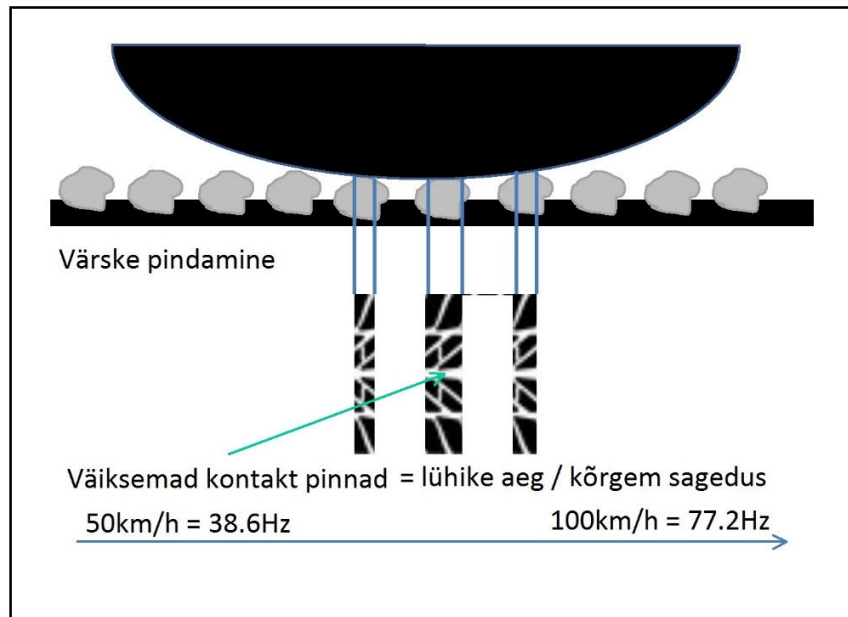
Asfaltkatetes ja pindamiskihtides oleva bituumeni töötamise osas on tehtud uuringuid Uus-Meremaal, kus on leitud DSRiga mõõtmise sagedused, mis mõjutavad bituumenit asfaltkattes ja värskes pindamises. Joonistelt 8.3 ja 8.4 nähtub, et asfaltkatte puhul on tegelikult koormamise sageduseks 0,9 – 1,8 Hz (PG katsete juures on arvestatud 10 Hz-ga). Pindamiskihtide puhul on koormamise sagedusteks vahemik 35 – 80 Hz ehk bituumen peab toimima hoopis erinevas koormusolukorras võrreldes asfaltkatetega.

USA-s on pindamisbituumenite jaoks loodud PG-st erinev lähenemine, mida tähistatakse „SPG *grading*“, mis on suunatud temperatuuridele, mille juures võib tekkida killustiku irdumine või siis bituumeni „higistamine“. SPG katsetingimused on järgmised (väärtused on loodud Texase osariigis kasutades sealseid pindamise projekteerimise nõudeid. Teiste kliimapiirkondade on vajalik nõuete täpsustamine):

- kõrgetel temperatuuridel teostatakse katsed 3 °C vahega, et saada täpsemat jaotumist erinevate temperatuuride vahel;
- kõrged temperatuurid arvutatakse katte pinna kohta, mitte katte sees (PG puhul arvestati temperatuuri 20 mm sügavuses kattes);
- DSRI katsetel kõrgete temperatuuride juures vanandamata bituumenitel arvestatakse, et $G^*/\sin\delta$ oleks minimaalselt 0,650 kPa (PG-s 1,0 kPa);
- keskmistel temperatuuridel (25 °C) teostatakse 8 mm plaatide vahel DSR-ga *Strain Sweep test*, mis eelduslikult näitab pindamiskihi vastupidavust esimese aasta jooksul kivide irdumise vastu;
- testid tehakse nii vanandamata, kui ka PAV vanandatud bituumenile;
- BBRI katsel kasutatakse koormamisel kiireimat võimalikku koormamise aega, milleks on 8 sekundit, jääkuse maksimaalne lubatud väärtus on 500 MPa ning m-väärtuse minimaalne lubatud väärtus on 0,240.



Joonis 8.3. Koormamise aeg asfaltkattel



Joonis 8.4. Koormamise aeg värskel pindamisel

8.1.6. Kokkuvõtte pindamisbituumenitest

Pindamistööde õnnestumise kriitiliseks komponendiks on kasutatava sideaine hulk. Parema kvaliteedi huvides tuleks elimineerida olukord, kus hankemenetluses jäetakse sideaine kulunorm tööriistaks, millega hankeid võidetakse. Teekattele peab saama piisav, vajalik sideaine hulk, mis tagab nii ajalises, kui ka füüsilises mõttes pindamiskihi püsivuse. Seega on vajalik, et sideaine kulunormi määraks tööde tellija, mitte töövõtjad, kes kasutavad seda hangete võitmiseks.

Kui on tagatud, et kattele saab pindamistööde käigus piisav hulk bituumenit, on järgmiseks tähelepanu nõudvaks punktiks katete "higistamise" vältimine, mille lahendamiseks tuleb kasutusele võtta sideaine voolamist näitav katse, mis samas võib tingida olukorra, kus pindamisel kasutatavaid bituumeneid on vaja modifitseerida.

Esitatud soovitusel tingivad pindamistööde mõningase ühikhinna tõusu, kuna sideaine kulunorm kasvab ja sideaineid on (tõenäoliselt) vaja modifitseerida, kuid sellega minimeeritakse võimalus, et sügis-talvisel perioodil irdub värskest tehtud pindamiskihidelt killustikku ja et suvel lähevad pinnatud katted "higistama". Seega on vaja pöörata rohkem tähelepanu olulisematele pindamiskihi vastupidavust iseloomustavatele katsetele, mis EN standardi järgi võiks olla:

- penetratsioon;
- duktiilsus;
- elastne taastuvus.

Lisaks võiks uute katsetena lisada:

- voolamise plaadikatse

- DSR katsed 8 mm plaadiga (*Strain Sweep test*) ja 4 mm plaadiga madalate temperatuuride vastupidavus peale vananemist (PAV või ahjus vanandamine – tuleb kalibreerida Eesti oludele vastavaks);
- DENT katse;
- PAV vananemise hindamine või vanandamise katse ahjus (tuleb leida seos sellega, mis toimub meie kliimas pindamisbituumentega)

Loomulikult võiks valida ka teisi katseid, mida antud uuringu käigus bituumentide iseloomustamiseks kasutati, kuid igal juhul tuleb need katsed viia vastavusse tulemustega teepealt just pindamistest lähtudes.

9. Arutelu ja analüüs

9.1. Reoloogiliste testide võrdlus ja analüüs

Bituumen peab tagama järgmised omadused:

- olema töödeldav/käsitletav;
- olema vastupidav teel esinevatele tingimustele, milleks on erinevad temperatuurid ja liikluskoormus;
- olema vastupidav ajas.

Uuringu alguses üheks tõstatatud hüpoteesiks oli see, et Euroopas hetkel bituumenitele tehtavad kvaliteedi kontrollikatsed ei täida oma eesmärki ehk nende alusel ei saa adekvaatset infot bituumeni vajalikest omadustest.

Euroopa tootestandardite puhul ei olegi tegemist niivõrd kvaliteeti ja tulemust tagava raamistikuga, kuivõrd tootjatele kokkuleppeliselt määratud piirmääradega ühtsel turul bituumeni tootmiseks. Võib öelda, et Euroopa tootespetsifikatsioonides rakendatavad katsetootodikad ja klassifitseerimine on liiga empiirilised – arvatakse, et teatud marki bituumenite katseväärtuste piirmäärad tagavad bituumeni toimimise teel nii, nagu soovitakse, kuid kuna bituumen on väga kompleksne materjal, mis muutub täiteainega segamisel veel komplekssema süsteemi osaks ja kuna Euroopa standardis etteantud piirid on väga laiad, siis otsest seost nende katsete ja bituumeni käitumisega ekspluatatsioonis ei ole võimalik leida.

Kvaliteeti tagav kontseptsioon töötaks seni, kuni toormaterjal ei muutu, ehk bituumeni valmistamiseks saadav nafta tuleb ühest kohast ja töötlemisprotsess jääb samaks – sel juhul on võimalik läbi kogemuste määrata, kuivõrd hästi bituumen töötab ja siis saaks teoreetiliselt kvaliteedikontrolli teha ka „tavapäraste“ katsetega. Bituumeni muutumisel võivad katsetulemused jääda samaks, kuid reaalne tulemus võib olla hoopis teine. Seda tõendavad ka antud töös välja toodud ja bituumenite suutlikkusel baseeruvad katsetulemused, mis näitasid, et Euroopa standardi mõistes samasuguse margiga bituumenitel on teineteisest erinevad reoloogilised omadused.

Tabelist 4.2 nähtub, et samamargilised bituumenid on Eurostandardijärgsete katsete alusel väga sarnased, v.a bituumen E, mis eristub teistest viskoossuse, aga ka pehmenemis- ja murdumistäpi poolest, mis standardi mõistes liiguvad juba teise vahemikku. Bituumeni E suurt erinevust teistest bituumenitest põhjustab suure tõenäosusega tootmisprotsess. PG järgi nähti selle suurt temperatuurivahemikku, mida ei ole võimalik saada otse vaakumdestillatsioonist tulevate bituumenite osas (ehk *straight run* bituumenid) ning järeldus sellest oli, et bituumenit “E” on tootmisprotsessis puhumiseга muudetud. Järeldust toetavad ka keemilise koostise uuringu andmed.

Täpsemalt on reoloogiliste katsetuste andmeid analüüsitud järgnevates peatükkides.

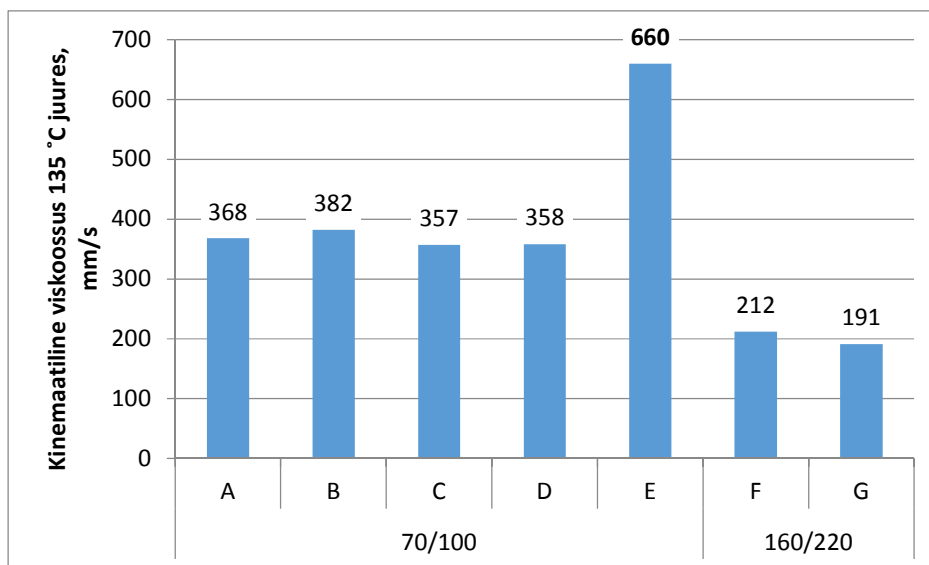
9.1.1. Töödeldavus

PG-s määratakse bituumenite töödeldavus samamoodi, kui ENis ehk määratakse kinemaatilised viskoossused 135 °C juures.

Kinemaatiline viskoossus iseloomustab kuivõrd sitke on bituumen tootmis- ja paigalduslähedastes tingimustes (135 °C juures). Mida kõrgem on kinemaatiline viskoossus, seda keerukam on selle sideainega segusid toota (segamine ja sideaine pumpamine tehases) või selle sideainega koostatud asfaltsegusid paigaldada.

Uuringusse kaasatud bituumenitest eristub teistest märkimisväärselt bituumeni E kinemaatiline viskoossus, tulemusega 660 mm²/s, mis on peaaegu kaks korda kõrgem kui teistel sama margiga bituumenitel (joonis 9.1) ehk taolise sideainega asfaltbetooni on oluliselt raskem paigaldada ehk segu objektil käidelda, kuna materjal on väga viskoosne ega „voola“ nii kergelt, kui teised. Margiga 160/220 bituumenite tulemused ootuspäraselt oluliselt madalamad kui 70/100 margiga bituumenitel.

Tootmise ja paigaldamise seiskohalt koostatud paremusjärjestus on esitatud tabelis 8.1



Joonis 9.1. Uuringusse kaasatud bituumenite kinemaatilised viskoossused 135 °C juures

Tabel 9.1

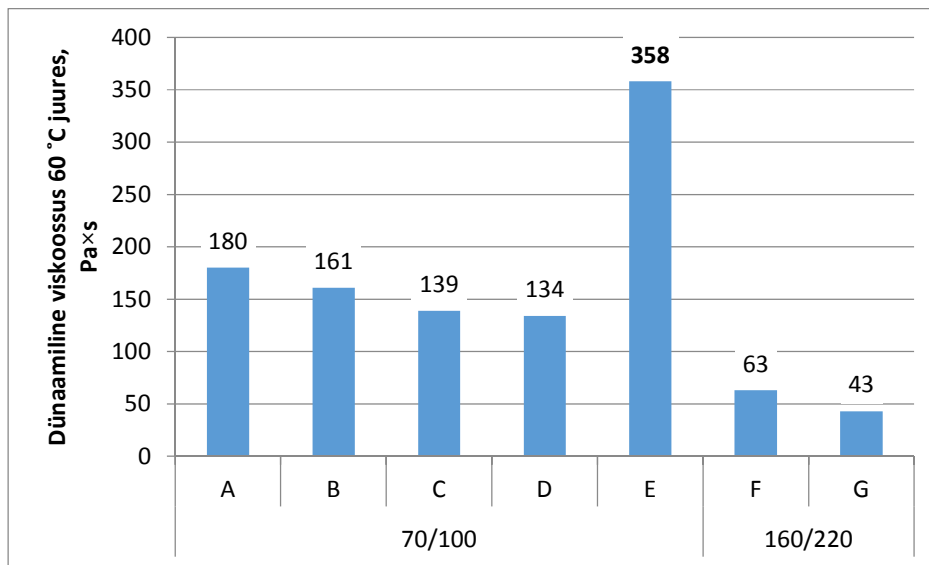
Kinemaatiliste viskoossuste põhjal koostatud paremusjärjestus

Bituumeni tähistus	Kinemaatiline viskoossus	Paremusjärjestus
A	368 mm ² /s	5
B	382 mm ² /s	6
C	357 mm ² /s	3
D	358 mm ² /s	4
E	660 mm ² /s	7
F	212 mm ² /s	2
G	191 mm ² /s	1

9.1.2. Vastupidavus kõrgetele temperatuuridele ja liikluskooormusele

Bituumeni kõrgetemperatuurilisi omadusi hinnatakse Euronormide süsteemis nii dünaamilise viskoossuse, kui pehmenemistäpi alusel. Kasutatavam on viimane ehk peamiselt esitatakse nõudeid sellele. PG süsteemis toimub see DSRiga varasemalt kirjeldatud katsetoodika alusel, kasutatakse ka MSCRi testi.

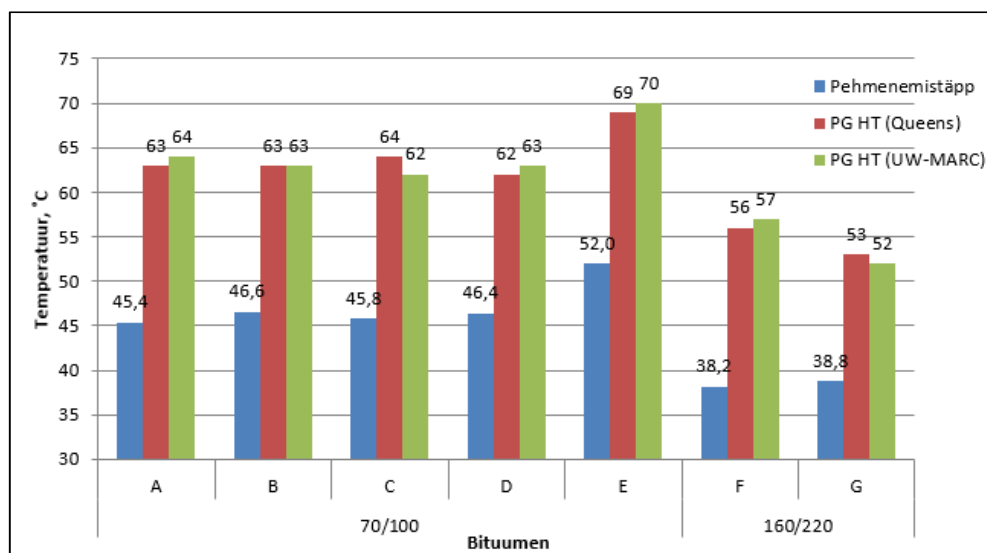
Dünaamiline viskoossus iseloomustab bituumeni sitkust 60 °C juures ning see on seostatav bituumeni käitumisega ekspluatatsiooni kõrgemaimate temperatuuridega. Mida suurem on bituumeni dünaamiline viskoossus, seda suurem peaks olema selle bituumeni vastupanu roobaste tekkele. Uuringusse kaasatud bituumenite hulgast eristub teistest bituumen E tulemusega 358 Pa×s, mis on kohati üle kahe korra erinev teiste sarnase margiga bituumenitega võrreldes (joonis 9.2). Teisisõnu, bituumen E on oluliselt sitkem, kui teised ja seega peaks omama märkimisväärselt kõrgemat vastupanu roobaste tekkele kõrgetel temperatuuridel.



Joonis 9.2. Uuringusse kaasatud bituumenite dünaamilised viskoossused 60 °C juures

Bituumeni **pehmenemistäpp** iseloomustab temperatuuri, mille juures eeldatakse, et bituumen muutub teekattes kasutuks ja ei ole võimeline vastu võtma liikluse poolt tekitatud jõudusid. Katse teostamise seisukohalt on tegemist temperatuuriga, mille juures bituumen ei suuda enam üleval hoida 3,5 grammise raskusega teraskuuli. Mida kõrgem on bituumeni pehmenemistäpp, seda parem on selle bituumeni vastupidavus plastsetele deformatsioonidele, higistamisele jne.

PG alusel määratakse kõrgetemperatuurilised omadused vastavalt peatükis 4 toodud kirjeldusele. Käesolevas uuringus tehti seda kahes erinevas laboris – MW-MARC ja Queens, mille tulemused erinesid üksteisest veidi. Uuringusse kaasatud bituumenite pehmenemistäppide ja PG HT tulemused on kujutatud joonisel 9.3.



Joonis 9.3. Uuringusse kaasatud bituumenite kõrgete temperatuuride võrdlus.

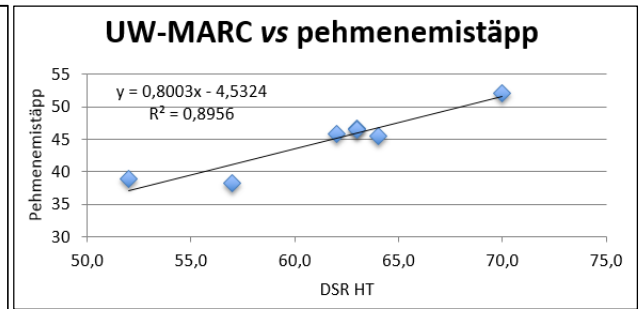
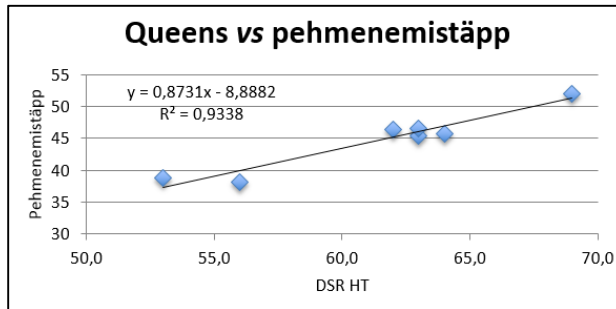
Tabel 9.2

Bituumenite vastupidavus kõrgetele temperatuuridele

Bituumeni tähistus	Dünaamiline viskoossus (60 °C)	Pehmenemistäpp	PG HT
A	180 Pa×s	45,4 °C	63 (64) °C
B	161 Pa×s	46,6 °C	63 °C
C	139 Pa×s	45,8 °C	64 (62) °C
D	134 Pa×s	46,4 °C	62 (63) °C
E	358 Pa×s	52,0 °C	69 (70) °C
F	63 Pa×s	38,2 °C	56 (57) °C
G	43 Pa×s	38,8 °C	53 (52) °C

Kõik meetodikad näitavad selgelt, et pidades silmas vaid kõrgetemperatuurilisi omadusi, oleks bituumen E parimate omadustega. Muude bituumenite paremusjärjestus varieerub. Kasutatud meetoditest tõi dünaamiline viskoossus välja bituumenite kõige suurema erinevuse, kuid vaadates toimivust paremini iseloomustavaid teste nagu pehmenemistäpp ja PG, siis erinevused ei ole enam nii suured. Pehmenemistäpi osas erines teistest bituumen E, aga muud 70/100 bituumenid olid põhimõtteliselt võrdsed, sama nähtub ka PG puhul. Samuti on minimaalne erinevus 160/220 omavahelises võrdluses. Tinglikult öeldes on bituumenid A, B, C ja D omavahel võrdsed, samuti F ja G ning paremusjärjestus pehmenemistäpi ja PG puhul toob välja vaid bituumeni E.

PG HT ja pehmenemistäpi vahel eksisteerib hea korrelatsioon. Kuna UW-MARCI ja Queensi ülikoolis määratud HT-d erinevad üksteisest vähesel määral, on esitatud korrelatsioonid mõlemaga eraldi (joonised 9.4 ja 9.5). Käesoleva uuringu andmetele tuginedes erinevad pehmenemistäpi ja PG HT temperatuurid üksteisest ca 17 °C. Ehk, kui pehmenemistäpp on 45, siis PG HT on 62°C.

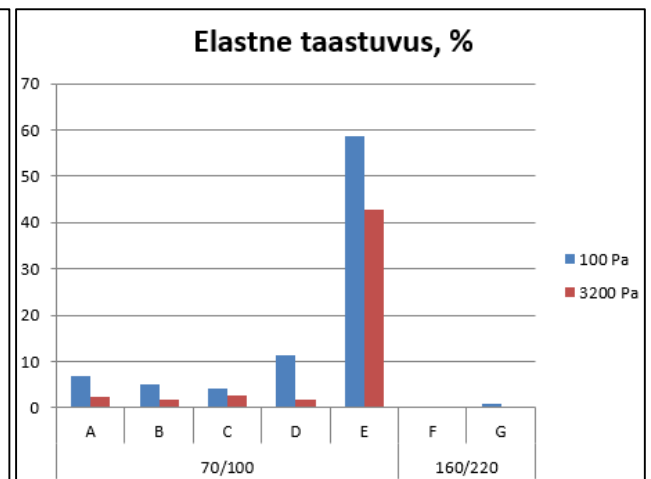
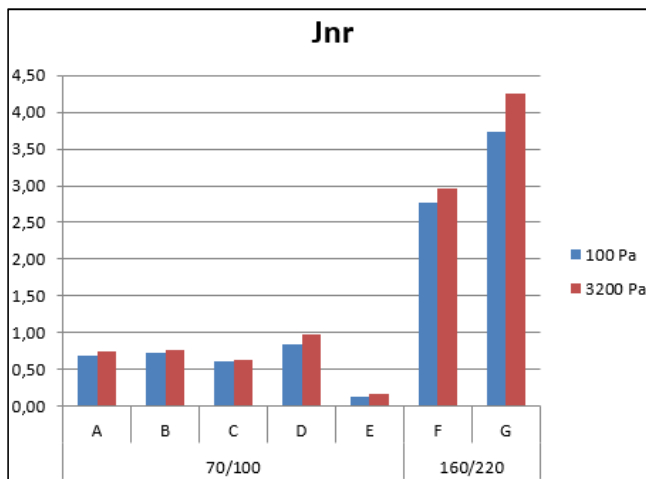


Joonised 9.4 ja 9.5. DSRiga määratud ülemise otsa temperatuur on heas korrelatsioonis pehmenemistäppiga.

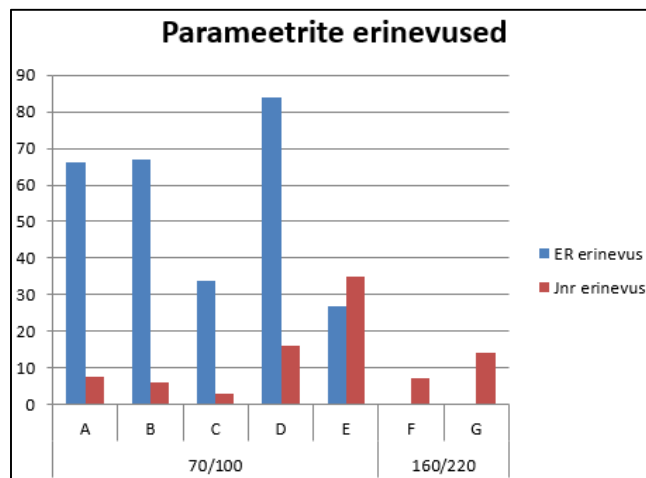
Kõrge temperatuuriga on seotud ka **MSCRi** katse (peatükk 4.1.5), mis on katsetulemuste põhjal andnud väga selge seose bituumeni katsetulemuste ja roobaste tekke vahel. Kehtib põhimõte, et mida väiksem J_{nr} ja mida suurem ER, seda nihkekindlam bituumen. Katsega on võimalik hinnata täpsemalt seda, kuidas uuritavad bituumenid käituvad, kui neile avaldatakse dünaamilist koormust.

AASHTO nõuded näevad ette, et nihkepinge 3,2 kPa juures ja tavaliikluse tingimustes oleks sideaine J_{nr} näitaja maksimaalselt $4,0 \text{ kPa}^{-1}$. Raske ja väga raske liikluse korral vastavalt 2,0 ja $1,0 \text{ kPa}^{-1}$. Lisanõudena on toodud J_{nr} suhe 0,1 kPa ja 3,2 kPa juures, mis peab jääma alla 75%. Kõik bituumenid, v.a 160/220 täidavad kõik esitatud nõuded.

Vaadeldes jooniseid 9.6 ja 9.7 nähtub, et teistest eristub selgelt taaskord bituumen E ja muud bituumenid on üksteisega praktiliselt võrdsed. Parameetrite erinevused joonisel 9.8 viitavad sellele, kuivõrd erinevalt või sarnaselt bituumen erineva koormusolukorra juures käitub. Bituumenite elastne taastuvus testtemperatuuril (+52 °C) on üldiselt väike ja seda mõjutab väga suurel määral ka koormus, nagu näitab joonis 9.8 näiteks bituumeni D osas. See kinnitab fakti, et bituumenid on polümeeridega modifitseerimata ja temperatuuril +52 °C omavad väga väikest elastset vastupanuvõimet.



Joonised 9.6 ja 9.7. MSCRi roomekomponendid ja elastsed taastuvused. +52 °C juures vastavad kõik peale bituumeni G vajalikele nõuetele. Elastne taastuvus on kõikidel, v.a bituumenil E väga nõrk, mis näitab, et materjalid ei ole polümeeridega modifitseeritud. Bituumen E on arvatavasti puhutud, mistõttu omab väga häid kõrgetemperatuurilisi omadusi.



Joonis 9.8. Mida väiksemad J_{nr} ja ER_i erinevused, seda parem. Joonis on moonutatud sellesmõttes, et jooniste 9.6 ja 9.7 alusel on mõõdetud parameetrid väga väikesed ja seetõttu tulid ka parameetrite erinevused protsentuaalselt suured. Seega, hoolimata J_{nr} -i suurest erinevusest bituumen E osas, on see käesolevast valimist antud testis parimate omadustega. Bituumenitel F ja G ei olnud testtemperatuuril enam elastsed, mistõttu need antud joonisel puuduvad.

Euronormide alusel määrati uuritavatele bituumenitele ka elastne taastuvus, aga seda 10 °C juures. Elastne taastuvus sisaldub ka MSCR-i testis. Need omadused, kuigi nime poolest sarnased, annavad hoopis teisi tulemusi ega ole omavahel seostatavad. Elastse taastuvuse test näitab seda, kas bituumenis sisaldub polümeeri, kuid sellega ei ole võimalik hinnata bituumeni toimivust asfaltkattes.

Kokkuvõte kõrgetemperatuurilistest omadustest

Uuringus kasutati bituumenite kõrgetemperatuuriliste omaduste määramiseks järgmisi meetodeid:

- dünaamiline viskoossus;
- pehmenemistäpp;
- $G^*/\sin\delta$ ehk PG nõuded;
- MSCR.

Kõik katseandmed näitasid, et bituumen E erineb teistest bituumenitest märkimisväärselt; muud 70/100 bituumenid ehk A, B, C ja D on praktiliselt võrdsed. Bituumenid F ja G ehk 160/220 oli omavahel sarnased ja märkimisväärselt erinevad, kui 70/100 bituumenid.

Uuritud bituumenite paremusjärjestus kõrgetel temperatuuridel on järgmine:

1. bituumen E;
2. bituumenid A, B, C, D;
3. bituumen F;
4. bituumen G.

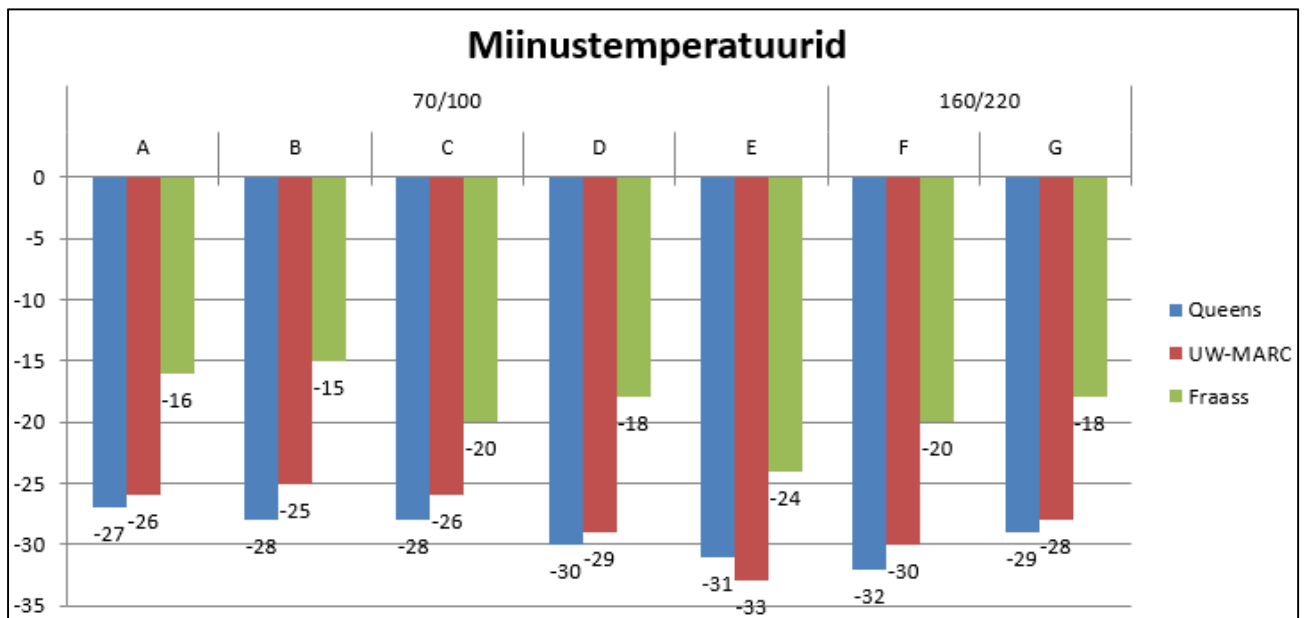
Uuringu tulemused kinnitasid seda, et Euronormide järgsed katsed keskenduvad pigem kõrgetemperatuurilistele omadustele ning saadud tulemused korreleeruvad suhteliselt hästi suutlikusel põhinevate testidega.

9.1.3. Vastupidavus madalatele temperatuuridele

Bituumenite vastupidavust minimaalsetele temperatuuridele hinnati murdumistäpi, BBRi ja SENB katsetega.

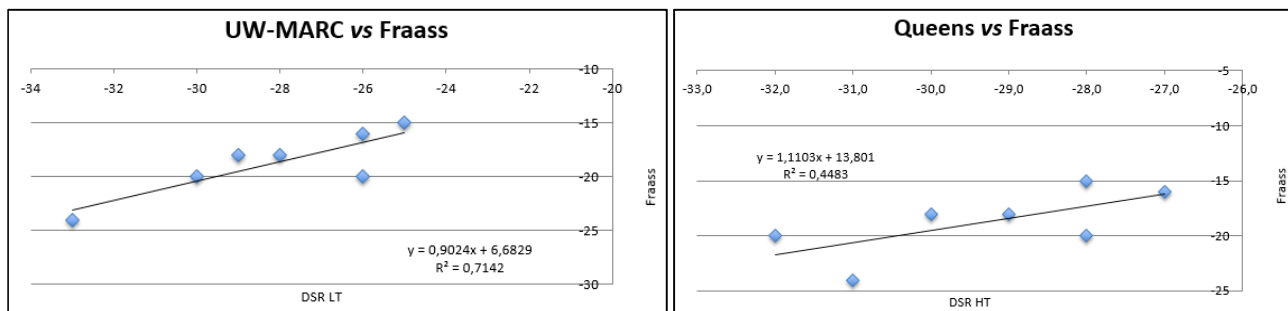
Bituumeni **murdumistäpp** iseloomustab temperatuuri, mille juures bituumen muutub rabedaks. Mida madalam on bituumeni murdumistäpp, seda madalamatel temperatuuridel on bituumen võimeline töötama ja tekkivaid pingeid leevendama ilma, et tekiks praod.

PG alusel määratakse kõrgetemperatuurilised omadused vastavalt peatükis 4.1.3 toodud kirjeldusele ja tulemused on esitatud joonisel 9.9. Käesolevas uuringus tehti seda kahes erinevas laboris – UW-MARC ja Queens, mille tulemused erinesid üksteisest. Antud juhul peaks lähtuma pigem Queensi ülikooli numbritest, kuna selle koostööga oli üks peamistest eesmärkidest adresseerida just bituumeni omadusi negatiivsetel temperatuuridel. Seega määrati seal bituumeniproovide PG LT *true grade* täpsemalt. UW-MARC määras bituumeniproovidele miinustemperatuuri otseselt PG kaudu (ehk 6 °C vahemikena) ning *true grade* ekstrapoleeridi graafikutelt.



Joonis 9.9. Madalatemperatuurilised omadused Fraassi ja PG järgi (viimased määratud nii UW-MARCis kui Queens'i ülikoolis).

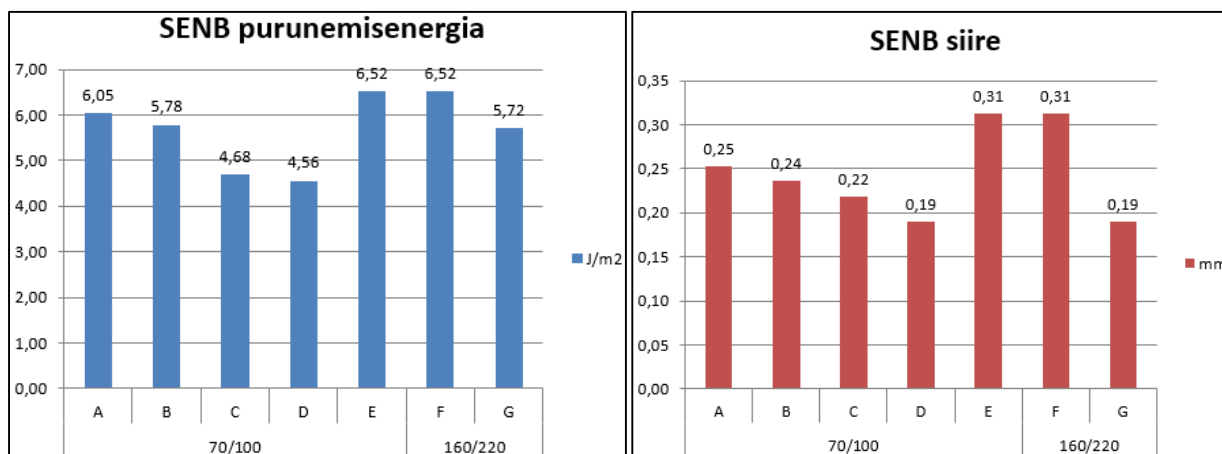
Seos murdumistäpi ja PG LT vahel on väga väike. Queensi ülikoolis määrati miinustemperatuuride *true grade* täpsemalt, kui UW-MARCis, kus väärtus ekstrapoleeriti PG vahemikust ning R^2 on vaid 0,45 ehk korrelatsiooni ei eksisteeri (joonised 9.10 ja 9.11).



Joonised 9.10 ja 9.11. Seoses PG LT ja Fraassi vahel on nõrgad.

Lisaks tavapäraselt tehtavatele testidele, sooritati UW-MARCis ka **SENB test** (*Single-Edge Notch Bending test*), mis kasutab BBR seadet modifitseeritud konfiguratsioonis. Testi eesmärk on määrata bituunemi üleminek negatiivsetel temperatuuridel duktiilsest seisundist rabedasse seisundisse ehk leida üles temperatuur, millal hakkab toimuma bituumeni molekulide kristalliseerumine (ing. *glass-transition*). Arvatakse, et test suudab määrata bituumeni vastupidavust temperatuuripragudele.

Jooniselt 4.13 järeldub, et mida suurem jõud ja siire, seda vastupidavam on bituumen temperatuuripragude tekkeks. SENBi tulemused on esitatud graafilisel kujul joonisel 9.12 ja 9.13, millest nähtub, et parimate omadustega on bituumenid E ja F, järgnevad A ja B, siis G, C ja D.



Joonis 9.12 ja 9.13. SENB parameetrid – mida suuremad numbrid, seda vastupidavam on selle testi alusel bituumen.

Tabelis 9.3 on esitatud erinevate katsetoodikatega saadud negatiivsete temperatuuride uuritavate bituumenite paremusjärjestus.

Tabel 9.3

Uuringusse kaasatud bituumenite paremusjärjestus erinevate meetodite alusel negatiivsetel temperatuuridel

Bituumeni tähistus	Fraass	PG LT	SENB
A	6	5..7	3/4
B	7	5..7	3/4
C	2/3	5..7	6
D	4/5	3	7
E	1	1/2	1/2
F	2/3	1/2	1/2
G	4/5	4	5

Kokkuvõte madalatemperatuurilistest omadustest

Kasutades kolme erinevat meetodikat – Fraass, PG LT ja SENB – leiti, et bituumenid erinevad üksteisest märkimisväärselt. Üllatav on see, et parima tulemuse kõikides katsetes saavutas bituumen E, mis on penetratsiooniga 70/100. Sellega töötas sarnaselt 160/220 bituumen F, kuid sama penetratsiooniga bituumen G on järjestuses alles 4. või 5.

Kirjanduses kui ka ekspertidega suheldes peetakse BBRi ehk PG LT leidmise viisi kõide sobilikumaks meetodikaks bituumenite madalatemperatuuriliste omaduste leidmiseks. Seega lähtutakse ka selles uuringus BBRi tulemustest. Bituumenite paremusjärjestus madalatemperatuurilisi omadusi silmas pidades on järgmine:

1. bituumenid E ja F;
2. bituumen D
3. bituumen G
4. bituumenid A, B ja C.

Madalatemperatuuriliste omaduste hindamine kinnitas teadmist, et Euronormide katsed suudavad tulemuslikult hinnata vaid bituumenite kõrgetemperatuurilisi omadusi. Murdumistäpp korreleerub halvasti suutlikusel põhinevate katsetega.

9.1.4. Väsimuskindlus

Uuringusse kaasatud bituumenite väsimuskindluse hindamiseks kasutati:

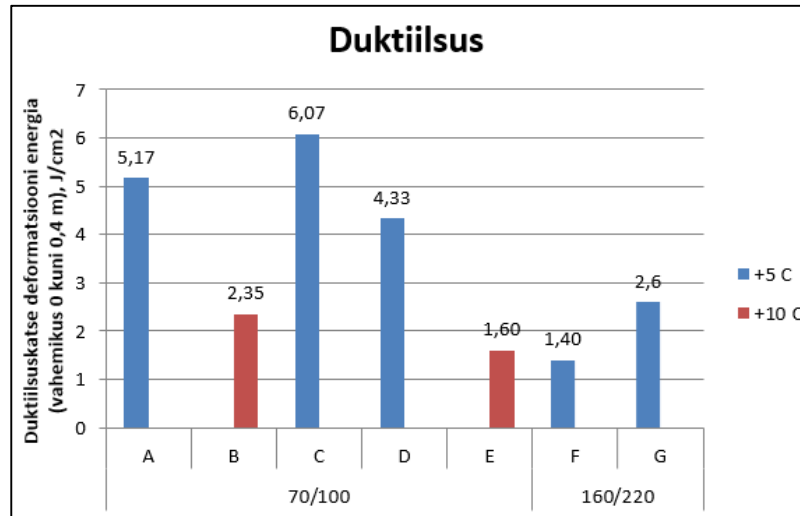
- DENT;
- duktiilsus;
- PG IT meetod,
- LAS;

Eurostandardites on sideainete vastupidavus väsimusele täiesti käsitlemata, kuid sellest tingitud praod (võrkpraod) on Eestis levinud (mitte alati pole põhjus siiski ainult bituumenis, vaid praod tekivad ikkagi bituumenis/mastiksis). Empiiriliste katsete alusel on bituumenite väsimuskindlust püütud hinnata läbi penetratsiooniindeksi (määratakse 15 või 25 °C juures) ja pehmenemistäpi (70/100 bituumenite puhul näiteks alates 43 °C), kuid mõlemad katsed viiakse läbi oluliselt kõrgemal temperatuuril, kui tegelikult väsimuspragude tekkeks vajalik on. Performance Grade metoodikas hinnatakse bituumenite väsimuskindlust margile vastaval “keskmisel temperatuuril” (ing. *intermediate temperature* – PG IT) ning mida madalam on bituumenile omane keskmine temperatuur, seda vastupidavam peaks bituumen olema väsimuspragude tekkele. [5]

2013. aastal analüüsi Maanteeameti poolt tellitud ja Teede Tehnokeskuse AS-i poolt teostatud uuringus teekatetel esinevaid temperatuure teilmajaamade andmete põhjal. Andmetest selgub, et ca 40 % temperatuuriandurite lugemitest on registreeritud temperatuurivahemikus -5 kuni +5 °C ning ca 6 % tervest andmehulgast moodustab 0 °C temperatuuri lugemid (joonis 5.14). Just need temperatuurivahemikud seostuvad kõige probleemsema perioodiga, ehk kevadega. Ainus katse, mida sooritatakse Eurostandardite kohaselt nimetatud temperatuuride lähedal, on duktiilsus.

Duktiilsus on omadus, mida mõõdetakse Eurostandardijärgselt modifitseeritud bituumenite osas alates +5 °C. Bituumeni duktiilsus/venivus on asfaltkatte pragude arenemise seisukohalt oluline näitaja. Juba 1977. aastal teostatud uuringus leiti, et madala duktiilsusega sideainega asfaltkatted hakkavad eksploatatsioonis tõenäoliselt kiiremini lagunema – asfaltkattest hakkab kiiremini eralduma peen- ja jämetäitematerjal ning suureneb ka tõenäosus pragude tekkeks. Samas uuringus viidati, et duktiilsus on oma omaduselt küll empiiriline väljund, kuid seosed teekatte omadustega on väga head. Selles uuringus ei osatud veel öelda, millist bituumeni fundamentaalset omadust katsega määratakse ning soovitati jätkata duktiilsuskatse edasiarendustega. [6] On leitud, et madala duktiilsusega bituumenitega teekatete eluiga on lühem võrreldes sama penetratsiooniga, kuid kõrgema duktiilsusega materjalidega.

Antud uuringus mõõdeti uuritavate bituumenite duktiilsusnäitajaid +5, +10 ja +15 °C juures, mille tulemused on esitatud joonisel 9.14. Mida kõrgem on duktiilsuskatse deformatsioonienergia, seda sitkem/venivam bituumen on. Tulemustest selgub, et +5 °C juures olid bituumenid B ja E rabedad ehk purunesid katses. Bituumenite paremusjärjestus duktiilsuskatse kohaselt on C, A, D, G, F, B ja E.



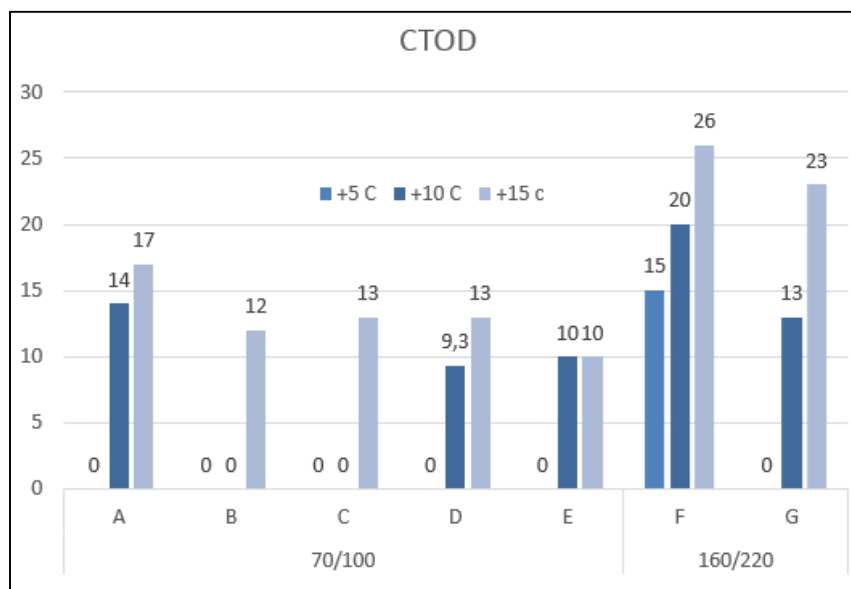
Joonis 9.14. Uuringusse kaasatud bituumenite deformatsioonienergia duktiilsuse katsel temperatuuride +5 °C ja +10 °C juures. Bituumenid B ja E olid +5 °C rabadad.

Kanadas on duktiilsuse katset edasi arendatud saades **DENT** (LS-299) ning tänaseks määratakse selle katsega bituumeni fundamentaalseid omadusi, mis on täpsemalt kirjeldatud aruande peatükis 4.4.2. Katsega määratavad W_e , W_p ja CTOD parameetrid peavad olema võimalikult suured, et tagada sideaine hea vastupidavus pragude tekkele. Pideva jälgimise all olevate katselõikude andmetest on järeldunud, et teekatted, milles kasutatud sideaine CTOD väärtus on suurem, näitavad vähem pragunemise ilminguid. On leitud, et CTOD väärtuse ja väsimuspragunemiste vahel on väga tugev seos ning DENT katse on 85% tõenäosusega võimeline ennustama väsimuspragude teket teel. [2, 3, 4]

DENT katset teostatakse standardi LS-299 järgselt 15 °C juures ning minimaalseks sobivuskriteeriumiks on CTOD-i väärtus 10 mm. Uuringusse kaasatud bituumenite DENT katse tulemused CTOD osas erinevatel temperatuuridel 5, 10 ja 15 °C on esitatud joonisel 9.15.

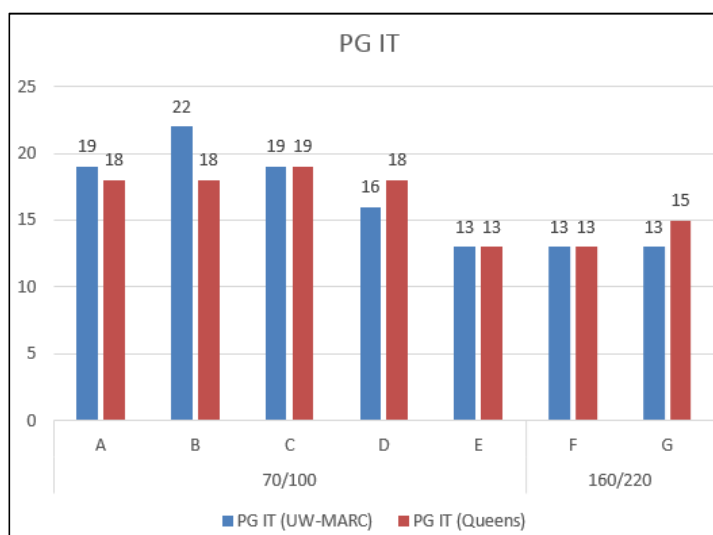
Vaadeldes standardset +15 °C, täidavad kõik nõutud 10 mm kriteeriumi. Alandades temperatuuri ja sooritades katse +10 °C juures, muutuvad bituumenid B ja C rabadeks ning bituumen D ei täida 10 mm kriteeriumit. Alandades veel temperatuuri ja sooritades katse +5 °C juures, muutuvad kõik bituumenid peale F-i rabadeks ega suuda enam venida ja purunevad joonisel 4.16 kujutatud viisil.

DENT katseandmete põhjal omaksid väsimuspragude vastu parimat toimet 160/220 margiga bituumenid võrreldes 70/100 bituumenitega. 70/100 margiga bituumenitest eristub teistest bituumen A CTOD tulemusega 17 mm (kriteeriumiks seatud +15 °C juures).



Joonis 9.15. Uuringusse kaasatud bituumenite DENT katse tulemused 5 °C temperatuuri juures. Kõik bituumenid (v.a. bituumeni tähistusega F) olid 5 °C temperatuuri juures tulemuste registreerimiseks liiga rabedad ja bituumenid ei omanud sellel temperatuuril duktiilset komponenti.

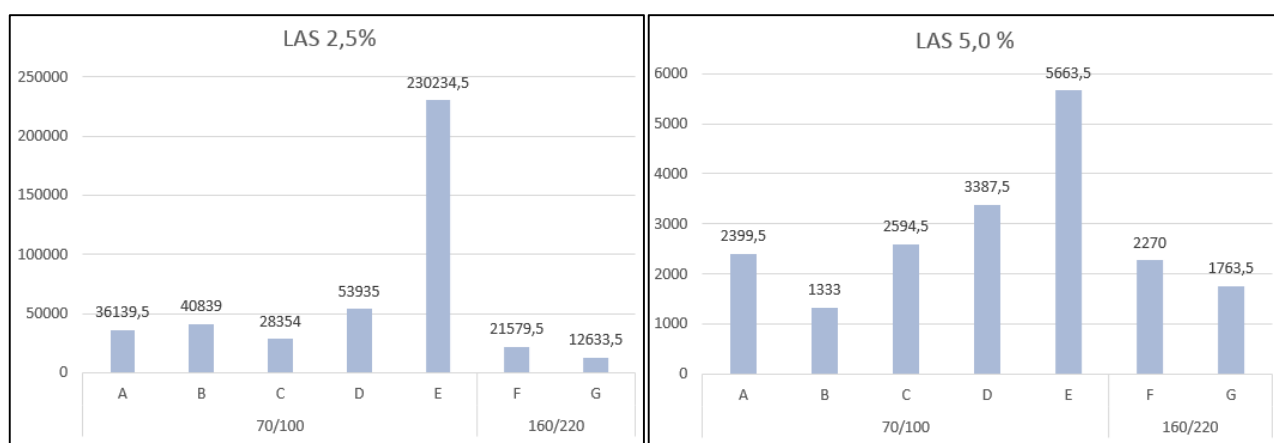
PG süsteemis kasutatakse väsimuskindluse hindamiseks DSRiga katsetamist keskmistel temperatuuridel (tähistus **PG IT**). Vajalik temperatuur saadakse uuritava bituumeni PG klassist ja ei ole seega kõikidele bituumenitele sama. Testiga leitakse kõige minimaalsem temperatuur, mille juures bituumen täidab katsetingimusi (joonis 9.16). Alla selle temperatuuri loetakse bituumen rabedaks ehk selliseks, et see ei oma enam piisavat vastupanu dünaamilisele koormusele ja väsib, mistõttu hakkavad asfaltkattesse arenema praod.



Joonis 9.16. PG keskmised temperatuurid ehk piir millest allapoole hakkab bituumenil tekkima oht väsimuspragunemiseks.

PG IT osas on leitud suhteliselt madal korrelatsioon katsetulemuste ja asfaltkatte väsimuskindluse osas. Näiteks ALFi katse (joonis 4.17) näitas PG IT (joonisel tähistus „Superpave G* $\sin\delta$ “) puhul korrelatsiooni 0,75; UW-MARCi presentatsioonis käsitletakse ühte teist katsetust asfaltbetoonkatsekehadega, kus saadi korrelatsiooniks vaid 0,19. Sellistel põhjustel on püütud leida uusi meetodeid bituumenite väsimuskindluse määramiseks. Kanadas Ontarios kasutatakse DENTi, mis on leitud korreleeruvat asfaltkatte käitumisega suurepäraselt ja UW-MARC on välja töötanud LAS (ing. *Linear Amplitude Sweep*) katse (peatükk 4.2.2).

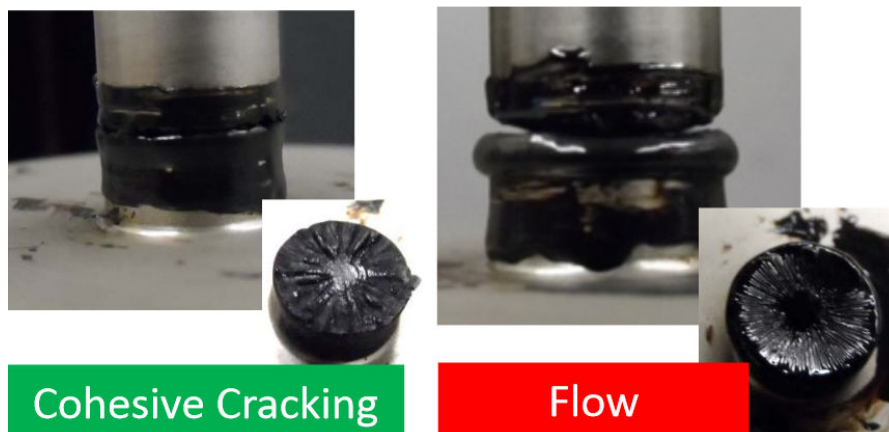
LAS katse tulemused on näidatud graafikutel joonistel 8.17 ja 8.18. Katse sooritatakse kahe deformatsiooni astmega – 2,5 ja 5% ning tulemuseks saadakse, mitu „vantsutamise“ tsüklit bituumen vastu peab. Mida suurem number, seda parem. Test sooritatakse samal temperatuuri, mis PG IT ega ole seega fikseeritud, vaid sõltub katsetatavast bituumenist (katsetemperatuurid toodud joonisel 9.16).



Joonised 9.17 ja 9.18. LAS testi tulemused 2,5 ja 5% deformatsiooni juures. Bituumen E on antud katse tulemusel teistest oluliselt parem.

LAS katse tulemusel eristub teistest tugevalt bituumen E. Teiseks parimat tulemust näitab bituumen D. Ülejäänud bituumenite paremusjärjestust on raske seada, kuna see muutub 2,5 ja 5 % lõikes.

LAS katsega on tihti probleemiks katse läbiviimine ja korrektsete tulemuste saavutamine. Teemat on käsitletud [10]. Katsekehas peab toimuma väsimuspragunemine ehk kohesiivne purunemine. Ohuks on see, et toimub hoopis voolamine ning katse tulemused ei ole seega korrektsed (joonis 9.19).



Joonis 9.19. LAS testi probleemiks on see, kuidas katsekeha puruneb. Vaja on, et tekiks koheesiivne purunemine, mis viitab väsimusele, kuid proovikeha võib hakata voolama [8]

Kokkuvõte väsimuskindlusest

Uuringus käsitleti nelja erinevat testi – duktiilsus, DENT, PG IT ja LAS. Eurostandardites väsimuskindluse testi ei sisaldu, kuid duktiilsus võimaldab anda teatava hinnangu. PG IT puhul on avastatud, et see ei korreleeru asfaltkatete tegeliku käitumisega ning seetõttu on otsitud uusi meetodeid. USAs arendatakse LAS testi ning Kanadas Ontarios kasutatakse DENT testi. Kõikide nelja testi põhjal saadud bituumenite paremusjärjestus on esitatud tabelis ...

Tabel 9.4

Bituumenite paremusjärjestus väsimuskindluse testide andmetel

Bituumeni tähistus	Duktiilsus	DENT	PG IT	LAS
A	2	3	5..7	3..7
B	6	6	5..7	3..7
C	1	4/5	5...7	3..7
D	3	4/5	4	2
E	7	7	1/2	1
F	5	1	1/2	3..7
G	4	2	3	3..7

Tulemused on vastuolulised ega võimalda seega üheselt parimat ega halvimat välja tuua. Kahes testis oli bituumen E viimane ja kahes esimene. Sooritatud testid erinevad üksteisest sellepolest, et duktiilsus ja

DENT venitavad ning PG ja LAS väänavad või „vääntutavad“. Bituumeniuurijatel pole üksmeelt, missugune test on parim. Pidades silmas sõna väsimusPRAGU, võiks eeldada, et kõige täpsem meetod on DENT, mille eesmärk on tekitada katsekehasse pragu. Lähtudes ALFi katsest (joonis 4.17) andis kõikidest testides absoluutselt parima ($R^2 = 0,99$) korrelatsiooni laboritesti ja täismõõdulise katse vahel DENT testi CTOD. Arvestades seda, saaks väsimuskindluse osas tuua välja järgmise paremusjärjestuse:

1. bituumen F;
2. bituumen G;
3. bituumen A;
4. bituumenid C ja D;
5. bituumen B;
6. bituumen E.

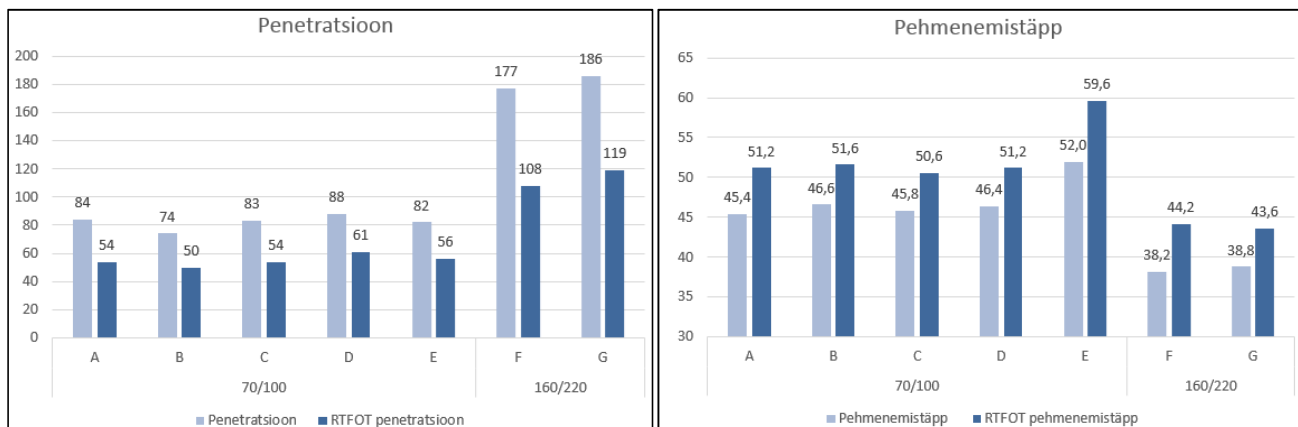
9.1.5. Vastupidavus ajas

Bituumen on orgaaniline materjal, mis õhuhapniku ja soojust käes oksüdeerub ehk tema omadused ei püsi muutumatuna. Väga kõrget temperatuuri avaldatakse tootmise käigus, teekattes olles mõjutab bituumenit päikesevalgus ja erinevad temperatuurid. Peatükis 3.3.3 käsitleti seda, et bituumeni omadused võivad muutuda ka külmudes.

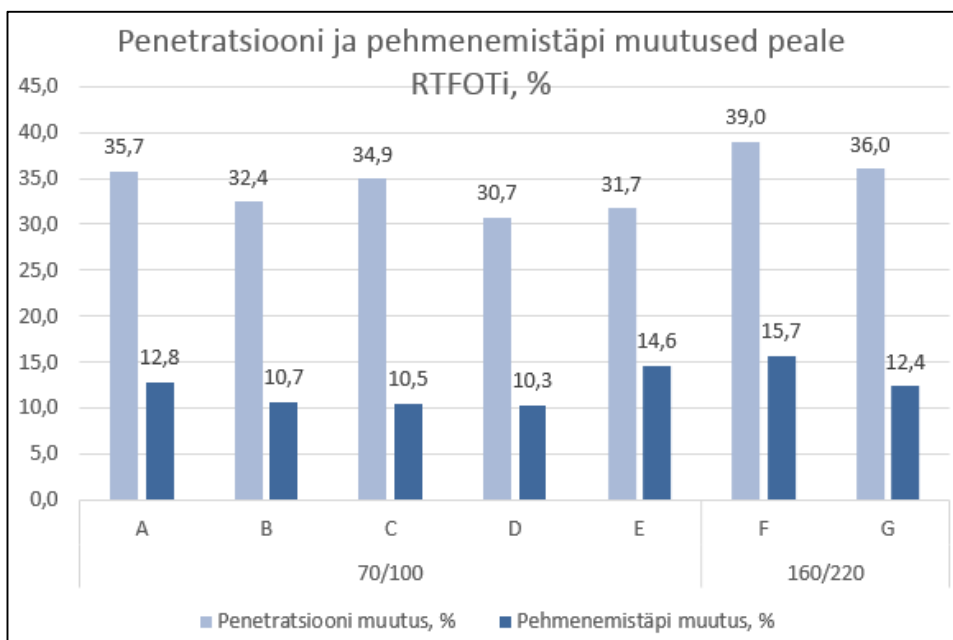
Euroopas kehtiva tootestandardi suureks puuduseks tuleb lugeda ka seda, et bituumenit vanandatakse laboratoorselt vaid lühiajaliselt (**RTFOT**) ehk kirjeldatakse vaid selle tootmisprotsessi ning ei vaadelda seda, mis juhtub bituumeniga peale mõningaid aastaid ekspluatatsioonis olemist. Peale RTFOTi määratakse bituumeni kuumutuskadu, penetratsioon ja pehmenemistäpp ning arvutatakse jääkpenetratsioon ja pehmenemistäpi muutus. Mida väiksemad muutused on, seda parem. Joonised 9.20 ja 9.21 näitavad penetratsiooni ja pehmenemistäpi väärtusi enne ja pärast RTFOTi. Joonisel 9.22 on kujutatud protsentuaalsed muutused ehk mitu protsenti väärtus kas vähenes või suurenes.

Kõige suurem muutus toimus bituumenis F, millele järgnevad G ja A. Kõige vähem muutus bituumen D, millele järgneb E. Peatükis 3.3.1 toodi välja, et vananemine ehk oksüdeerumine vähendab eelkõige aromaatside ühendeid tõstes vaikude ja asfalteenide sisaldust. Samuti selgitati, et suurema aromaatside ühendite sisaldusega bituumenid oksüdeeruvad algselt protsentuaalselt rohkem, kui madalama aromaatside ühenditega bituumenid, mis nähtub ka RTFOTi tulemustest. Kõige suuremad muutused toimusid 160/220 bituumenites, mille asfalteenide sisaldus on väiksem ja aromaatside ühendite sisaldus suurem, kui 70/100 bituumenites.

Joonisel 7.5 on näidatud seost vanaadiumisisalduse ja DSRiga saadud vananemisindeksi vahel. Kirjanduses on viidatud sellele, et vanaadium võib põhjustada kiiremat vananemist.



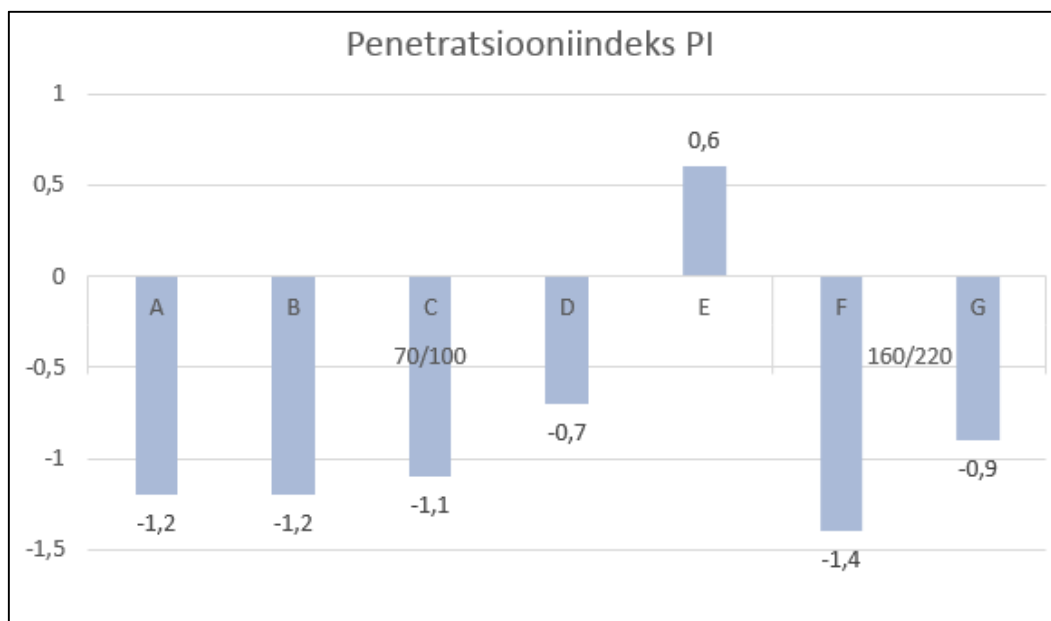
Joonised 9.20 ja 9.21. Penetratsiooni ja pehmenemistäpi muutused peale RTFOTi.



Joonis 9.22. Penetratsiooni ja pehmenemistäpi protsentuaalsed muutused peale RTFOTi.

Läbi penetratsiooni ja pehmenemistäpi arvutatakse välja **penetratsiooniindeks PI**, mis iseloomustab bituumeni temperatuuritundlikkust. Tavabituumenite PI jääb vahemikku -2...+2. Madala PI-ga bituumenid on rohkem Newtoni vedelike moodi, kõrgema PI väärtusega bituumenite elastsed omadused on koormamise ajast sõltuvad ja need bituumenid omavad head vastupanu püsivatele deformatsioonidele. PI suurenedes asfalteenide hulk suureneb aromaatsete ühendite vähenemise arvelt.

PI võib viidata sellele, kas bituumen on puhutud või mitte. Kui PI on üle kahe, on tegemist geel-tüübi bituumeniga, kui alla nulli, on tegemist lahus-tüübiga. Peatükist 6.2 nähtus, et bituumenil E on suur kalduvus pöörduvale jäigenemisele (*reversible hardening*) ja on teada, et bituumen on puhutud. Jooniselt 9.23 selgub, et bituumenil E on ka kõige kõrgem PI (0,6). Kõige väiksem PI on bituumenil F (-1,4), mis omas kõige paremat vastupanu pöörduvale jäigenemisele ja näitas DENT katses parimaid tulemusi.



Joonis 9.23. Uuritud bituumenite penetratsiooniindeks ehk PI.

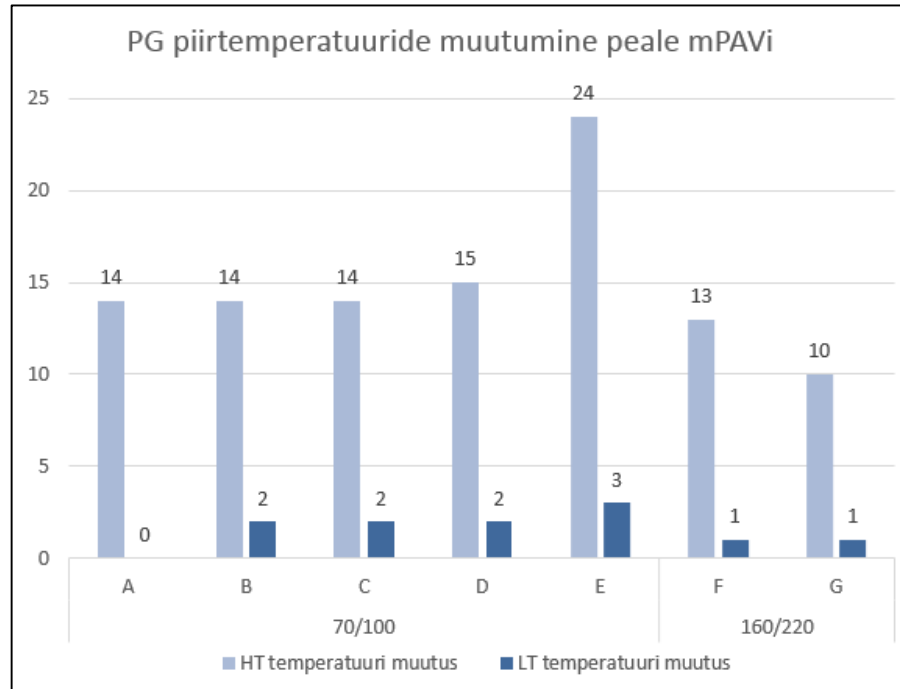
PG süsteemis on RTFOTile lisatud **PAV-test**, mille eesmärk on kirjeldada pikemaajalist kasutust ekspluatatsioonis. Erinevatel andmetel iseloomustab see bituumeni vananemist vahemikus 5...10 aastat. Eesti jääb tõenäoliselt pigem 10 aasta poole. Erinevad PGs tehtavad testid on seotud nii RTFOTi kui PAViga ja seetõttu iseloomustavad juba eelnevalt käsitletud tulemused bituumenite käitumist PG alusel.

Uuringus [7] tuuakse välja, et PG järgne PAV protseduur siiski ei suuda adekvaatselt kirjeldada bituumeni vananemist, kuna katse on ajaliselt liiga lühike. Queensi ülikoolis pakuti seetõttu välja modifitseeritud PAV, mille tulemused on korreleerunud hästi võrdluses olnud katselõikudega. Oksüdeerumise käigus bituumen muutub jäigemaks, mistõttu paranevad kõrgetemperatuurilised ja halvenevad madalatemperatuurilised omadused. Mida vähebituumeni omadused mPAV katses muutuvad, seda parem.

mPAV tulemustest selgub, et kõige rohkem muutub bituumen E (joonis 9.24). Samas muutus E-l RTFOTis penetratsioon kõige vähem. Tulemused kinnitavad teadmist, et tehases vanandatud ehk oksüdeeritud ehk puhutud bituumenid näitavad RTFOTis väiksemat muutust võrreldes otse destilleerimisest saadud bituumenitega, kuid pikaajaliselt vananevad kiiremini ja suuremas ulatuses, mistõttu on teede eluead puhutud bituumenite kasutamisel lühemad. Kõige vähem muutuvad mPAVis G, F ja A, mis on samuti kooskõlas toodud järeldusega – suurema aromaatsete ühendite sisaldusega bituumenid vananevad tehases kõrgetel temperatuuridel kiiremini, kuid ekspluatatsioonis aeglasemalt võimaldades kokkuvõtteks pikemat eluiga.

mPAVi eeliseks on veel see, et katse võimaldab hinnata modifitseeritud bituumenite käitumist vananemisel. Tavaline PAV ei mõjuta SBSi käitumist, kuid mPAV võimaldab vanandada sellega modifitseeritud bituumenit tõepärasemalt saades seega reaalsema katsetulemuse. Probleem laboratoorse

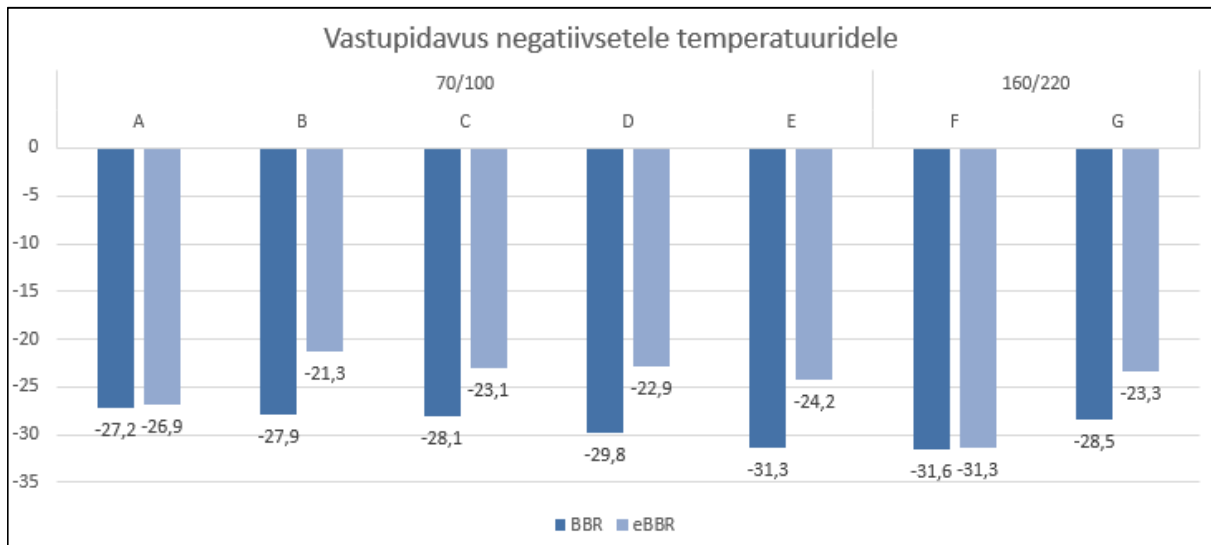
vanandamisega tekib ka siis, kui bituumenites kasutatakse modifikaatoreid, mis soosivad vananemist ehk kiirendavad bituumeni oksüdeerumist; mPAV toob need nõrkused välja.



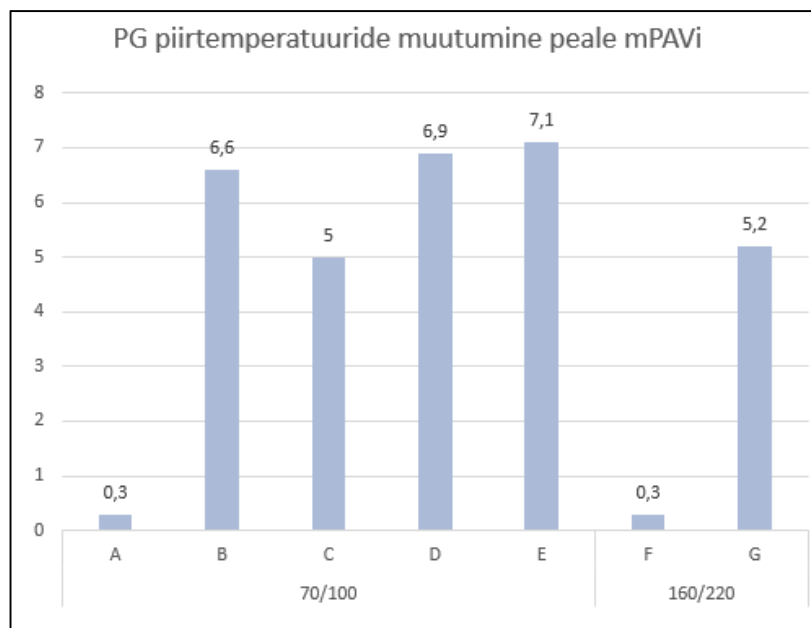
Joonis 9.24. Uuritud bituumenite piirtemperatuuride puutus peale modifitseeritud PAV testi.

Peatükis 3.3.4 käsitleti negatiivsetel temperatuuridel bituumeni omaduste muutumist jäigemaks, mis temperatuuri tõustes kaovad ehk pöörduv jäigenemine (*reversible hardening*). Tegemist on nähtusega, mis põhjustab bituumeni madalatemperatuuriliste omaduste halvenemist ja seda mõõdetakse tavalise BBRi seadmega, kuid erinevatel ajahetkedel. Katse nimi on **eBBR** ehk *extended BBR*. Kui PG järgne katse nõuab katsekeha hoiustamist katsetemperatuuril 1 h, siis eBBRi puhul 1, 24 ja 72 h. Pikaajaline madalal temperatuuril hoiustamine põhjustab bituumenis vaba ruumi kollapsi ehk sisuliselt bituumeni temperatuurikahanemise, asfalteenide koondumine/kobardumine teineteise suhtes ja vaha kristalliseerumise. Erinevatel bituunemitel on erinev vastupanuvõime madalatele temperatuuridele. Joonisel 9.25 on esitatud uuringusse kaasatud bituunemite madalatemperatuuriliste omaduste muutumine eBBRi katses. Joonisel 9.26 tuuakse veel selgemalt välja temperatuuride muutuse.

Tulemustest selgub, et pikaajalisel hoidmisel negatiivsete temperatuuride juures jäävad muutumatuteks vaid bituumenid A ja F. Ontario piirkonnas on seatud piiriks, et eBBRi katses ei tohi muutuda temperatuur rohkem, kui 6 °C. Seega ei vasta bituumenid E, D ja B esitatud kriteeriumile ning nende kasutamine testitud kliimatsoonis (vastavalt PGle) ei oleks lubatud.

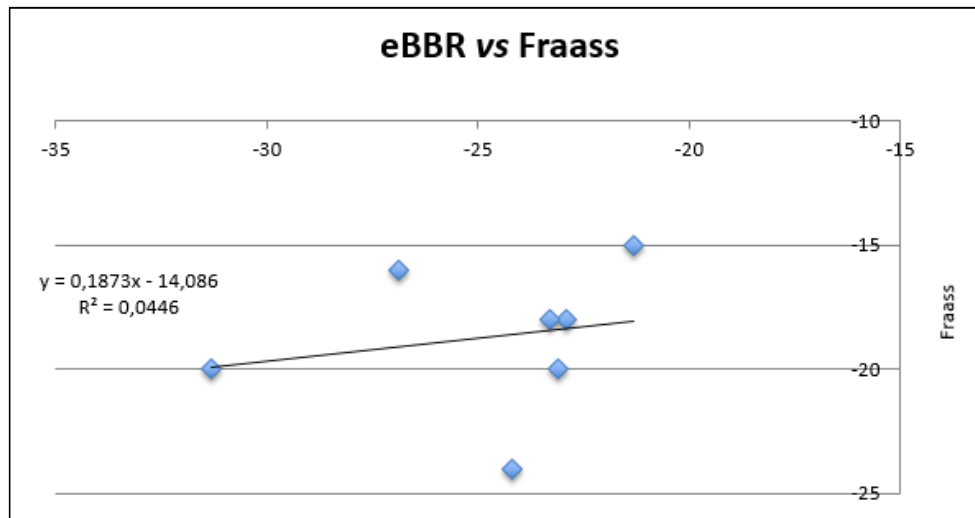


Joonis 9.25. Uuritavate bituumenite vastupanuvõime pikendatud BBR testile. Mida väiksem muutus, seda parem.



Joonis 9.26. Uuritavate bituumenite vastupanuvõime pikendatud BBR testile täpsemalt. Mida väiksem muutus, seda parem.

Seoses sellega, et viie bituumeni madalatemperatuurilised omadused ei ole püsivad, tuleb uuesti üle hinnata negatiivsete temperatuuride paremusjärjestus ja koostada uus võrdus Fraassi tulemustega, mis on esitatud joonisel 9.27, kust selgub, et sarnasust Fraassi ja eBBRi vahel ei eksisteeri ($R^2 = 0,04$).



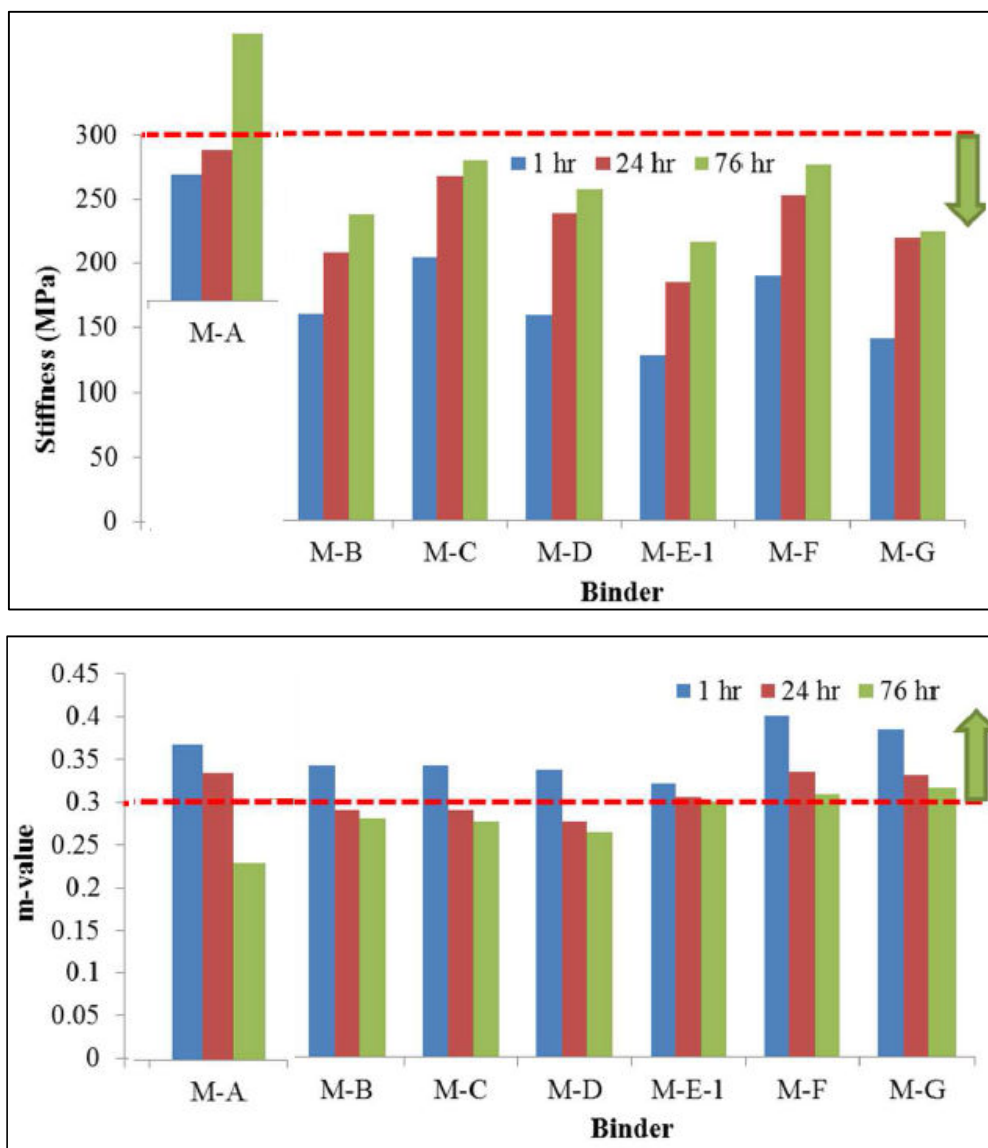
Joonis 9.27. Bituumenite tegelikud vastupanuvõimed madalatele temperatuuridele võrreldes Fraassi murdumistäpiga.

Bituumenite uus paremusjärjestus negatiivsete temperatuuride osas on järgmine (lähtudes eBBRist):

1. bituumen F;
2. bituumen A;
3. bituumen E;
4. bituumenid G, C ja D;
5. bituumen B.

Peatükis 5.5 käsitleti bituumenite **modifitseerimist** viimaks need vastavusse Eestis esinevate temperatuurivahemikega. Kõik tingimused PG osalt said täidetud ning modifitseerimine andis suurepäraseid tulemusi ka tehtud lisakatsetes, kuid mitte eBBRis, mis näitas modifitseerimise tagajärjel halvenenud vastupidavusomadusi.

Joonistelt 9.28 ja 9.29 nähtub, et bituumenid A ja F ei kaota külmumisel omadusi, kuid peale modifitseerimist (A puhul kasutati bioõli ning F puhul taaskasutatud mootoriõli koos plastomeeriga) on nende omadused halvenenud ning materjalid ei täida enam katsetingimusi (tähistatud joonistel punase joonega).



Joonised 9.28 ja 9.29. Modifitseeritud bituumenite testimine eBBR testis näitas, et kasutatud modifikaatorid muudavad bituumenite vastupidavust pikemaajalisele külmumisele tundlikumaks. Kui joonisel 9.26 selgus, et bituumenitel A ja F madala otsa temperatuur püsib muutumatuna, siis antud juhul on see tasakaal rikutud. Märkuseks, et bituumen M-A testiti temperatuuril -18 °C, teised -24 °C.

Kokkuvõte vastupidavusest ajas

Eurostandard ei käsitle bituumenite vananemist ja nende omaduste püsivust ajas piisavalt. Seega ei ole võimalik tehtud testidest saada otseselt infot bituumenite pikaajalisuse osas. Teatud indikatsiooni annavad penetratsiooniindeks PI ja duktiilsuse test. Kui esimene on suhteliselt kõrge ja duktiilsuse näitajad on nõrgad, võib bituumen olla puhutud või lihtsalt kaheldava kvaliteediga ning ei taga seega oodatavat eluiga. Näiteks bituumen E näitas peaaegu kõikides testides teistest bituumenitest parimaid tulemusi, kuid oli

duktiilsuse testi kõige nõrgem ja omas suurimat PId. Ka eBBR test näitas, et bituumen E ei oma pikaajalist vastupidavust negatiivsetele temperatuuridele ehk tema omadused ei ole püsivad.

PG on justkui lahendanud bituumentide pikaajalisuse testi probleemi PAVi, kuid jälgimised katselõikudelt näitavad, et tavaline PAV ei ole piisav ning oleks vaja kasutada modifitseeritud katsetoodikat. PG miinuseks vastupidavuse osas on ka see, et ei arvestata bituumentide omadusi pikemaajalise negatiivse temperatuuri juures. Seetõttu on Ontarios kasutusele võetud pikendatud ehk eBBR test.

Bituumentide paremusjärjestus vastupidavuse osas on järgmine:

1. bituumentid F ja A;
2. bituumen G;
3. bituumen C;
4. bituumen B;
5. bituumen D;
6. bituumen E.

9.1.6. Võrdleva reoloogilise analüüsi kokkuvõte

Euronormijärgsete katsetulemuste kokkuvõtteks saab öelda järgmist:

- EN katsetega saab hinnata bituumentide töödeldavust ning pehmenemistapp on otseses seoses bituumentide töötamisega teel. EN katsed sobivad hindamiseks bituumentide kõrgematemperatuurilisi omadusi.
- EN katse seoses madala temperatuuriga (Fraass ehk murdumistapp) ei korreleeru või korreleerub halvasti bituumentide tegeliku toimivusega.
- EN katsed ei käsitle väsimuskindlust, kuid kaudselt on võimalik hinnata bituumentide toimivust läbi duktiilsuse ja penetratsiooniindeksi.
- ENi puhul on puudujääke bituumentide vanandamises ja pikaajalises vastupidavuses. Ontario ja Wisconsinis ülikoolis tehtud katsed näitasid, et osad bituumentid ja soovitatud modifikatsioonid näitavad tugevat pöörduvat vananemist (ing. *reversible hardening*). Samuti on EN katsetega saadavad tulemused muu maailma kogemustel liiga empiirilised ehk need ei näita otsest korrelatsiooni ekspluatatsiooniga.

Kokkuvõtteks saadi erinevate omaduste ja testide analüüsimise tulemusel tabelis 9.5 esitatud paremusjärjestus. Absoluutset paremusjärjestust on siinkohal raske esitada, kuid seda käsitletakse peatükis 9.3.

Tabel 9.5

Bituumenite paremusjärjestus testitud omaduste põhjal

Bituumeni tähistus	Tööeldavus	Kõrged temperatuurid	Väsimuskindlus	Madalad temperatuurid	Vastupidavus ajas
A	5	2..5	3	2	1..2
B	6	2..5	6	7	5
C	3	2..5	4..5	4..6	4
D	4	2..5	4..5	4..6	6
E	7	1	7	3	7
F	2	6	1	1	1..2
G	1	7	2	4..6	3

Tabelis tekitab küsimusi see, kuidas saab võrdsustada 70/100 bituumeneid 160/220.

9.2. Uuringusse kaasatud bituumenite keemiliste ja reoloogiliste omaduste seosed

Kõige vastuolulisem uuringusse kaasatud bituumen on E. Jättes kõrvale töödeldavuse, siis bituumen E oli parimate omadustega niikaua, kui oli vaja hinnata vastupidavust ajas. Vastuse sellele aitab saada keemiline analüüs. Enne uuringusse kaasatud bituumenite võrdlust keemilisest vaatevinklist, tuleb võtta kokku tegurid, mis määravad bituumeni käitumise ja pikaajalise teekattes ning pindamiskihtides:

1. Toornafta päritolu.

Toornafta päritolust sõltub bituumeni elementkoostis, millega tehakse eelkõige kindlaks, kust bituumen on pärit ehk määratakse „sõrmejälge“ („*fingerprint*“). Näiteks viitab suur vanaadiumisisaldus Venetsueela bituumenile (uuringu bituumenid A ja F) ning nii tehti antud uuringus kindlaks, et bituumenid B...E ja G pärinevad Venemaalt, kuna nende elementkoostis on üksteisele väga sarnane (tabel 7.1) ja oli teada, et üks nendest saadeti uuringumeeskonnale otse Venemaalt pärinevast rafineerimistehasest.

Samuti on leitud seoseid mõne kindla elemendi ja bituumeni oksüdeerumise kiiruse või tootmisprotsessi osas. Näiteks joonisel 7.5 esitati seos vanaadiumisisalduse ja oksüdeerumise vahel, sarnaseid seoseid on toodud ka kirjaduses [peatüki nr 3 viidatud allikas nr 6]. Suurem raua sisaldus võib viidata puhumisprotsessile (raudkloriidi FeCl_3 kasutatakse oksüdeerumisprotsessi katalüsaatorina). Samuti võib suurema rauasisaldusega bituumentitel toimuda oksüdeerumisprotsess kiiremini. Näiteks Soomes kasutati asfaltbetooni fillerina lendtuhka, millel rauasisaldus oli kõrge. Tulemusena bituumen oksüdeerus kiiresti

ja muutus jäigaks, mistõttu asfaltkatted lagunesid oodatust oluliselt kiiremini. [Terhi Pellineni ettekanne bituumenikonverentsil TTÜs 19.02.2015]

Toornaftas ei esine tsinki (Zn) ega molübdeeni (Mo). Kui elementkoostise analüüsi avastatakse nimetatud elemente, siis nende sisaldus viitab vanade mootoriõlide põhjade kasutamisele bituumenis.

Toornafta päritolust sõltub bituumeni fraktsioonide koostis, nende omavaheline suhe ja tasakaal, läbi selle bituumeni pikaajaline vastupidavus ning omadused. Madala asfalteenidesisaldusega bituumenid või need, milles on palju aromaatsid ühendeid, kusjuures kolloidne süsteem peab olema stabiilne (vastasel juhul sadestuvad asfalteenid välja), ja vähe lineaarseid alkaane (parafiine), on hea vastupidavusega.

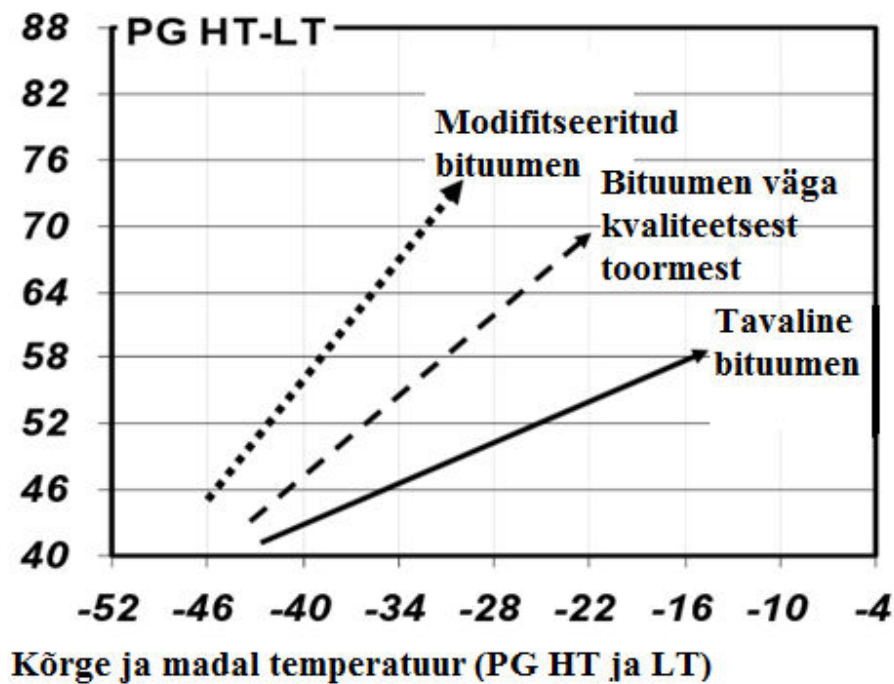
2. Tootmisprotsess

Rafineerimistehastes toodetakse bituumeneid kolmel viisil (joonised 2.1 ja 2.2) – vaakumdestillatsioon, puhumine (eka kergelt puhutud) ja segamine (kas samast või erinevast toormest pärit erineva viskoossusega bituumenid ja õlid segatakse omavahel saamaks soovitud omadustega lõpp-produkti).

Üldiselt otse vaakumdestillatsioonist tulenevate bituumenite omadusi ei ole kuntslikult mõjutatud ning nende toimivuse määrab toornafta päritoluga seonduvad küsimused – elementkoostis, fraktsioonide tasakaal, parafiinide sisaldus. Väga hea toimivusega on lahus-tüüpi bituumenid, vastupidavusega võib probleeme olla geel-tüüpi ehk kõrge asfalteenidesisaldusega bituumenitel (peatükk 3.3).

Puhumisprotsessi eesmärk on suurendada bituumeni temperatuurivahemikku. Vaakumdestillatsioonist tulnud bituumen talub temperatuurivahemikku kuni ca 90 °C, üle selle tuleb tootmisprotsessi või bituumenit modifitseerida (joonis 8.1 ja 8.2). Rafineerimistehastes kasutatakse selleks puhumist ehk oksüdeerimist. Bituumeni vastupidavust silmas pidades ei ole tegemist soovitava tehnikaga ning seega tuleks seda vältida. Peatükis 3.3.1 toodi välja, et oksüdeerimisel muutub bituumen jäigemaks, mille tulemusel halvenevad omadused madalatel temperatuuridel ning bituumeni eluiga lüheneb. Puhumisprotsessiga tekitatakse geel-tüüpi bituumen, mille kõrgetemperatuurilised omadused on väga head, kuna asfalteenid on koondunud kokku, aga madalatel temperatuuridel ei võimalda taoline bituumen leevendada tekkivaid pingeid ning tekivad temperatuuripraod (peatükk 3.3.3).

Segamise (ing. *blending*) eesmärk on kasutada ära materjali, mis enam bituumeniks ei sobi. Piltlikult öeldes võetakse toornaftast kõik, mis võtta annab. Ehk rafineerimisprotsess viiakse nii kaugele, et järelejäänud „põhi“ enam kasutamiseks ei sobi. Seejärel segatakse sinna gudroone ja kergemaid õlisid tagasi saamaks sobivate omadustega bituumen. Taoline protsess võib rikkuda bituumeni kolloidset stabiilsust, eriti kui õlid pärinevad teisest toormest. Peatükis 3.3.2 käsitleti, et bituumeni vastupidavuse suhtes on kriitilise tähtsusega asfalteenide ja malteenide omavaheline kokkusobivus ning kolloidse süsteemi stabiilsus, segamisega seda rikutakse.



	52	58	64	70	76 °C
-16	52-16	58-16	64-16	70-16	76-16
-22	52-22	58-22	64-22	70-22	76-22
-28	52-28	58-28	64-28	70-28	76-28
-34	52-34	58-34	64-34	70-34	76-34
-40	52-40	58-40	64-40	70-40	76-40
°C					

= "Tavaline" bituumen
 = Kõrge kvaliteediga bituumen
 = Vajalik modifitseerimine

Joonised 9.30 ja 9.31. Põhimõtteline skeem temperatuurivahemike ja bituumeni olemuse vahel. Kui nõutav temperatuurivahemik tõuseb üle 92 °C, ei ole seda puhaste bituumenitega enam võimalik saavutada [Pavementinteractive].

3. tootmisprotsessile järgne tegevus ehk modifitseerimine.

PG-süsteem põhineb kahe äärmusliku temperatuuri järgi bituumeni sobivuse hindamises. Põhimõtteliselt on ainsaks nõudeks see, et bituumen vastaks uuritavatel temperatuuridel etteantud katsetingimustele. Kui vajaminevad temperatuurid erinevad vaakumdestillatsioonist tulnud bituumeni võimalustest, tuleb seda

modifitseerida. Üheks võimaluseks on eelnevalt kirjeldatud puhumine ja segamine ning teiseks lisanditega modifitseerimine (lisandeid kasutatakse ka paralleelselt tootmise võimalustele).

Erinevad lisandid, mida kasutatakse, on polümeerid, jääkõlid (mineraal- ja bioõlid), happed ja vahad. Väga suur osa lisanditest halvendab bituumeni vastupidavust eriti madalatele temperatuuridele, kuna muudab bituumeni struktuuri geel-tüübiks, mis ei tule madalatel temperatuuridel toime tekkivate pingete leevendamisega. Seega tuleks sobilike lisandite kasutamisel jälgida seda, mis pikaajalist toimet need avaldavad – lisand ei tohi hanvendada bituumeni omadusi.

9.2.1. Uuringusse kaasatud bituunemite analüüs keemilisest vaatevinklist

Reoloogia ja vastupidavus ajas

Bituumen E temperatuurivahemik PG järgi on 100 °C (Queens *true grade* 69-31), mida ei ole vastavalt joonistele ... võimalik puhta bituumeniga saavutada. Ükski keemiatest ei näidanud, et bituumenisse E oleks lisatud PGd tõstvat lisainet ja järelikult peab see olema puhutud ehk tehases oksüdeeritud. Üldiselt saavutatakse oksüdeerimisega väga head kõrgetemperatuurilised omadused, kuna materjal on asfalteeniderikas. Bituumenis E oli ka suurem rauasisaldus, mis võib viidata raudoksiidi kasutamisele puhumisprotsessis. Võib olla, et bituumenisse E on sisse segatud ka gudroone või õlisid, mis on saadud sama toorme destilleerimisest ning seeläbi on saavutatud (näiliselt) head madalatemperatuurilised omadused.

Puhumine tõstab bituumenis asfalteenide sisaldust ja vähendab aromaatsete ühendite hulka. Kergema õli sisseseamisega püütakse aromaatsed ühendid materjalile tagasi anda, kuid nii saadav lõpp-produkt ei ole pikaajaliselt stabiilne – materjal vananeb eksploatatsioonis kiiremini ja madalatel temperatuuridel hakkab toimuma pöörduv jäigenemine.

Bituumenitel B, C, D, E ja G toimus madalatel temperatuuridel hoiustamisel omaduste halvenemine, bituumenid kaotasid alumisest temperatuurist 5,0 kuni 7,1 °C, samal ajal kui bituumenitel A ja F oli temperatuurikadu vaid 0,3 °C (eBBR, tabel 6.5). Nähtust nimetatakse pöörduvaks jäigenemiseks (ing. *reversible hardening*), mis tähendab, et kuumutamisel bituumeni omadused taastuvad. Sellest on siiski vähe kasu, kuna madala temperatuuri omaduste halvendamine tähendab seda, et tõenäosus temperatuuripragude mitte tekkimisele väheneb; 6 °C kraadi „kadumine“ eBBRi katses vähendab tõenäosust, et külmal talvel ei teki asfaltkattesse temperatuuripragusid 98%-lt vähem kui 50%-le.

GC-MS uuring näitas, et pöörduvat jäigenemist näidanud bituumenitel on võrreldes bituumenite A ja F-iga oluliselt kõrgem *n*-alkaanide ehk makrokristallilise vaha sisaldus, mis temperatuuri alanedes kristalliseerub (joonis 7.12), mis on üks peamisi põhjuseid pöörduvaks jäigenemiseks. See on kolmas selgitus, miks bituumen E omadused halvenesid ajas.

eBBRi tulemustega oli kooskõlas ka DENT (LS-299, tabel 6.6) tulemused, mis võimaldab hinnata bituumeni väsimuskindlust. Eestis enamesinevatel temperatuuridel (ca +5 °C) olid bituumenid rabedad, v.a bituumen F. Bituumen A oli 70/100 bituumenitest märkimisväärselt parem. Ka see on tõenäoliselt tingitud teiste bituumenite suhteliselt kõrgest makrokristallilise vaha sisaldusest. Reeglina, kui bituumenil on head pikaajalised omadused madalatel temperatuuridel, on need ka kõrgema väsimuskindlusega.

Päritolu

Keemiauuringuga nähti, et bituumenitel A ja F oli teistest märgatavalt kõrgem vanaadiumisisaldus, mis näitas nende Venetsueela päritolu. Ülejäänud bituumenid (v.a bituumen H) olid väga sarnaste elementkoostistega ning on teada, et kõik pärinevad Venemaalt.

Kõige suurem vananemisindeks (RTFOT testi alusel) oli bituumenitel A ja F ning seoses sellega leiti korrelatsiooni vanaadiumisisaldusega (joonis 7.5). Venetsueela bituumeni kiirema vananemise põhjuseks võib olla ka IR-iga avastatud teistest bituumenitest suurem vanandamata bituumeni karbonüülindeks (joonis 7.8 ja tabel 6.1). Sarnane trend/seos karbonüülindeksiga nähtub bituumeni E puhul. Pikendatud PAV-katses (mPAV, LS-228) tõusis esile samuti bituumen E, mille kõrgem temperatuur tõusis 24 °C võrra, teistel bituumenitel jäi see 14 °C peale. See kinnitab arvamust, et bituumen E on puhutud (sellele viitab ka suur PG järgne temperatuurivahemik tabelis 6.3) ning A ja F mitte (hoolimata viimaste kõrgetest karbonüülindeksitest – see võib olla tingitud kas kergest puhumisest või teadmata lisanditest, mis ei ole siiski halvendanud nende bituumenite reoloogilisi omadusi).

Modifitseerimine

Kanada kogemustele tuginedes on teada, et bituumeni pikaajalisust vähendavad odavad lisandid, millega püütakse suurendada PG järgset temperatuurivahemikku – vanad mootoriõlid, bioõlid, happed, vahad, erinevad polümeerid. Mitte ühtegi lisandit bituumenitest ei avastatud (peatükid 6.1 ja 6.3).

Peatükis 5.5 käsitleti uuringusse kaasatud bituumenite modifitseerimist vastavalt USA kogemustele sobitamaks neid meie kliimaatilistesse oludesse (temperatuurikaardid joonistel 5.11 ja 5.12) vastavalt PG nõuetele (tabel 5.6). Selleks soovitati peamiselt õlide lisamist koos polümeeridega (nn. hübriidmodifitseerimine). Modifitseeritud bituumenid täitsid täielikult PG nõuded, kuid probleem tekkis eBBRi katsega, milles tuli esile modifitseeritud bituumenite pöörduva jäigenemise nähtus (joonised 5.34 – 5.37). Kirjanduses on mitmeid näiteid selles osas, kuidas õlidega modifitseerimine halvendab pikaajalises perspektiivis bituumenite omadusi [näiteks peatüki nr 3 viidatud allikas nr 4], mis sai ka siinkohal kinnitust. Tabelist 6.5 nähtus, et bituumenitel A ja F ei esine pöörduvat jäigenemist, kuid nagu nähtub joonistelt 5.34 kuni 5.37, muutub olukord õliga modifitseerimisel. Mootoriõlid sisaldavad suures osas parafiine (sisaldab kristalliseeruvat vaha), mis madalatel temperatuuridel kristalliseeruvad ning õlid halvendavad asfalteenide „lahustuvust“ malteenides ning kokkuvõttes põhjustavad asfalteenide välja sadestumist.

Kokkuvõte

Reoloogiliste tulemuste alusel nähti, et uuritavad bituumenid erinesid üksteisest märkimisväärselt. Kuna lisandeid bituumenites ei avastatud, on erinevuse põhjuseks bituumenite päritolu (keemiline koostis, makrokristallilise vaha olemasolu Vene bituumenites) ja tootmisprotsess (puhumine).

9.3. Uuringusse kaasatud bituumenite iseloomustus ja Eesti tingimustesse sobivus

Tabelis 9.5 ei antud bituumenitele üldist pingerida. Üheks põhjuseks on see, et viis bituumenit on penetratsiooniga 70/100 ja kaks 160/220, mistõttu erinesid nende kõrgetemperatuurilised omadused ja seetõttu tuleks käsitleda igat bituumenit individuaalselt.

Eestis esinevad teekatete temperatuurid esitati joonistel 5.14 ja *split PG* alusel on need järgmised:

Kõrged temperatuurid	Negatiivsed temperatuurid
+52, +54 ja +56 °C	-28...-40 °C (kahekraadiste vahedega)

Enamus Eestit on PG 56-34 (Rakvere, Paide, Viljandi), 56-36 (Rapla, Otepää, Valga) ja 56-38 (Võru, Jõhvi, Tartu. Tallinn asetseb PG 54-32, Pärnu PG 56-32. Kõik tulemused on 98% tõenäosusega.

Esinevatest temperatuuridest lähtuvalt saab otsustada, kui suurel määral sobiksid uuringusse kaasatud bituumenid kasutamiseks Eestis PG alusel.

A – Venetsueela päritolu 70/100 bituumen (kinemaatiline viskoossus 368 mm²/s, penetratsioon 84 x 0,1 mm, pehmenemistäpp 45,4 °C, murdumistäpp -16 °C), PG margiga (*true grade*) 63-18-27*. Kergelt töödeldav, vastab Eestis vajaminevale kõrgele temperatuurile, väga hea väsimuskindlusega, ei vasta madalatemperatuurilistele nõuetele, kuid on 70/100 bituumenitest parim, kuna täidab ainukesena 50% tõenäosusega PG alumise temperatuuri nõude.

B – Vene päritolu 70/100 bituumen (kinemaatiline viskoossus 382 mm²/s, penetratsioon 74 x 0,1 mm, pehmenemistäpp 46,6 °C, murdumistäpp -15 °C), PG margiga (*true grade*) 63-18-21*. Kergelt töödeldav, vastab Eestis vajaminevale kõrgele temperatuurile, halva väsimuskindlusega, ei vasta madalatemperatuurilistele nõuetele.

C – Vene päritolu 70/100 bituumen (kinemaatiline viskoossus 357 mm²/s, penetratsioon 83 x 0,1 mm, pehmenemistäpp 45,8 °C, murdumistäpp -20 °C), PG margiga (*true grade*) 64-19-23*. Kergelt töödeldav, vastab Eestis vajaminevale kõrgele temperatuurile, keskmise väsimuskindlusega, ei vasta madalatemperatuurilistele nõuetele.

D – Vene päritolu 70/100 bituumen (kinemaatiline viskoossus 358 mm²/s, penetratsioon 88 x 0,1 mm, pehmenemistäpp 46,4 °C, murdumistäpp -18 °C), PG margiga (*true grade*) 62-18-23*. Kergelt töödeldav, vastab Eestis vajaminevale kõrgele temperatuurile, keskmise väsimuskindlusega, ei vasta madalatemperatuurilistele nõuetele.

E – Vene päritolu 70/100 bituumen (kinemaatiline viskoossus 660 mm²/s, penetratsioon 82 x 0,1 mm, pehmenemistäpp 52,0 °C, murdumistäpp -24 °C), PG margiga (*true grade*) 69-13-24*. Raskesti töödeldav, vastab Eestis vajaminevale kõrgele temperatuurile, halva väsimuskindlusega, ei vasta madalatemperatuurilistele nõuetele.

F – Venetsueela päritolu 160/220 bituumen (kinemaatiline viskoossus 212 mm²/s, penetratsioon 177 x 0,1 mm, pehmenemistäpp 38,1 °C, murdumistäpp -20 °C), PG margiga (*true grade*) 56-13-31*. Uuritud

bituumentest parimate omadustega. Kergelt töödeldav, väga heade omadustega väsimuskindluse ja madalate temperatuuride osas – täidab ca 90% tõenäosusega PG alumise temperatuuri nõude. Kõrge temperatuur vastab täpselt Eestis vajaminevale +56 °C (*split PG* alusel).

G – Vene päritolu 160/220 bituumen (kinemaatiline viskoossus 191 mm²/s, penetratsioon 186 x 0,1 mm, pehmenemistäpp 38,8 °C, murdumistäpp -18 °C), PG margiga (*true grade*) 53-15-23*. Kergelt töödeldav, hea väsimuskindlusega, kuid ei vasta vajaminevatele kõrgetele ega madalatele temperatuuridele.

**PG miinustemperatuuride osas on võetud arvesse eBBRi tulemused.*

Parim bituumen asfalteerimistöödeks Eestis on bituumen F, millele järgneb A. Bituumenid B, C, D ja E ei vasta üksi negatiivsetele temperatuuridele ja seetõttu tekivad neis Eesti asfaltkatetes kasutamisel mikropraod. Põikpragude ilmumine sõltub asfaltbetooni ja kogu teekonstruktsiooni omadustest, mitte ainult bituumenist. Seega ei saa bituumeneid B, C, D ja E tingimata välistada, kuid nende toimet peab uurima koostöös täitematerjaliga ehk sobivus tuleb hinnata asfaltbetooni omadustest lähtuvalt. Bituumenit G on tõenäoliselt vaja modifitseerida, kuna ei vasta kõrgetemperatuurilistele omadustele.

Kokkuvõte

Analüüsist selgus, et parim bituumen on F, mille penetratsioon on 160/220, mistõttu erineb ta tavapäraselt kasutatavatest 70/100 bituumentest. Enne selle kasutuselevõttu on kindlasti vajalik vaadelda sellega valmistatud asfaltbetooni omadusi. Arvestades Eesti tänast praktikat on parimaks bituumeniks A.

Uuringusse ei olnud kaasatud ühtegi bituumenit 70/100 ja 160/220 vahepealsest piirkonnast, st 100/160, kuna need ei ole Eestis kasutatavad. Antud uuringus nähtus, et parimate omadustega on Venetsueela päritolu bituumen, kuid 70/100 jäi madalate temperatuuride jaoks liiga sitkeks ja 160/220 ei pruugi täita kõrgetemperatuurilisi omadusi. Oleks loogiline, et nende vahepealne, s.t Venetsueela toormest valmistatud 100/160 bituumen, täidaks kõik vajalikud omadused.

9.3.1. Bituumeni „sobitamine“ kliimasse ehk omaduste muutmine vastavalt vajadustele

Uuringuga selgus, et Eestis kasutatavate bituumentide puhul on probleeme eelkõige omadustega madalatel temperatuuridel ja nende omaduste püsivusega ajas pöörduva vananemise näol (ing. *reversible hardening*) ning väsimuskindlusega.

Pidades silmas madalaid temperatuure soovitasid Wisconsin Ülikooli UW-MARC teadlased hübriidmodifitseerimist (õlid ja polümeerid koos), mida käsitleti peatükis 5.5, Kõik oli hea kuniks sooritati eBBR test, mis näitas, et soovitatud modifitseerimine halvendas oluliselt bituumeni stabiilsust. Kirjandusest on teada, et õlidega modifitseerimist võiks teha vaid naftensete bituumentidega, mis ei hakka madalatel temperatuuridel kristalliseeruma. Oluline on, et lisatavate õlide molekulide suurus oleks sobivad (sobivust saab mõõta GPC-ga) ning on vaja eriseadmeid kontrollimaks, et modifikatsioon oma koosluselt bituumeniga oleks ka pikaajaline (eBBR ja DENT, mPAV).

Seoses modifitseerimisvajadusega andis head tagasisidet prof. Pellinen Aalto ülikoolist. Soome peateedel kasutatakse (Vene) bituumeneid penetratsiooniga 50/70 ja tulemused on pigem head, s.t temperatuuripragudega ei ole asfaltkatetes väga probleemi, mida võiks käesoleva aruande põhjal

järeldada. Samas näitavad Eesti kogemused, et 50/70 bituumenite kasutamine tekitab asfaltkattes temperatuuripraod, sama järeldus tuli välja bituumenite hindamisel PG alusel. Võimalikud põhjused, miks Soomes jäigemate bituumenitega probleeme väga ei esine, on:

- On avastatud, et temperatuuripraod muutuvad nähtavaks kevadel, kui teekonstruktsioon hakkab juba sulama⁸. Külmade temperatuuridega tekivad bituumenis mikropraad, mis koonduvad mahukahanemise tõttu asfaltkattes ühte kohta. Kui kevadel hakkab teekonstruktsioon sulama, väheneb tee kandevõime kordades, s.t läbipaine koormuse tõttu on suurem. Kevadel ei ole veel asfaltkate piisavalt soe, et bituumenisse tekkinud mikropraad kokku sulaksid (peatükist 6.2 nähtus, et enamuse bituumeneid on 5 °C juures rabadad). Seetõttu on taoline piirkond eriti haavatav. Soomes on teekatendite kandevõimed meie omadest ca 30 % suuremad ehk teekatendi läbipaine kevadel väiksem. Mida õhem on kate, seda andestavam peab bituumen oma venivusomadustelt olema ehk lubama suuremaid läbipaindeid.
- Soomes kasutatakse ca 30% paksemaid asfaltkatteid, mistõttu töötavad nende seotud kihid rohkem ühtse plaadi/massina, kui meie omad.

Seega ei ole Eesti tingimustes bituumenite PG järgne modifitseerimine, nagu seda UW-MARCI poolt soovitati, tingimata vajalik. Praegustele tulemustele tuginedes saab öelda, et mitte kõik 70/100 bituumenid ei ole Eestis sobilikud ja tuleks kaaluda pehmemate bituumenite kasutamist, selmet vedeldada neid jääkõlide kasutamisega, kuna vastasel juhul ei ole asfaltkattel piisavalt pikaajalist vastupidavust meil esinevatele madalatele temperatuuridele. Pehmemate bituumenite kasutuselevõtuga on vaja üle kontrollida olemasolev praktika asfaltkatete projekteerimisel, eriti deformatsioonikindluse osas. Üldiselt on aksepteeritud seisukoht, et roobaste vastu peab asfaltkattes töötama pigem täitematerjal, kui bituumen. Loomulikult mõjutab ka viimane, kuid seda tuleks olemasolevate asfaltsegude puhul kontrollida.

9.4. PG ja Ontario süsteemi kasutatavusest Eestis

PG idee on suurapärane – testida bituumenit toimivuspõhiselt ja vajadusel seda modifitseerides. Aastate jooksul on siiski PG osas ilmnenu mitmeid negatiivseid külgi. Mitte kõik tehtavad testid (väsimuskindlus, kehtiv BBR protokoll) ei korreleeru sellega, kuidas bituumen asfaltkattes käitub. Seetõttu on mitmed muud testid arendamisel ja näiteks Kanadas Ontario piirkond juba kasutab PGst edasiarendatud süsteemi.

Põhja-Ameerika ekspertidega konsulteerides selgitati, et süsteem töötas mingi ajani väga hästi, kuni leiti kitsaskohad, mida hakati tööstuse poolt ära kasutama. Näiteks ei võimalda „tavaline“ PG nõuetekogum hinnata adekvaatselt modifitseeritud bituumeneid, juhtides tootjad tugevalt ülemodifitseeritud bituumeniteni. PG-süsteemi integreeritud väsimuskatse väljund keskmistel temperatuuridel ei ole piisavalt hästi seotud teekatte tegeliku käitumisega ja BBR katses on proovikeha konditsiooni viimine liiga lühiajaline, et määrata tegelik bituumeni vastupidavust madalatel temperatuuridel.

⁸ Iliuta, S., Andriescu, A., Hesp, S.A.M. and Tam, K.K., Improved approach to low-temperature and fatigue fracture performance grading of asphalt cements. Proc. Can. Tech. Asphalt Assoc., 2004b, 49, 123–158

PG süsteem soosib meie kliimaga sarnastes regioonides asuvate riikide kogemustele tuginedes kaheldava väärtusega modifikatsioonide kasutamist (PPA, taaskasutatavad mootoriõlid, bioõlid, vahad) ega suuda kõrvaldada neid sideaineid ja lisandeid, mis tegelikult tee pikaajalisust ei taga. Just seetõttu on Ameerikas ja Kanadas otsitud ja arendatud uusi katseid.

PG-süsteemile üleminek muudaks radikaalselt meie arusaamist, missugune peaks bituumen olema, nagu nähtus tabelist 5.8. PG süsteemile üle minnes või selle põhimõtteid täies ulatuses rakendades tuleks täielikult üle vaadata ka asfaltsegude koostis ja asfaltsegude projekteerimine. Samuti oleks vajalik suur investeering seadme parki ja inimeste koolitamiselle.

PG on siiski oluline edasimineku võrreldes Euroopa standarditega võimaldades määrata bituumeni reoloogilisi omadusi kahes äärmuslikus temperatuuris, samuti arvestatakse bituumeni vananemisega ja konkreetse tee katte temperatuurivaheldustega.

Tuginedes Ameerika põhjaosariikide ja Kanada kogemustele seda süsteemi kuritarvitatakse, mistõttu ei oleks vaid PG-nõuete rakendamine sellisel kujul Eestis otstarbekas.

Kanada

Kanada (vähemalt mõningad piirkonnad) on samuti võtnud kasutusele PG, kuid kogemus sarnaste bituumenitega samadel objektidel on täiesti erinev - osad lõigud lagunevad, teised püsivad aastaid. See on ajendanud PG edasiarendusele ja avastatud kitsaskohtade kõrvaldamisele. Kanadas tehtud uuringute tulemusena on seal loodud hetkel kõige täiuslikum/arenenum süsteem, millega on kõrvaldatud PG miinused.

Kanada kogemuse täielik rakendamise Eestis nõuab sama investeeringut seadmetesse ja inimestesse, kui nõuaks PG. Samuti vajaks asfaltsegude projekteerimine põhjalikku ülevaatamist.

Ühe kontrollkatsena, mida saaks Kanada süsteemist üle võtta, on DENT ehk väsimuskindluse katse, mida sooritatakse duktiilsuse katseseadmes. Vajalikuks investeeringuks on vaid vormid ja andmete analüüsimiseks tarkvara.

Kasutatud kirjandus

1. Kandhal, P. S. "Low-Temperature Ductility in Relation to Pavement Performance," Low-Temperature Properties of Bituminous Materials and Compacted Bituminous Paving Mixtures, ASTM STP628. C. R. Marek, Ed.. American Society for Testing and Materials, 1977, pp. 95-106.
2. Subramani, S. K. Validation of New Asphalt Cement Specification Test Methods using Eastern Northeastern Ontario Contracts and Trial Sections, MSc. Thesis, Department of Chemistry, Queen's University, Kingston, Ontario, Canada, 2009.
3. Hesp, S. A. M., A. Soleimani, S. Subramani, P. Marks, T. Philips, D. Smith, and K. K. Tam. Asphalt Pavement Cracking: Analysis of Extraordinary Life Cycle Variability in Eastern and Northeastern Ontario. International Journal of Pavement Engineering, Vol. 10, No. 3, 2009, pp. 209–227.
4. Ahmed et.al. Effect of warm mix additives and dispersants on asphalt rheological, aging, and failure properties. Construction and Building Materials 37 (2012) 493–498;
5. Shell Bitumen Handbook, 5th edition;

6. Kandhal, P. S. "Low-Temperature Ductility in Relation to Pavement Performance," *Low-Temperature Properties of Bituminous Materials and Compacted Bituminous Paving Mixtures*, ASTM STP628. C. R. Marek, Ed.. American Society for Testing and Materials, 1977, pp. 95-106.
7. Erskine et.al. Another Look at Accelerated Aging of Asphalt Cements in the Pressure Aging Vessel. 5th Eurasphalt & Eurobitume Congress, 13-15th June 2012, Istanbul.
8. Wang, C., Castorena, C., Kluttz, B., Puchalski, S. PowerPoint presentatsioon "Development of Failure Criterion for Linear Amplitude Sweep (LAS) Test".
9. Farrar, M., J. PowerPoint presentatsioon "Abalos. Asphalt Binder Large Amplitude Oscillatory Shear".

10. Lõppjärgeldused

Uuringu tulemusena leiti, et olukord bituumenitega Eestis ei ole halb, turul olevad bituumnid on kas väga head või keskmised. See tähendab, et hetkel ei segata bituumenitesse vanu mootoriõlisid ega muid taolisi pehmendajaid ega ka modifikaatoreid. Suuremateks probleemideks on puhutud bituumenite kasutamine (taoliste materjalide eluiga on lühem, kuna oksüdeeruvad kiiresti ja madalatemperatuurilised omadused ei püsi) ja Vene bituumenites sisalduv kristalliseeruv vaha, mistõttu kannatab omadused madalatel temperatuuridel ning väsimusomadused.

Analüüsist selgus, et parim bituumen on F, mille penetratsioon on 160/220, mistõttu erineb ta tavapäraselt kasutatavatest 70/100 bituumenitest. Enne selle kasutuselevõttu on kindlasti vajalik vaadelda sellega valmistatud asfaltbetooni omadusi. Arvestades Eesti tänast praktikat on parimaks bituumeniks A.

Uuringusse ei olnud kaasatud ühtegi bituumenit 70/100 ja 160/220 vahepealsest piirkonnast, st 100/160, kuna need ei ole Eestis kasutatavad. Antud uuringus nähtus, et parimate omadustega on Venetsueela päritolu bituumen, kuid 70/100 jäi madalate temperatuuride jaoks liiga sitkeks ja 160/220 ei pruugi täita kõrgetemperatuurilisi omadusi. Oleks loogiline, et nende vahepealne, s.t Venetsueela toormest valmistatud 100/160 bituumen, täidaks kõik vajalikud omadused.

Probleemiks on täna see, et ENist lähtudes ei ole võimalik bituumeneid täpselt omavahel eristada; ei ole võimalik saada infot bituumenite reoloogiliste omaduste kohta erinevatel temperatuuridel. Seetõttu on oht, et bituumenimüügist saadava kasumi suurendamiseks hakatakse kasutama odavaid modifikaatoreid, mis tegelikult bituumeni pikaajalisi omadusi oluliselt halvendavad ning me avastame need liiga hilja, kuna Eestis puuduvad vajalikud seadmed (täiskomplektis teaduslabor).

Eesti bituumenilaborites või mujal, mida saaks kasutada bituumeni uurimiseks, on olemas penetratsioon, pehmenemistäpp, viskoossus (dünaamiline ja kinemaatiline), murdumistäpp, leektäpp, RTFOT, duktiilsus, elastne taastuvus, DSR, mida oleks vaja seadistada spetsiaalselt bituumenite jaoks, XRF, IR, GC-MS. Puudu on seadmed BBR, PAV, GPC ja DENT.

Situatsioon täna Eesti bituumeniturul on järgnev:

- Bituumen tuleb kahest allikast – Venetsueela ja Venemaa. Rakendades PG süsteemi vajaksid kõik uuringusse kaasatud bituumenid (pea 70/100 ja 160/220) modifitseerimist, kuna need ei suuda tagada toimimist madalatel temperatuuridel. Tulemuseks on teekatetes nähtavad põikpraod. Sellest nähtub, kui keerulise kliimaga Eestis on;
- Mida madalamaks suudetakse negatiivse temperatuuri poolt saada (sealjuures halvendamata kõrgema temperatuuri omadusi), seda suuremaks tõuseb tõenäosus, et teekattes ei teki temperatuuripragusid. Jooniselt 5.12 nähtus, et kõige madalam temperatuur, mida teekatetel PG järgi võib Eestis esineda, on -40 °C, mille saavutamine on ääretult keeruline. Statistilises mõttes ei

ole tingimata vajalik taodelda -40 °C, aga mida lähemale sinna saame, seda vähemtõenäoliselt muutub võimalus, et tekib pragunemist.

- Vene bituumenitel on probleemiks kristalliseeruva vaha sisaldus, mis põhjustab madalatemperatuuriliste omaduste halvenemist ajas.

Peamised probleemid täna:

- Eestis täna tehtavad katsed ei peegelda seda, kuidas bituumenid eksploatatsioonis käituvad.
 - Suurimad puudused on madalatemperatuuriliste omaduste ja väsimuskindluse määramisel, hetkene süsteem tagab, et kõrgetemperatuurilised omadused oleks täidetud (pehmenemistäpp korreleerus suurepäraselt PG kõrgetemperatuuriliste nõuetega).
- Mitmetes turul eksisteerivates bituumenites on kõrge lineaarsete parafiinide sisaldus, mis vähendab bituumeni vastupidavust oluliselt nii madalatele temperatuuridele kui bituumeni pikaajalisusele ning olemasolevate vahenditega ei ole võimalik seda tuvastada.

Ohud tuleviku suhtes:

- Uutes Eurostandardites sisalduvad juba mõisted ja osaliselt ka nõuded õlide ja teiste kahtlase väärtusega modifikaatorite kasutamisele. Tehtud uuring tõi selgelt välja nendest tekkivad probleemid, kuid nüüd on meil teada, kuidas neid modifikaatoreid avastada ja kuidas neid vältida.
- Naftatööstus areneb pidevalt edasi arendades ka võimalikult kuluefektiivset bituumenitööstust. Hetkeste laborivõimaluste juures ei ole meil võimalik ses osas käia ajaga kaasas ning halvakvaliteediliste bituumenite kasutamine võib tuua kaasa suurenenud kulutusi teede hooldamises.

Soovitused:

PG ja Ontario süsteemide ülevõtmine ei ole täna võimalik, kuna puuduvad vajalikud seadmed, koolitatud inimesed, kogemused ja Euroopa poolt seda võimaldavad määrused. Siiski oleks soovituslik komplekteerida bituumenilabor, milles sisaldub reoloogikatsetuste seadmetest DSR, BBR ja PAV ning keemilise koostise osalt IR ja XRF, kuna need võimaldavad saada oluliselt täpsemat teavet turul kasutatavatest bituumenitest ja avastada teekatete eluiga lühendavaid materjale. Bituunemitele tuleks teha pidevat või pistelist kontrolli nii, et oleks teada objekt, kus materjali kasutati. Läbi selle saadakse lisateadmisi ja võimaldaks probleemide avastamisel teha järeldusi ka bituumeni omaduste osas.

Tehtud uuringuga kerkis esile mitmeid teemasid, mis on otseselt seotud asfaltkatete toimivusega, mida praeguses uuringus katta ei suudetud. Soovitame jätkata uurimisteedadega nagu

- bituumenites sisalduva kristalliseeruva vaha „neurtaliseerimine“;
- pehmemate bituumenite kasutamine;
- asfaltsegude omadused ja projekteerimine.