






NANOSİLİKANIN BİTÜMÜN KIVAMI, VİSKOZİTESİ VE MİKROYAPISINA ETKİLERİ

¹Tacettin GEÇKİL , ²Ceren Beyza İNCE , ³Eda Tüzün ÖZPINAR 

^{1,2,3}İnönü Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, Malatya, TÜRKİYE

¹ tacettin.geckil@inonu.edu.tr, ² c.beyzaince@gmail.com, ³ tuzun_edahotmail.com

(Geliş/Received: 29.05.2021; Kabul/Accepted in Revised Form: 31.08.2021)

ÖZ: Bu çalışmada, nanosilika katkısının bitümlerin önemli özelliklerinden olan kıvam, viskozite ve mikroyapı üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Bu amaçla, penetrasyon sınıfı B 160/220 olan saf bitüme ağırlıkça %1, %3, %5 ve %7 oranlarında nanosilika katkısı eklenerek modifiye bitümler elde edilmiştir. Elde edilen saf ve modifiye bitümlerin fiziksel özellikleri penetrasyon, yumuşama noktası, duktilite ve dönel ince film etüvü (RTFO) testleri ile belirlenmiştir. Ayrıca, bitümlerin sıcaklığa karşı hassasiyetlerinin bir ölçüsü olarak kabul edilen penetrasyon indeksi (PI) değerleri de hesaplanmıştır. Daha sonra, bağlayıcıların yüksek sıcaklıklardaki akıcılıkları dönel viskozimetre (RV) deneyi ile, mikroyapılarında meydana gelen değişim ise taramalı elektron mikroskopu (SEM) analizi ile belirlenmiştir. Fiziksel test sonuçlarına göre, nanosilika katkısıyla bağlayıcıların sertleşerek penetrasyon sınıfının B 100/150 olarak değiştiği, %5 nanosilika oranının kritik bir oran olduğu ve bu oranda sıcaklık hassasiyetinin azaldığı görülmüştür. RV sonuçlarına göre, katkı ilavesi ile bağlayıcıların viskozite değerlerinin artış gösterdiği ve dolayısıyla karıştırma-sıkıştırma sıcaklıklarının da arttığı görülmüştür. SEM sonuçlarına göre, nanosilika ilavesiyle homojen bir bitüm-nanosilika karışımının elde edildiği görülmüştür.

Anahtar Kelimeler: Nanosilika, Modifiye bitüm, Kıvam, Viskozite, Mikroyapı.

Effects of Nanosilica on The Consistency, Viscosity and Microstructure of Bitumen

ABSTRACT: In this study, the effects of nanosilica additive on consistency, viscosity and microstructure, which are important properties of bitumens, were investigated. For this purpose, modified bitumens were obtained by adding 1%, 3%, 5% and 7% nanosilica additives by weight to pure bitumen with penetration class B 160/220. The physical properties of the obtained pure and modified bitumens were determined by penetration, softening point, ductility and rolling thin film oven (RTFO) tests. In addition, penetration index (PI) values, which are considered as a measure of the sensitivity of bitumens to temperature, were also calculated. Then, the flowability of the binders at high temperatures was determined by the rotational viscometer (RV) test, and the change in their microstructure by scanning electron microscopy (SEM) analysis. According to the physical test results, it was observed that with the hardening of the binders with the nanosilica additive, the penetration class changed to B 100/150, the rate of 5% nanosilica was a critical ratio and the temperature sensitivity decreased at this rate. According to the RV results, it was observed that the viscosity values of the binders increased with the addition of additives and thus the mixing-compaction temperatures also increased. According to the SEM results, it was observed that a homogeneous bitumen-nanosilica mixture was obtained with the addition of nanosilica.

Key Words: Nanosilica, Modified bitumen, Consistency, Viscosity, Microstructure.

GİRİŞ (INTRODUCTION)

Düşük bakım-onarım masrafı ve yüksek dayanıklılığa sahip olan yol kaplamalarına artan talepler sebebiyle son yıllarda yüksek kaliteli bitümlü karışım üretiminin giderek artış gösterdiği görülmektedir. Bitümlü karışımlarda düşük miktarda kullanılan ancak kaplamanın performansına doğrudan etki eden bitüm, viskoelastik bir malzeme olması sebebiyle yüksek sıcaklıklarda tekerlek izine, düşük sıcaklıklarda ise termal çatlamaya eğilim göstermektedir. Bu sebeple, tekrarlı yükler altında bitümlü sıcak karışım (BSK) kaplamalardaki deformasyonu azaltmak ve kaplamanın hizmet ömrünü arttırmak için, bitümün hem sertleşme eğiliminin artması, hem de elastikiyetini koruması gerekmektedir. Kaplamada oluşabilecek bozulmaları ortadan kaldırmak ve performansını arttırmak amacıyla son yıllarda çeşitli katkı maddeleri kullanılarak bitümler modifiye edilmektedir. Bu amaçla, bitüm modifikasyonu için özellikle polimer kökenli malzemeler kullanılarak kaplamaların özellikleri iyileştirilmeye çalışılmaktadır (Padhan ve Sreeram, 2018, Shi ve diğ., 2018, Xia ve diğ., 2021, Zhu ve diğ., 2014).

Polimer malzemelerin bitüme eklenmesiyle polimer modifiyeli bitümler (PMB) elde edilmektedir. PMB, polimer katkıların mekanik karıştırma veya kimyasal reaksiyon yoluyla bitüme eklenmesi olarak tanımlanmaktadır. Bitüm modifikasyonunda kullanılan polimer malzemeler polietilen (PE), polietilen tereftalat (PET), polipropilen (PP), polivinilklorür (PVC), etilen-vinil-asetat (EVA), etilen-bütül-akrilat (EBA) ve stiren-bütadien-stiren (SBS) olarak bilinmektedir. Bu polimerlerin modifikasyonda kullanıldığı çalışmalarda, modifiye bitümün yüksek ve düşük sıcaklıklardaki deformasyonlara karşı direncinin arttığı ve daha uzun yorulma ömrüne sahip oldukları ifade edilmiştir (Geçkil ve diğ., 2020, Yusoff ve diğ., 2019).

Ancak, modifikasyonda kullanılan bu polimerlerin büyük çoğunluğunun maliyetli ve yüksek erime noktasına sahip olması, bununla birlikte yol mühendisliğinin en önemli sorunlardan biri olan depolama kararlılığını olumsuz olarak etkilemesi araştırmacıları bu olumsuz durumlara karşı çözüm kaynağı olabilecek nanomateryalleri bitüm modifikasyonunda kullanmaya yönlendirmiştir (Bala ve diğ., 2018, Geçkil ve diğ., 2021, Lu ve Isacson, 2002, Xia ve diğ., 2021).

PMB'lerde karşılaşılan yaşlanma direncini arttırmak, zayıf depolama kararlılığını iyileştirmek ve bağlayıcının esnekliğini artırmak amacıyla son yıllarda nano malzemeler bitüm modifikasyonunda sıkça kullanılmaya başlamıştır (Yusoff ve diğ., 2019, Zhu ve diğ., 2014). Nano malzemeler, çok küçük tane boyutuna sahip ve düşük üretim maliyetli olan malzemelerdir. Yapılan çalışmalarda nanokil, nano hidratlı kireç ve nano karbonat, nanotüp gibi nano boyuttaki malzemelerin bitümlü bağlayıcıların ve sıcak karışımların mühendislik özelliklerini iyileştirmede oldukça etkili olduğu görülmüştür (Almahali ve diğ., 2016, Bala ve diğ., 2018, Lazzara ve Milioto, 2010).

Bu çalışmada, nano boyuttaki bir malzeme olan nanosilika katkısının modifiye bitümlerin mühendislik özellikleri üzerindeki etkisi araştırılarak sonuçları ulusal literatüre kazandırılmaya çalışılmıştır.

Nanosilika, özel tanecik yapısına sahip, beyaz amorf bir tozudur. Geniş bir yüzey alanına sahip olan bu malzeme iyi adsorpsiyona, dağılma kabiliyetine, kimyasal açıdan yüksek saflığa sahiptir. Ayrıca yüksek sıcaklıkta mukavemet, tokluk ve termal stabilite açısından da oldukça üstün özellikler göstermektedir (Shi ve diğ., 2018, Yao ve diğ., 2013, Yusoff ve diğ., 2019). Nanosilika katkısının bitüm ve BSK modifikasyonunda kullanıldığı çalışmalar incelendiğinde, Chen ve arkadaşları (2007), çalışmalarında nanosilika-SBR katkılı modifiye bitümlerin tekerlek izi direncinin arttığını ifade etmişlerdir. Shafabakhsh ve arkadaşları (2019), çalışmalarında nanosilika-SBS kompozit katkılı modifiye bitümlerin sertleşme eğiliminin ve yorulma ömrünün arttığını ifade etmişlerdir. Bala ve arkadaşları (2018), çalışmalarında nanosilika partikülleri içeren PP katkılı modifiye bitümlerin performans özelliklerinin iyileştiğini ifade etmişlerdir. Yao ve arkadaşları (2013), çalışmalarında nanosilika katkılı bitümlerin sıcak karışımlarda kullanılmasıyla, modifiye karışımların tekerlek izi derinliğinin oldukça azaldığını ifade etmişlerdir. Sun ve arkadaşları (2017), çalışmalarında nanosilika ile modifiye bitümleri kullanarak sıcak karışımlar hazırlamış ve modifiye karışımların stabilitesinin önemli ölçüde arttığını ifade etmişlerdir.

Çalışmada, diğer çalışmalardan farklı olarak, nanosilika katkısı bitüme tek bir katkı malzemesi olarak doğrudan ilave edilmiş ve nanosilikanın modifiye bitümlerin kıvamı, viskozitesi ve mikroyapısal özellikleri üzerindeki etkileri penetrasyon, yumuşama noktası, duktilite, dönел ince film etüvü (RTFO),

dönel viskozimetre (RV) testleri ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizi ile belirlenerek sonuçları değerlendirilmiştir.

MATERYAL VE METOT (MATERIAL AND METHOD)

Materyal (Material)

Bu çalışmada, bitüm modifikasyonunda bağlayıcı olarak penetrasyon sınıfı B 160/220 saf bitüm, katkı malzemesi olarak nanosilika kullanılmıştır. Türkiye Petrol Rafinerileri A.Ş. (TUPRAŞ)'den temin edilen saf bitümün fiziksel özellikleri Çizelge 1'de verilmiştir.

Çizelge 1. Saf bitümünün fiziksel özellikleri

Table 1. Physical properties of pure bitumen

Özellik	Standart	Limit	Sonuç
Penetrasyon (0,1mm)	ASTM D5	160-220	163
Yumuşama noktası (°C)	ASTM D36	35-43	41,6
Düktilite (cm)	ASTM D113	min. 100	125
Parlama noktası (°C)	ASTM D92	min. 220	244
Özgül ağırlık (gr/cm ³)	ASTM D70	1,0-1,1	1,038
Penetrasyon indeksi (PI)	-	-	-0,27
Kütle kaybı (%)	ASTM D2872	maks. 1,0	0,47

Modifikasyonda kullanılan nanosilika, Elkem Silikon Materyal fabrikasından temin edilmiş ve özellikleri Çizelge 2'de verilmiştir.

Çizelge 2. Nanosilika'nın genel özellikleri

Table 2. General properties of nanosilica

Özellik	Nanosilika
Form	Ultra ince amorf toz
Koku	Kokusuz
Erime Noktası (°C)	1550-1570
Çözünürlük (Su)	Çözünmez/Hafifçe çözünür
Çözünürlük (Organik Çözücüler)	Çözünmez/Az Çözünür
Yoğunluk (gr/cm ³)	2,2-2,3
Tane boyutu (nm)	11-13
Yüzey alanı (m ² /g)	200

Metot (Method)

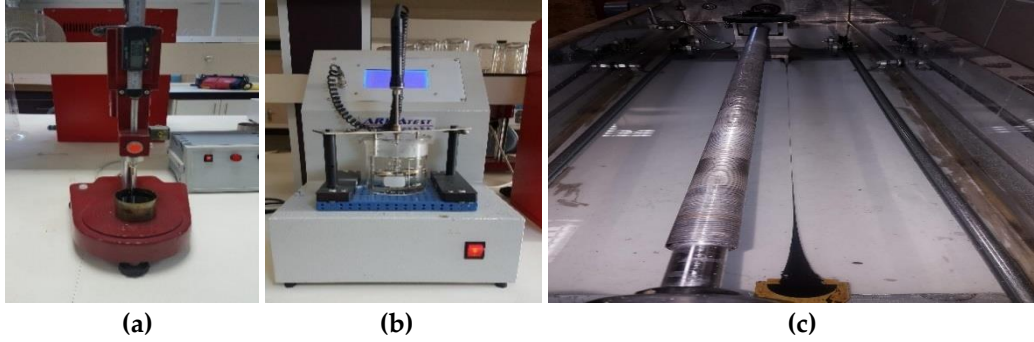
Çalışmada, modifiye bitümler elde etmek amacıyla ilk olarak saf bitüm 150 °C sıcaklığa kadar ısıtıldı. Daha sonra bitüme ağırlıkça %1, 3, 5 ve 7 oranlarında nanosilika ilave edilerek, 1200 devir/dakika (rpm) hızındaki karıştırıcı ile 60 dakika boyunca aynı sıcaklıkta karıştırma işlemi yapıldı ve modifiye bitümler hazırlandı. Elde edilen saf ve modifiye bitümlerin fiziksel özellikleri geleneksel testlerle, işlenebilirlik özelliği RV deneyi ile ve bağlayıcıların mikroyapısındaki değişim ise SEM analizi ile belirlendi.

Çalışmada, saf ve modifiye bitümler sırasıyla B, B+%1N, B+%3N, B+%5N ve B+%7N olarak kodlanmıştır.

DENEYSSEL YÖNTEM (EXPERIMENTAL METHOD)

Bağlayıcıların Fiziksel Özelliklerinin Belirlenmesi (Determination of Physical Properties of Binders)

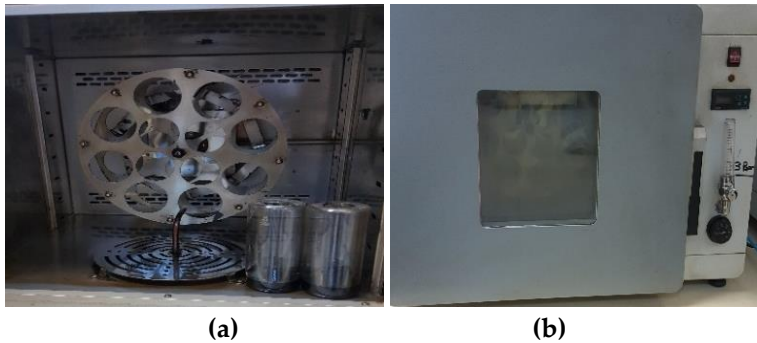
Saf ve nanosilika katkılı bitümlerin fiziksel özellikleri penetrasyon, yumuşama noktası, duktilite ve RTFO gibi geleneksel testlerle belirlenmiştir. Penetrasyon deneyi (Şekil 1a), bitümlerin kıvamı/sertliği hakkında bilgi sahibi olmak için uygulanmaktadır. Deney 25 °C sıcaklıkta gerçekleştirilir ve 100 gr ağırlığındaki bir iğnenin 5 saniye süreyle bitüm içerisinde ilerlediği düşey mesafe olarak tanımlanır. Penetrasyon birimi 10^{-1} mm'dir (ASTM D5). Yumuşama noktası deneyi (Şekil 1b), bitümlerin yüksek sıcaklıklardaki direncini ölçmeyi amaçlar. Deneyde, bitümün belirli bir hızda ısıtılması sonucunda sıcaklığın artması ile yumuşamaya başlayıp tabana temas ettiği andaki sıcaklık tespit edilir (ASTM D36). Duktilite deneyi (Şekil 1c), bitümlerin uzama kabiliyetini belirlemek amacıyla yapılır. Deneyde, standart kalıp içerisinde hazırlanmış bağlayıcının, 25°C sıcaklıkta 5cm/dakika hızla her iki ucundan çekilerek kopuncaya kadar uzadığı mesafe tespit edilir. Duktilite birimi cm'dir (ASTM D113).



Şekil 1. Penetrasyon (a), yumuşama noktası (b) ve duktilite (c) deneyleri

Figure 1. Penetration (a), softening point (b) and ductility (c) tests

RTFO deneyi, bitümlü bağlayıcıların plentte hazırlanma, taşınma, depolanma gibi servis öncesi süreçlerde sıcaklık ve çevre etkileriyle yaşlanması laboratuvar ortamında RTFO testi ile simüle edilmektedir. Deneyde, 8 adet özel şişe (Şekil 2a) içerisine yaklaşık 35 gr bağlayıcı eklenerek şişeler 163 °C sıcaklıktaki etüve koyulur (Şekil 2b). Etüv içerisinde şişeler dakikada 15 devir yapacak şekilde hazırlanmış olan tablaya yerleştirilir ve 80 dakika boyunca şişelere 4000±200 mL/dak olacak şekilde hava verilerek bağlayıcılar yaşlandırılır. Deney bitiminde, bağlayıcıların bünyesinde meydana gelen uçucu madde kaybı kütle kaybı hesabı ile tayin edilir. Kütle kaybı, ilk kütle ile son kütle arasındaki farkın ilk kütleyle bölünmesi ile hesaplanır. Bu deneyle bağlayıcıların yüksek sıcaklıklardaki yaşlanma ve oksidasyona karşı direnci değerlendirilebilmektedir (Geçkil ve diğ., 2021).



Şekil 2. RTFOT şişeleri (a) ve RTFOT cihazı (b)

Figure 2. RTFOT bottles (a) and RTFOT device (b)

Çalışmada, fiziksel test sonuçları yardımı ile bitümlerin sıcaklığa karşı hassasiyetlerinin bir parametresi olarak değerlendirilen PI değerleri de denklem 1 yardımıyla hesaplanmıştır.

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

Denklemden Pen_{25} , 25 °C'deki penetrasyon değerini, SP ise yumuşama noktası değerini ifade etmektedir. PI değerinin artması, bağlayıcının sıcaklık hassasiyetinin azaldığını ve sertliğinin arttığını göstermektedir. BSK'da, yüksek PI değerine sahip bir bitüm kullanıldığında, karışımların düşük sıcaklıklarda kırılmaya ve yüksek sıcaklıklarda kalıcı deformasyonlara karşı daha dirençli hale geldiği değerlendirilmektedir (Geçkil ve diğ., 2021).

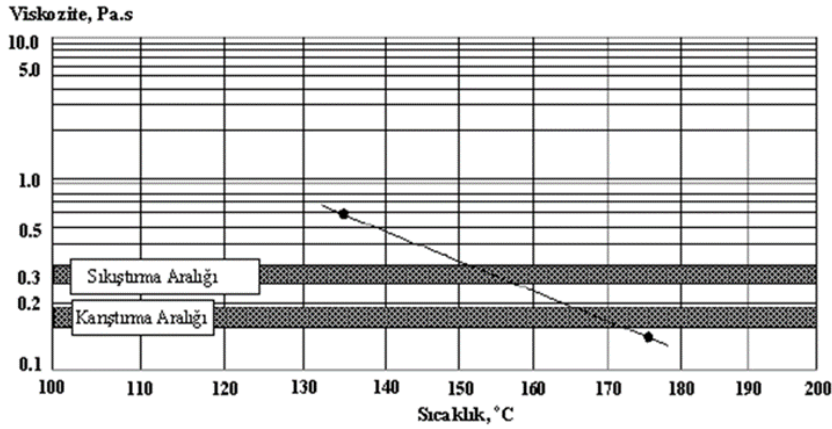
Bağlayıcıların Viskozite Değerlerinin Belirlenmesi (Determination of Viscosity Values of Binders)

Bitümlü bağlayıcıların yüksek sıcaklıklardaki viskoziteleri ASTM D4402 standardına göre gerçekleştirilen RV deneyi (Şekil 3) ile belirlenmektedir. Bağlayıcıların yüksek sıcaklıklardaki viskozite değerleri, plentte karıştırma ve yoldaki serme esnasında bağlayıcıların yeterince akışkan olduklarının tespiti amacıyla belirlenmektedir. Asfalt enstitüsü tarafından, bağlayıcıların karıştırma ve sıkıştırma sıcaklıklarının tespiti için 135 °C ve 165 °C'deki viskozite değerlerinin tespit edilmesi önerilmektedir. Ancak, 135°C'de bağlayıcıların viskozite değerlerinin 3000 cP'yi aşmaması istenmektedir. RV testi sonucunda elde edilen viskozite değerleri kullanılarak çizilen viskozite-sıcaklık grafiği (Şekil 4) yardımı ile BSK'nın karıştırma ve sıkıştırma sıcaklık aralıkları da tespit edilmektedir. Karıştırma ve sıkıştırma sıcaklıklarının belirlenmesinde sırasıyla 170±20 ve 280±30 cP viskozite sınırlarına karşılık gelen sıcaklık aralıklarının kullanılması önerilmektedir (Alataş ve Kizirgil, 2012, Mcgennis ve diğ., 1994, Zaniwski ve Pumphrey, 2004).



Şekil 3. RV cihazı

Figure 3. RV device



Şekil 4. Viskozite-sıcaklık eğrisi (Alataş ve Kizirgil, 2012)

Figure 4. Viscosity-temperature curve (Alataş ve Kizirgil, 2012)

Bağlayıcıların Mikroyapısal Analizi (Microstructural Analysis of Binders)

Saf ve nanosilika katkıli bitümlerin, mikroyapılarında yapılarında meydana gelen değişim SEM analizi ile belirlenmiştir. SEM, nano ve makro boyuttaki malzemelerin fiziksel ve kimyasal yapılarında meydana gelen değişimleri belirlemek için kullanılır (Ateş ve Yesilbaş, 2019). Bununla birlikte, modifiye bitümlerin faz yapıları ve katkı-bitüm uyumu da SEM görüntüleri yardımıyla belirlenebilmektedir (Mazumder ve diğ., 2018).

DENEYSEL BULGULAR (EXPERIMENTAL FINDINGS)

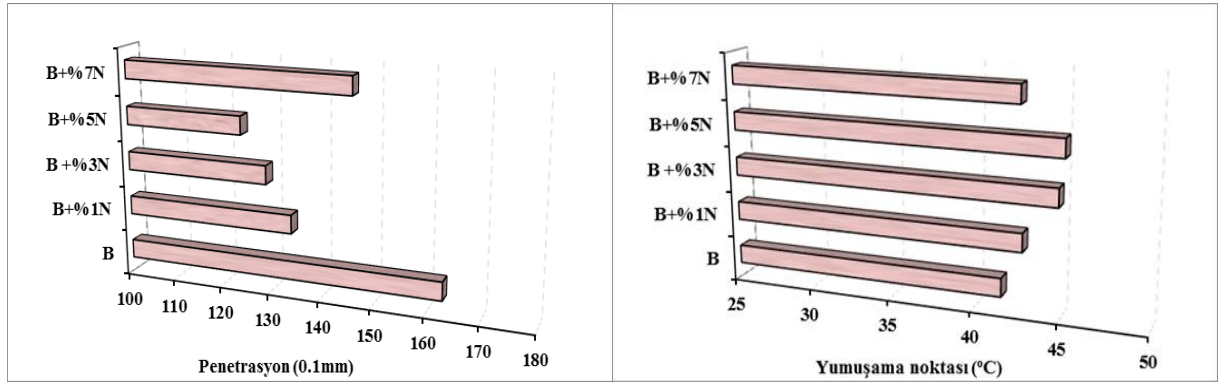
Fiziksel Test Sonuçları (Physical Test Results)

Bu çalışmada, saf ve nanosilika katkıli bitümlerin fiziksel özellikleri geleneksel bitüm testleri yardımı ile belirlenmiştir. Ayrıca, bağlayıcıların PI değerleri de hesaplanarak tüm sonuçlar Çizelge 3’de verilmiştir. Bağlayıcıların penetrasyon, yumuşama noktası ve duktilite değerlerinin katkı oranı ile değişimi ise Şekil 5 ve Şekil 6’da verilmiştir.

Çizelge 3. Geleneksel test sonuçları

Table 3. Conventional test results

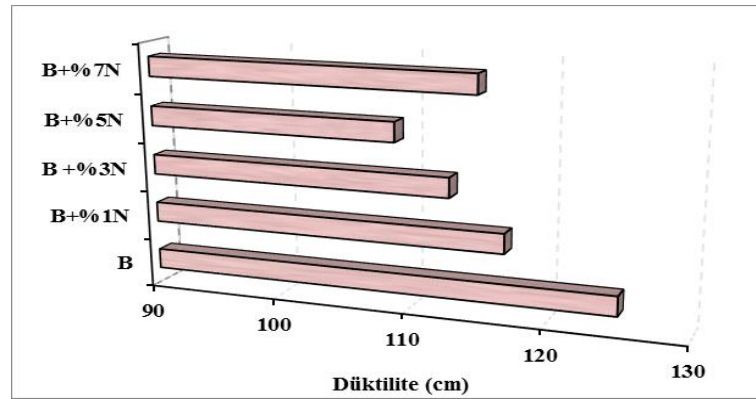
Özellik	Bağlayıcı türleri				
	B	B+%1N	B +%3N	B+%5N	B+%7N
Penetrasyon (0.1mm)	163	134	129	124	146
Yumuşama noktası (°C)	41,6	42,8	44,8	45,1	42,6
Duktilite (cm)	125	117	113	109	115
PI	-0,27	-0,57	-0,05	-0,004	-0,32
RTFOT sonrası					
Kütle kaybı (%)	0,47	0,08	0,10	0,15	0,06



Şekil 5. Bağlayıcıların penetrasyon ve yumuşama noktası değişimleri

Figure 5. The changes of penetration and softening point of the binders

Şekil 5’de görüldüğü gibi, B 160/220 penetrasyon sınıfı saf bitüme nanosilika ilavesiyle bağlayıcıların penetrasyon değerlerinde değişimler meydana gelmiştir. Meydana gelen bu değişimler saf bitüme kıyasla sırasıyla %17,8 %20,9; %23,9 ve %10,4 oranında azalma şeklindedir. Bu durum, nanosilika katkısıyla bağlayıcıların sertleşme eğiliminin giderek arttığını göstermektedir. Bununla birlikte, nanosilika ilavesiyle oluşan bu sertleşmenin doğal bir sonucu olarak, bağlayıcıların yumuşama noktası değerleri de saf bağlayıcıya kıyasla sırasıyla %2,9; %7,7; %8,4 ve %2,4 oranında artış göstermiştir. Tüm bu sonuçlar, nanosilika katkısıyla bağlayıcıların sertliğinin arttığını, bu sebeple nanosilika katkılı bağlayıcıların daha yüksek sıcaklığa sahip bölgelerde kalıcı deformasyon direncini arttırmak amacıyla BSK kaplamalarda kullanılabileceğini göstermektedir.



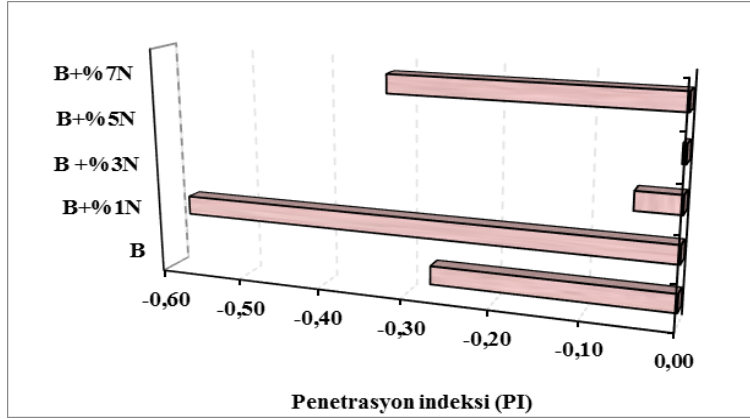
Şekil 6. Bağlayıcıların düktilite değişimleri

Figure 6. The changes of ductility of the binders

Şekil 6 incelendiğinde, nanosilika katkı oranı artışıyla bağlayıcıların düktilite değerlerinde değişimler meydana geldiği görülmektedir. Bu değişimler saf bitüme kıyasla sırasıyla %6,4; %9,6; %12,8 ve %8 azalmalar şeklindedir. Nanosilika katkısıyla bağlayıcıların düktilite değerlerinde meydana gelen bu azalmalar, bağlayıcıların uzama ve kohezyon yeteneğinin azaldığını gösterse de bu durum olumsuz olarak değerlendirilmemektedir. Çünkü, ASTM D113 standardının saf bağlayıcılar için öngördüğü en az 100 mm uzama yeteneği nanosilika modifiyeli bağlayıcılar için de sağlanmaktadır. Bu durumda, bağlayıcıların kohezyonu ve elastikiyeti üzerinde nanosilikanın olumlu bir etkiye sahip olduğu söylenebilir.

Modifiye bağlayıcıların fiziksel test sonuçları birlikte değerlendirildiğinde, %5 oranının kritik bir değer olduğu görülmektedir. Bu durum, %5 oranından daha fazla katkı kullanıldığında yüksek özgül ağırlığı sebebiyle katkının karışım içerisinde dibe çökmesinden kaynaklandığı şeklinde değerlendirilmektedir.

Nanosilika katkı oranına bağlı olarak bağlayıcıların PI değerlerinde meydana gelen değişimler Şekil 7'de verilmiştir.

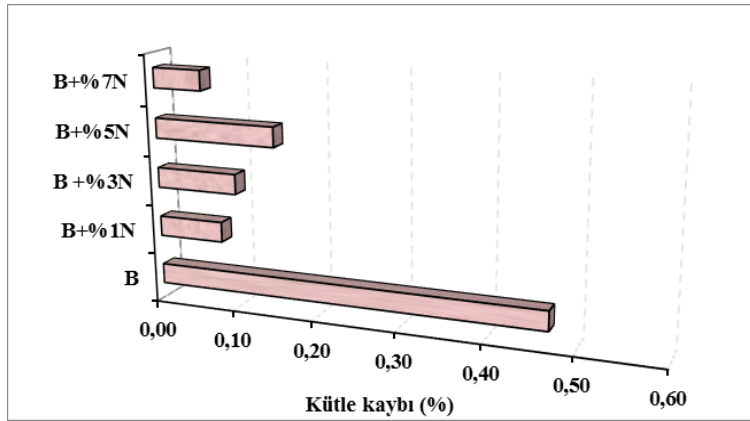


Şekil 7. Bağlayıcıların PI değişimleri

Figure 7. The changes of PI of the binders

Şekil 7 incelendiğinde, nanosilika katkı oranı atışı ile bağlayıcıların PI değerlerinin değiştiği görülmektedir. Elde edilen sonuçlara göre, özellikle B+%5N bağlayıcısının PI değerinde meydana gelen artış, bu orandaki bağlayıcıların sıcaklık hassasiyetlerinin azalması sebebiyle nanosilika katkı bağlayıcıların özellikle kalıcı deformasyonlara ve düşük sıcaklık çatlaklarına karşı daha dirençli olacağını göstermektedir (Geçkil ve diğ.,2021).

Saf ve nanosilika katkılu bağlayıcıların, yüksek sıcaklık ve hava etkisiyle bünyelerinde meydana gelen uçucu madde kaybı RTFOT ile belirlenmiştir. Nanosilika katkı oranına bağlı olarak, bağlayıcıların kütle kaybı değerlerinde meydana gelen değişimler Şekil 8'de verilmiştir.



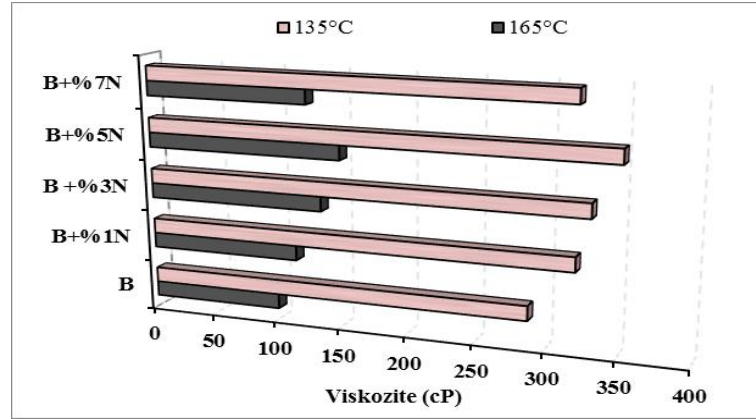
Şekil 8. Bağlayıcıların kütle kaybı değişimleri

Figure 8. The changes of mass loss of the binders

Şekil 8 incelendiğinde, saf ve nanosilika katkılu bağlayıcıların bünyelerinde meydana gelen kütle kayıpları şartnamenin öngördüğü sınırın (maks. 1,0) oldukça altında kaldığı görülmektedir. Elde edilen bu sonuçlara göre, nanosilika katkısının bağlayıcıların yaşlanması veya sertleşmesi üzerinde olumsuz bir etkiye sahip olmadığı ve nanosilika ilavesinin bağlayıcıları yüksek sıcaklık ve oksidasyona karşı daha dirençli hale getirdiği söylenebilir. Bu durumun nanosilika ile iyileşen mikro yapıdan yani büyük yüzey alanına sahip nanosilika partiküllerinin bitüm ile iyi bir adsorbsiyon oluşturması sonucunda elde edilen yüksek matrisli yapısından kaynaklandığı (Karnati ve diğ., 2020) değerlendirilmektedir.

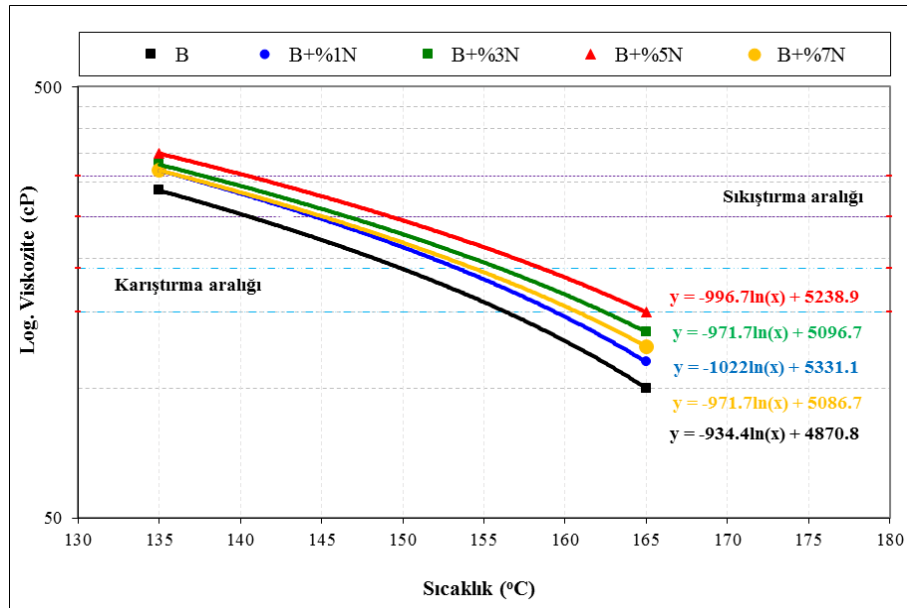
RV Sonuçları (RV Results)

Saf ve nanosilika modifiyeli bitümlerin, 135 °C ve 165 °C sıcaklıklardaki viskoziteleri Brookfield DV-III dönel viskozimetre cihazı kullanılarak belirlendi. Bitümlü bağlayıcıların işlenebilirlik sıcaklıkları olan plentteki karıştırma ve yoldaki serme sıcaklıkları, belirlenen bu viskozite değerleri yardımıyla oluşturulan sıcaklık-viskozite grafiği yardımı ile tespit edildi. Saf ve nanosilika katkılı bağlayıcıların viskozite değerleri Şekil 9'da, sıcaklık-viskozite grafiği Şekil 10'da, bağlayıcıların ortalama karıştırma ve sıkıştırma sıcaklıkları ise Şekil 11'de verilmiştir.



Şekil 9. Bağlayıcıların viskozite değerleri

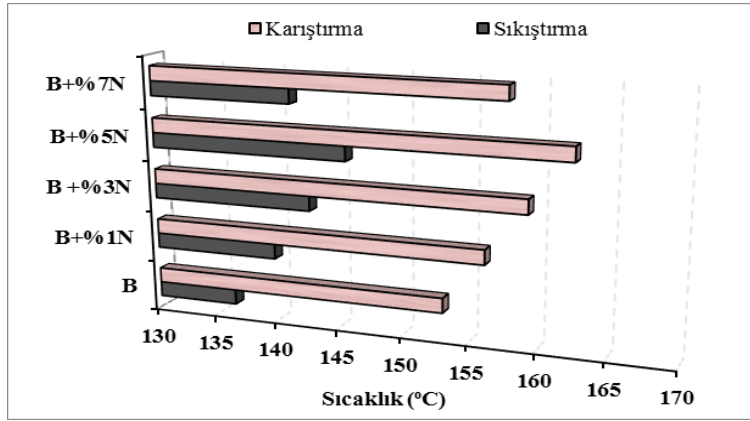
Figure 9. Viscosity values of binders



Şekil 10. Bağlayıcıların sıcaklık-viskozite grafiği

Figure 10. Temperature-viscosity graph of binders

Şekil 10'da görüldüğü gibi, nanosilika katkı oranı artışıyla bağlayıcıların 135 °C ve 165 °C sıcaklıklardaki viskozite değerlerinde önemli oranda değişimler meydana gelmiştir. 135 °C'de meydana gelen değişimler saf bitüme kıyasla sırasıyla %11,3; %14,8; %21,7 ve %11,3 artış, 165 °C sıcaklık için ise sırasıyla %15; %35; %50 ve %25 artış şeklindedir. Bu artışlar, nanosilika katkısıyla bağlayıcıların kıvamında sertleşme meydana geldiğini ve dolayısıyla akıcılıklarının azaldığını ifade etmektedir.

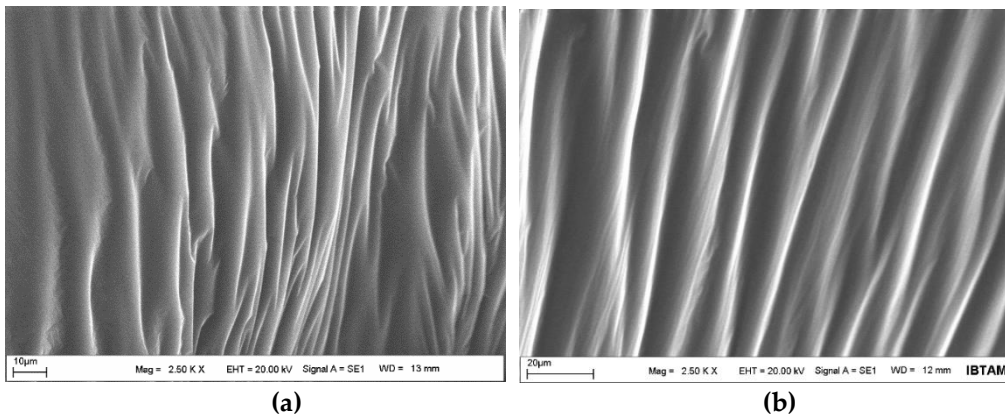


Şekil 11. Bağlayıcıların ortalama karıştırma-sıkıştırma sıcaklıkları
Figure 11. Average mixing-compaction temperatures of the binders

Şekil 11’de modifiye bağlayıcıların ortalama karıştırma ve sıkıştırma sıcaklıklarında meydana gelen değişimler saf bitüme kıyasla sırasıyla karıştırma için %2,0; %4,1; %6,1 ve %3,1 artış; sıkıştırma için ise %2,5; %4,6; %6,7 ve %3,6 artış şeklindedir. Meydana gelen bu artışlar incelendiğinde, özellikle %5 nanosilika katkıli bağlayıcının karıştırma ve sıkıştırma sıcaklığının diğer bağlayıcılara nazaran daha yüksek olduğu görülmektedir. Elde edilen bu sonuçlara göre, %5 nanosilika katkıli bağlayıcıların kıvamında meydana gelen sertleşmeyle birlikte işlenebilirliğinin azalması ve dolayısıyla bu orandaki bağlayıcının karıştırma ve sıkıştırma sıcaklığının da artış göstermesi beklenen bir sonuçtur. Tüm bu sonuçlara göre, nanosilika katkısıyla bağlayıcıların ortalama karıştırma ve sıkıştırma sıcaklıklarının artış göstermesi sebebiyle nanosilika modifiye bağlayıcıların plentteki enerji sarfiyatını kısmen de olsa arttıracığı ifade edilebilir. Ancak, bitüm modifikasyonunda etkinliği kanıtlanmış SBS polimerinin karıştırma sıcaklığının 180 °C’ye kadar ulaştığı (Geçkil ve diğ., 2021) göz önüne alındığında bu enerji sarfiyatının göz ardı edilebileceğini söylemek mümkündür.

Mikroyapısal Analiz Sonuçları (Microstructural Analysis Results)

Çalışmada, nanosilika katkısının bitümlü bağlayıcıların mikroyapısal yapısı üzerindeki etkileri SEM analizi ile belirlenmiştir. Saf bitüm (B) ile bağlayıcı özelliklerini iyileştirmede kritik bir oran olan %5 nanosilika katkıli bağlayıcının (B+%5N) SEM görüntüleri 2.5K büyütmeyle elde edilmiş ve Şekil 12’de verilmiştir.



Şekil 12. Saf bitüm (a) ve B+%5N bağlayıcısının (b) SEM görüntüleri
Figure 12. SEM images of pure bitumen (a) and B + 5% N binder (b)

Şekil 12’de verilen SEM görüntüleri incelendiğinde, saf bitümün yüzey morfolojisinin oldukça homojen ve tek fazlı bir yapıda olduğu görülmektedir (Şekil 12a). Saf bitüm numunesinde yapısal

gerilmeler sonucunda büzölmeler meydana gelmiştir ki bu durum, oda koşullarındaki soğumadan dolayı kaynaklanmaktadır. Şekil 12b'de %5 nanosilika katkıli bağlayıcının SEM görüntüsü incelendiğinde ise, elde edilen görüntünün saf bitümün yüzey morfolojisine oldukça benzer yapıda olduğu görölmektedir. Bu durumda, nanosilika katkısının bitüm ile homojen olarak karıştığını ve bitüm matrisinin yüzey ara kuvvetini iyileştirerek modifiye karışımın yüksek matrisli bir yapı gibi davranmasını sağladığı (Karnati ve diğ., 2020) ifade edilebilir. Bununla birlikte, kritik bir oran olan %5 nanosilika içeriğinde aglomerasyonların oluşmaması (Shi ve diğ., 2018), elde edilen modifiye karışımın homojen olduğunu (Sui ve diğ., 2018) kanıtlamaktadır. Ayrıca, nanosilika'nın iyi adsorpsiyon özelliğine sahip olması sebebiyle bitüm ile arasında daha iyi bir yapışma yeteneği oluşturabileceği (Shi ve diğ., 2018) de ifade edilebilir.

SONUÇ ve TARTIŞMALAR (RESULTS and DISCUSSIONS)

Bu çalışmada, nanosilika katkısının bitümün kıvamı, viskozitesi ve mikroyapısı üzerindeki etkisi araştırılmış ve aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

1. Penetrasyon sonuçlarına göre, nanosilika katkı oranının artışı ile modifiye bağlayıcıların %5 oranına kadar sertleştiği, %5 oranından sonra tekrar yumuşamaya başladığı görölmüştür. Bu sonucun, yüksek yoğunluğu sebebiyle nanosilikanın bitüm karışımında dibe çökmesinden kaynaklandığı değerlendirilmektedir.
2. Yumuşama noktası deney sonuçlarının, penetrasyon sonuçları ile paralellik gösterdiği ve %5 oranına kadar yumuşama noktası değerlerinin artış gösterdiği yani bağlayıcının sertleştiği, ancak bu orandan sonra yumuşama noktası değerlerinin azalmaya başladığı görölmüştür.
3. Düktilite sonuçlarına göre, nanosilika katkısının modifiye bağlayıcıların uzama yeteneği ve kohezyonu üzerinde olumlu bir etkiye sahip olduğu görölmüştür.
4. PI sonuçlarına göre %5 nanosilika katkıli bağlayıcıların sıcaklığa karşı hassasiyetinin en az olduğu görölmüştür. Bu sonuç, fiziksel test sonuçları ile birlikte değerlendirildiğinde %5 nanosilika katkıli bağlayıcıların yüksek sıcaklardaki kalıcı deformasyon direncinin arttığını ve bu bölgelerde kullanılabilceğini göstermektedir.
5. RTFOT sonuçları, nanosilika katkısının bağlayıcıların yüksek sıcaklık ve oksidasyon direnci üzerinde olumlu bir etkiye sahip olduğunu göstermektedir.
6. RV sonuçlarına göre, nanosilika katkısıyla bağlayıcıların viskozite değerlerinin artış gösterdiği ve dolayısıyla nanosilika katkıli bağlayıcıların sertleşmeleri sebebiyle karıştırma ve sıkıştırma sıcaklıklarının arttığı görölmüştür. Ancak, nanosilikanın bitümün performansını arttırmadaki başarısı, oluşacak enerji sarfiyatını göz ardı edilebileceği şeklinde değerlendirilmektedir.
7. SEM analiz sonuçlarına göre, nanosilika kullanılarak elde edilen bitüm-nanosilika karışımının homojen ve tek fazlı bir yapıda olduğu görölmüştür. Bu homojen yapının, nanosilika modifiyeli bitümün performansı üzerinde olumlu bir etki oluşturduğu düşünülmektedir.

Sonuç olarak, nanosilika katkısının bitümün orta ve yüksek sıcaklık özellikleri ile sıcaklık hassasiyeti üzerinde iyileştirici bir etkiye sahip olduğu ve yüksek sıcaklıklarda kalıcı deformasyonlara karşı kullanılabilceği görölmüştür. Ayrıca, nanosilikanın bitüm içerisindeki homojen dağılımının bitümlü karışımın performans özellikleri üzerinde olumlu bir etkiye sahip olabileceği değerlendirilmektedir.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGEMENT)

Bu çalışma, İnönü Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP) Koordinasyon Birimi, İÜ-BAP FYL 2016/99 numaralı projesi ile desteklenmiştir.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- Alataş, T., Kizirgil, M.E., 2012, "Saf ve polimer modifiyeli bitümlü bağlayıcıların karıştırma ve sıkıştırma sıcaklıklarının dönel viskozimetre deneyi ile belirlenmesi", *Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, Cilt 28, Sayı 3, ss. 249-256.

- Almahali, D.I., Hassan, N.A., Albrka Ali, S.I., Wu, J., Liu, Q., Yusoff, N.I., 2016, "Physical and Rheological Characteristics of Polymer Modified Bitumen with Nanosilica Particles", *Arabian Journal for Science and Engineering*, Vol. 41, pp. 1521–1530.
- Ates, A., Yesilbag, Y.O., 2019, "Calcium mineralization analysis in human aortic valve using SEM, XRD and EDX", *Erzincan Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, Vol. 12, No. 2, pp. 1160-1164.
- Bala, N., Napiyah, M., Kamaruddin, I., 2018, "Effect of nanosilica particles on polypropylene polymer modified asphalt mixture performance", *Case Studies in Construction Materials*, Vol. 8, pp. 447-454.
- Chen, X., Liu, S., Sun, L., 2007, "Preparation and properties of emulsion asphalt modified by nanosilica/SBR composite", *China Rubber Industry*, Vol. 54, pp. 337-340.
- Geçkil, T., İnce, C.B., İssi, S., 2021, "Pirina Modifiyeli Bitümlerin Yüksek Sıcaklıklardaki İşlenebilirliği ve Kalıcı Deformasyon Direnci", *Politeknik dergisi*, (Erken görünüm).
- Geçkil, T., Önal, Y., İnce, C.B., 2020, "Atık Polietilen Tereftalat (PET) ile Modifiye Edilmiş Saf Bitümün Fiziksel, Morfolojik ve Isıl Özellikleri", *Fırat Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, Cilt 32, Sayı 1, ss. 157-166.
- Karnati, S.R., Oldham, D., Fini, E.H., Zhang, L., 2020, "Application of surface-modified silica nanoparticles with dual silane coupling agents in bitumen for performance enhancement", *Construction and Building Materials*, Vol. 244, pp. 118324.
- Lazzara, G., Milioto, S., 2010, "Dispersions of nanosilica in biocompatible copolymers", *Polymer Degradation and Stability*, Vol. 95, No. 4, pp. 610-617.
- Lu, X., Isacson, U., 2002, "Effect of ageing on bitumen chemistry and rheology", *Construction and Building Materials*, Vol. 16, No. 1, pp. 15-22.
- Mazumder, M., Ahmed, R., Ali, A.W., Lee, S.J., 2018, "SEM and ESEM techniques used for analysis of asphalt binder and mixture: A state of the art review", *Construction and Building Materials*, Vol. 186, pp. 313–329.
- Mcgennis, R. B., Shuler, S., Bahia, H. U., 1994, "Background of Superpave Asphalt Binder Test Methods", Report No: FHWA-SA-94-069, pp. 104.
- Padhan, R.K., Sreeram, A., 2018, "Enhancement of storage stability and rheological properties of polyethylene (PE) modified asphalt using cross linking and reactive polymer based additives", *Construction and Building Materials*, Vol. 188, pp. 772-780.
- Shafabakhsh, G., Rajabi, M., Sahaf, A., 2019, "The fatigue behavior of SBS/nanosilica composite modified asphalt binder and mixture", *Construction and Building Materials*, Vol. 229, pp. 116796.
- Shi, X., Cai, L., Xu, W., Fan, J., Wang, X., 2018, "Effects of nano-silica and rock asphalt on rheological properties of modified bitumen", *Construction and Building Materials*, Vol. 161, pp. 705-714.
- Sui, H., Ma, G., Yuan, Y., Li, Q., He, L., Wang, Y., Li, X., 2018, "Bitumen-silica interactions in the presence of hydrophilic ionic liquids", *Fuel*, Vol. 233, pp. 860-866.
- Sun, L., Xin, X., Ren, J., 2017, "Asphalt modification using nano-materials and polymers composite considering high and low temperature performance", *Construction and Building Materials*, Vol. 133, pp. 358-366.
- Xia, T., Chen, X., Xu, J., Li, Y., Zhang, A., 2021, "Influence of hydrophilic nanosilica premixing method on the property of isocyanate-based polymer modified bitumen", *Construction and Building Materials*, Vol. 275, pp. 122174.
- Yao, H., vd. 2013, "Rheological properties and chemical bonding of asphalt modified with nanosilica", *Journal of Materials in Civil Engineering*, Vol. 25, No. 11, pp. 1619-1630.
- Yusoff, N.I., Alhamali, D.I., Ibrahim, A.N.H., Rosyidi, S.A.P., Hassan, N.A., 2019, "Engineering characteristics of nanosilica/polymer-modified bitumen and predicting their rheological properties using multilayer perceptron neural network model", *Construction and Building Materials*, Vol. 204, pp. 781-799.

- Zaniewski, J. P., Pumphrey, M. E., 2004, "Evaluation of Performance Graded Asphalt Binder Equipment and Testing Protocol", *Asphalt Technology Program*, pp. 107.
- Zhu, J., Birgisson, B., Kringos, N., 2014, "Polymer modification of bitumen: advances and challenges", *European Polymer Journal*, Vol. 54, pp. 18-38.