



Improvement of bitumen performance properties with nano magnesium spinel and colemanite

Anıl Öcal^{1*}, Metin Gürü², Murat Karacasu¹

¹Eskişehir Osmangazi University, Department of Civil Engineering, Eskişehir, 26480, Turkey

²Gazi University, Department of Chemical Engineering, Ankara, 06570, Turkey

Highlights:

- Modification of bitumen with nano materials
- Rutting and fatigue strength of bitumen
- Performance characteristics of bitumen modified with nano magnesium spinel oxide and colemanite

Keywords:

- Modified bitumen
- Nano spinel oxide
- Nano colemanite
- Rutting
- Fatigue

Article Info:

Received: 16.01.2017

Accepted: 24.10.2017

DOI:

10.17341/gazimmfd.416397

Acknowledgement:

Correspondence:

Author: Anıl Öcal

e-mail:

aocal@hvkk.tsk.tr

phone: +90 412 223 7616

Graphical/Tabular Abstract

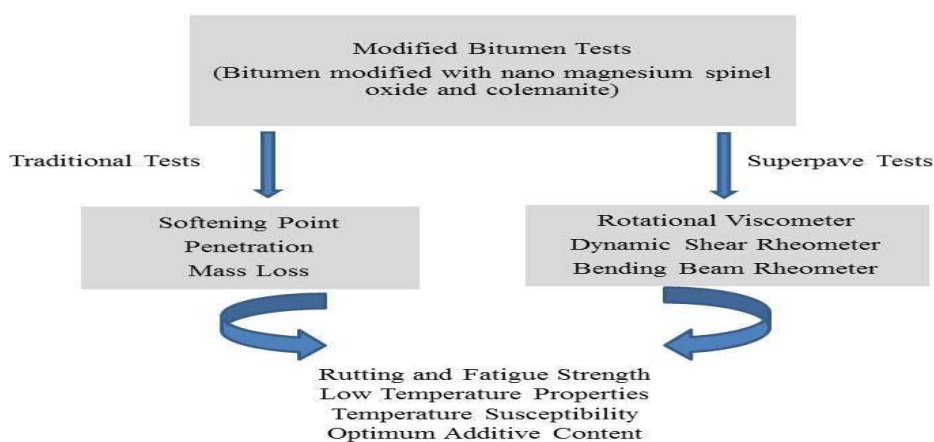


Figure A. Tests conducted on modified and normal bitumen samples

Purpose:

In this study, it is aimed to improve the rutting and fatigue strength of modified bitumen in hot regions.

Theory and Methods:

Additives such as nano magnesium spinel oxide and colemanite are used for modifying 50/70 penetration normal bitumen. The additives at the micro size are milled until the desired nano particle size (180-200 nm) with mechanical abrasion method. Modified bitumen samples are prepared with additive ratios of %1, 3, 5 and 8 by weight of the bitumen.

Results:

According to the test results, the modification process with the addition of each material significantly increased the rutting strength of bitumen at high temperatures. The addition of %8 magnesium spinel oxide and colemanite provided approximately 4°C increase in the failure temperature compared with normal bitumen. According to the fatigue test results, at 25°C test temperature, the decrease in the fatigue resistance parameter $G^* \cdot \sin \delta$ for the samples modified with % 5 nano magnesium spinel oxide and %5 nano colemanite are %46 and %60 respectively. The results of the bending beam rheometer test indicate that the creep stiffness of the samples increased as a result of the modification with both additives. Considering the economic factors and the results obtained from Dynamic Shear Rheometer and Rotational Viscosity tests; optimum additive content is chosen as %5 by weight of the bitumen.

Conclusion:

By modifying bitumen with magnesium spinel oxide and colemanite it is possible to enhance bitumen properties. Modified bitumen is less temperature susceptible and more durable to rutting and fatigue deformations. Therefore, both additives are recommended to be used in hot regions.



Nano magnezyum spinel ve kolemanit ile bitümün performans özelliklerinin geliştirilmesi

Anıl Öcal^{1*}, Metin Gürü², Murat Karacasu¹

¹Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İnşaat Mühendisliği Ulaştırma Doktora Programı, Eskişehir, 26480, Türkiye

²Gazi Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Kimya Mühendisliği Bölümü, Eti Mah., Yükseliş Sk., Maltepe, Ankara, 06500, Türkiye

Ö N E Ç İ K A N L A R

- Nano malzemeler ile bitüm modifiyesi
- Bitümün tekerlek izi ve yorulma dayanımı
- Nano magnezyum spinel oksit ve kolemanit ile modifiye edilen bitümün performans özellikleri

Makale Bilgileri

Geliş: 16.01.2017
Kabul: 24.10.2017

DOI:

10.17341/gazimmfd.416397

Anahtar Kelimeler:

Modifiye bitüm,
nano spinel oksit,
nano kolemanit,
tekerlek izi,
yorulma

ÖZET

Bu çalışmada modifiye bitümün sıcak bölgelerdeki tekerlek izi ve yorulma dayanım performansının geliştirilmesi amaçlanmıştır. 50/70 penetrasyonlu bitümü modifiye etmek amacıyla katkı malzemesi olarak nano magnezyum spinel oksit ve kolemanit kullanılmıştır. Mikro boyuttaki katkı maddeleri mekanik aşındırma yöntemiyle dane çapı nano boyuta (180-200 nm) gelecek şekilde öğütülmüştür. Bitüm ağırlığına %1, 3, 5 ve 8 katkı oranlarında modifiye bitüm numuneleri hazırlanmıştır. Modifiye bitüm; 150°C sıcaklıkta, 1500 rpm kapasiteli mekanik karıştırıcı ile 30 dakika boyunca karıştırılarak hazırlanmıştır. Modifiye ve normal bitüm numuneleri üzerinde geleneksel bitüm deneylerinin yanı sıra, Dinamik Kesme Reometresi (DSR), Dönel İnce Film Etüvü (RTFO), Basıncılı Yaşlandırma Kabı (PAV) ve Kiriş Eğilme Reometresi (BBR) gibi Superpave bitüm deneyleri gerçekleştirilmiştir. Deney sonuçlarından, her iki katkı malzemesi ile yapılan modifiye işleminin bitümün yüksek sıcaklıklarda tekerlek izi dayanımını önemli ölçüde artırdığı tespit edilmiştir. Nano magnezyum spinel oksit ve kolemanit için %8 katkı oranında normal bitüme kıyasla yenilme sıcaklığında yaklaşık 4°C artış sağlanmıştır. Yorulma deney sonuçlarına göre, 25°C de, %5 nano magnezyum spinel oksit ve %5 nano kolemanit ile modifiye edilen numunelerde G*. Sinδ yorulma direnç parametresindeki azalma sırasıyla %46 ve %60'dır. Kiriş Eğilme Reometresi deney sonuçları, her iki katkıyı içeren modifiye bitüm numunelerin sünme rijitliğini arttırdığını göstermektedir.

Improvement of bitumen performance properties with nano magnesium spinel and colemanite

H I G H L I G H T S

- Modification of bitumen with nano materials
- Rutting and fatigue strength of bitumen
- Performance characteristics of bitumen modified with nano magnesium spinel oxide and colemanite

Article Info

Received: 16.01.2017
Accepted: 24.10.2017

DOI:

10.17341/gazimmfd.416397

Keywords:

Modified bitumen,
nano spinel oxide,
nano colemanite,
rutting,
fatigue

ABSTRACT

In this study, it is aimed to improve the rutting and fatigue strength performance of modified bitumen in hot regions. Additives such as nano magnesium spinel oxide and colemanite are used for modifying 50/70 penetration normal bitumen. The additives at the micro size are milled until the desired nano particle size (180-200 nm) with mechanical abrasion method. Modified bitumen samples are prepared with additive ratios of %1, 3, 5 and 8 by weight of the bitumen. The modified bitumen is prepared by mixing at 150°C for 30 minutes by the help of a mechanical mixer with a capacity of 1500 rpm. Superpave bitumen tests such as; Dynamic Shear Rheometer (DSR), Rolling Thin Film Oven (RTFO), Pressure Aging Vessel (PAV) and Bending Beam Rheometer (BBR) tests are conducted on modified and normal bitumen samples in addition to the conventional bitumen tests. According to the test results, the modification process with the addition of each material significantly increased the rutting strength of bitumen at high temperatures. The addition of %8 magnesium spinel oxide and colemanite provided approximately 4°C increase in the failure temperature compared with normal bitumen. According to the fatigue test results, at 25°C test temperature, the decrease in the fatigue resistance parameter G*.Sinδ for the samples modified with %5 nano magnesium spinel oxide and %5 nano colemanite are %46 and %60 respectively. The results of the bending beam rheometer test indicate that the creep stiffness of the samples increased as a result of the modification with both additives.

*Sorumlu Yazar/Corresponding Author: aocal@hvkk.tsk.tr/ Tel: +90 412 223 7616

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Esnek üstyapı kaplamalarında, artan trafik yükü ve iklim koşullarına bağlı olarak normal bitüm ile üretilen asfalt beton karışımları performans açısından yetersiz kalabildiğinden, kaplamada meydana gelen tekerlek izi, yorulma çatlakları gibi önemli bozulmaları geciktirerek, bakım ve yenileme gereksinimini daha seyrek aralıklara düşürmek ve kaplama performansını artırmak amacıyla birçok ülkede bitüme veya karışımlara çeşitli katkı maddeleri ilave edilmektedir. Bitüm ve karışımın performansını arttırmak amacıyla yapılan modifiye işlemi, katkıların belirli oranlarda ve şartlarda ya doğrudan bitüm içerisine yada bitümlü karışım içerisine katılması ile gerçekleştirilir. Bu şekilde elde edilen bitüme “modifiye bitüm”, bitümlü sıcak karışıma ise “modifiye karışım” denir. Bitüm ve bitümlü karışımların modifiye edilmeleri ile genel anlamda, yol kaplamalarının yüksek hava sıcaklıklarında yeterli rijitliğe sahip olarak kalıcı deformasyonlara karşı dirençli olması, düşük hava sıcaklıklarında da yeterli esnekliğe sahip olarak çatlamlara ve kırılmalara karşı dirençli olmaları amaçlanmaktadır [1].

Yol üstyapılarında çeşitli bozulmalar meydana gelebilir. Yollarda görülen bozulma türleri; kalıcı deformasyonlar (tekerlek izi, çökme, kabarma, ondülasyon), çatlamlar (yorulma ve termal) ve ayrılmalar (sökülme, soyulma)’dır. Yol üstyapılarındaki çatlaklar; yük kaynaklı olan ve yük kaynaklı olmayan çatlaklar olmak üzere iki çeşittir. Yük kaynaklı çatlaklar genel olarak yorulma çatlakları olarak adlandırılmaktadır. Malzemenin maksimum çekme mukavemetinin altındaki tekrarlı gerilme uygulamaları sonunda kaplamada çatlaklar oluşmaktadır. Yorulma çatlaklarının oluşumuna etki eden faktörler; inşa edilen üst yapının yerindeki durumu, bitüm, sıcaklık ve trafik yükleri olarak sıralanabilir. Yük kaynaklı olmayan çatlamlar ise genel olarak düşük sıcaklık çatlakları olarak isimlendirilir. Hızlı soğuma ve düşük sıcaklıklar esnasında, asfalt betonunun maruz kaldığı gerilmeler kaplamanın kırılma dayanımını aşabilmektedir. Bu durum ani çatlaklara yol açar [2]. Tekerlek İzi Oluşumu (oluklanma), esnek üstyapılarda görülen önemli bozulma türlerinden biridir. Taşıt tekerleklerinin yola değdiği bölümlerde, yol boyunca oluşan düşey kalıcı deformasyonlar olarak tanımlanır. Tekerlek izi oluşumu yolun enine düzgünlüğünün bozulmasına neden olur. Enine düzgünlüğü bozulan bir yol; konfor ve güvenlik yönünden büyük sorunlar ortaya çıkarır. Ağır taşıt sayılarındaki artış, bunların taşıma sistemlerinin değişmesi, dingil ağırlıklarının ve lastik iç basınçlarının artması ile yollardaki bozulmalar hızla artar. Tekerlek izi oluşumu, son yıllarda dikkate alınması gereken en önemli sorun haline gelmiştir [3]. Bir asfalt betonunun hizmet ömrünü tamamlamasında depolama, üretim veya hizmet ömrü boyunca aşırı sertleşmemesi oldukça önemlidir. Bitüm; diğer organik maddeler gibi oksijen, ultraviyole ışınlar ve sıcaklık değişimlerinden etkilenir. Bu dışsal etkiler nedeniyle bitümün sertleşmesi ve fiziksel özelliklerinde meydana gelen değişime “yaşlanma” denir.

Bitümün yaşlanmasına etki eden en önemli faktörler; oksidasyon, uçucu madde kaybı ve fiziksel sertleşme’dir. 100°C sıcaklığın üzerinde her 10°C sıcaklık artışında bitümdeki oksidasyonun iki kat arttığı bilinmektedir [4]. Esnek üstyapıların kalıcı deformasyon ve çatlaklara karşı direncini artırmak, yaşlanmaya neden olan etkilere duyarlılığını azaltmak, dolayısıyla kaplamanın hizmet ömrünün uzatılmasına yönelik çalışmalar önem kazanmaktadır. Bu bağlamda, asfalt betonun özelliklerini iyileştirmek üzere yapılan araştırmalar kapsamında bitüm modifiye edici olarak nano malzemelerin kullanımı artan ilgi görmektedir. Nano malzemeler ile üstün performans gösteren asfalt betonun üretilmesi için bitüm modifiyesinde karbon nano tüpler ve nano killer [5], nanosilika [6], Fe₂O₃, Al₂O₃ ve ZnO [7], ile nano TiO₂ [8] gibi malzemelerin kullanıldığı çalışmalar gerçekleştirilmiştir.

%3, 5 ve 7 katkı oranlarında nano Al₂O₃ ile bitümün modifiye edilmesi suretiyle yapılan çalışmada, %5 katkı oranı için 65°C ve 75°C sıcaklıkta G*/Sin δ tekerlek izi direnç parametresinde kontrol bitüme kıyasla sırasıyla 5,3 ve 3,8 kat artış olmuştur. 25°C sıcaklıkta %5 katkı oranında G*.Sin δ yorulma direnç parametresindeki azalma %16’dır [9]. Aynı bitüm sınıfındaki üç farklı kaynaktan temin edilen malzemenin bitüm ağırlığına %0,2; 0,5; 1,0 ve 1,5 katkı oranlarında nano karbon parçacıklar ile modifiyesi ile yaşlandırılmamış numuneler üzerinde yapılan çalışmada; DSR deney sonuçlarına göre yenileme sıcaklıklarında 5-9°C arasında artış sağlanmıştır [10]. Karbon nano fiberler (CNF) ile bitüm modifiye edildiğinde, modifiye işlemi sonucunda bitümün yorulma dayanımının kontrol numunelerine göre 2-3 kat arttığı, %2,5 CNF katkılı bitüm için yüksek sıcaklık rijitliğini ifade eden G*/Sinδ tekerlek izi direnç parametresindeki artışın ise %35 olduğu tespit edilmiştir [11]. Karbon mikrofiber (MCF), nanomer, nanosilika (NS), modifiye edilmemiş nanokil (NMN) ve polimer modifiye nanokil (PMN) gibi beş farklı mikro ve nano katkı malzemesinin bitüm ağırlığına %2, 4 ve 6 oranlarında kullanılması ile yapılan çalışmada asfalt betonu numuneleri hazırlanmıştır. Kontrol numunelerine kıyasla; %4 MCF ve nanomer ile modifiye edilen numunelerde tekerlek izi derinliklerindeki azalma sırasıyla %20 ve %40’dır. %6 NS içeren numunelerde tekerlek izi derinliğindeki azalma %30, %4 NMN ve PMN için sırasıyla %110 ve %70’tir [12].

Laboratuvar ortamında kimyasal olarak sentezlenen trietilen glikol esaslı poliboron (TEGPB)’un 50/70 penetrasyon bitüme %1, 2, 3 ve 5 oranlarında katılması ile yapılan çalışmada; 50°C sıcaklık için %5 katkı oranında kontrol bitüme kıyasla viskozitede %24,3 artış olduğu tespit edilmiştir. TEGPB ile modifiye neticesinde; 64°C sıcaklık için G*/Sin δ tekerlek izi direnç parametresindeki artış %22,93’tür [13]. 50/70 penetrasyon bitüme laboratuvar ortamında kimyasal olarak sentezlenen organik esaslı borik asit bileşiğinin (OBBAC) %1, 2, 3, 5 ve 10 oranlarında ilave edilmesi ile bitümün modifiyesi neticesinde; 90°C sıcaklıkta viskozitedeki azalma %52,2 mertebesinde.

Optimum katkı oranı olan %3 oranında modifiye bitüm için S/m oranında %23,0 azalma olmakta, bir başka deyişle modifiye işlemi ile bitümün düşük sıcaklık çatlaklarına karşı direnci artmaktadır [14]. Şeker pancarı melası ve melas esaslı bor oksit bileşiğinin (MBOC) 50/70 penetrasyon bitüme %1; 2; 3; 5;7,5 ve 10 oranlarında ilave edilerek bitümün modifiye edilmesi suretiyle yapılan çalışmada; her iki modifikasyon neticesinde bitümün yorulma dayanımı artırılmıştır. 25°C sıcaklıkta kontrol bitüm için 4701 kPa olan G*.Sin δ değeri, %5 melas için 4142 kPa, %10 MBOC için 4359 kPa'dır [15].

Bitüm modifiye edici olarak karbon nano tüpler (CNT) kullanılarak bitüm ağırlığına %0,1; 0,5 ve 1 oranlarında CNT ilave edilerek yapılan çalışmada; CNT'ler en az %0,5 oranında kullanıldığında bitümün reolojik özelliklerini önemli ölçüde etkilediği, tekerlek izi direnci ve termal çatlak direncinde artış sağladığı tespit edilmiştir. Ayrıca CNT'ler bitümün yaşlanma direncini artırmaktadır [16]. Sentezlenen organik esaslı magnezyum bileşiğinin bitüme ağırlıkça %0,1 oranında katılması ile bitümün G*/Sin δ tekerlek izi direnç parametresi %9 artmaktadır. Ancak yorulma çatlak direncinde önemli oranda değişim olmadığı gözlenmiştir [17]. Özellikle nano malzemeler ile modifiye sonrasında; farklı kaynaktan temin edilen değişik tipteki bitümler farklı reolojik özellikler gösterirler. Bu sebeple, nano modifiye bitüm performansındaki değişim, kontrol bitümün özelliklerine bağlı olarak farklılık gösterebilmektedir [18]. Bu çalışmada bitüme ilk defa nano boyutta magnezyum spinel oksit ve kolemanit belirli oranlarda katılmak suretiyle sıcak iklim bölgelerinde tekerlek izi dayanımı, tekrarlı yükler altında yorulma dayanımına katkı sağlayabilen bitümün geliştirilmesi amaçlanmıştır.

2. MATERYAL VE METOT (MATERIAL AND METHOD)

Çalışma kapsamında İzmit Tüpraş Rafinerisine ait 50/70 penetrasyonlu bitümü modifiye etmek amacıyla ETİ Maden İşletmelerinden temin edilen Bigadiç Kolemaniti ve KÜMAŞ Manyezit Sanayi A.Ş.'den temin edilen Magnezyum Spinel Oksit kullanılmıştır.

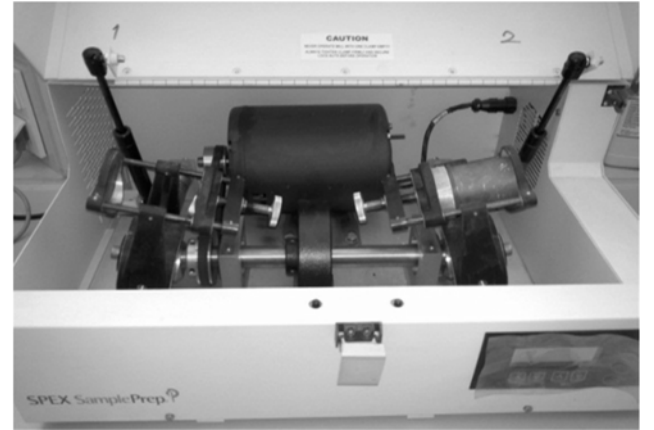
2.1. Magnezyum Spinel Oksit ve Kolemanit (Magnesium Spinel Oxide and Colemanite)

Magnezyum Spinel Oksidin mohs sertlik sınıflandırmasına göre sertliği 7,5-8,0; özgül ağırlığı ise 3,6-4,0 g/cm³'dir. Magnezyum spinel yüksek ısıya dayanıklı refrakter tuğlaların üretiminde kullanılmaktadır [19]. Oksidasyona dayanıklı malzemeler olduğu bilindiğinden, bitümün yaşlanması üzerinde olumlu etkileri olabileceği değerlendirilmektedir. Bitümün ısı genleşme ve mekanik özellikleri üzerinde de olumlu etkileri olabileceğinden katkı olarak kullanılmasına karar verilmiştir Alümina (Al₂O₃) ve spinelin (MgAl₂O₄) yüksek ergime sıcaklıkları, kimyasal etkileşimlere karşı yüksek dirençleri ve çok iyi mekanik özelliklerinden dolayı refrakterlik ve yapısal uygulamaları bulunmaktadır [20]. Bütün dünyada ekonomik olarak

bilinen üç önemli bor minerali vardır; boraks, üleksit ve kolemanit. Bu üç mineral, dünya borat ihtiyacının yaklaşık %90'ını karşılayan başta Türkiye ve ABD olmak üzere çok sınırlı sayıdaki ülkelerde üretilmektedir. Dünya ülkeleri kolemanit üretimi yönünden tamamen Türkiye'ye bağımlıdır [21]. Kolemanit (2CaO.3B₂O₃.5H₂O) bor mineralleri arasında en yaygın bulunanıdır. Mohs sertlik sınıflandırmasına göre sertliği 4-4,5; özgül ağırlığı 2,42 g/cm³'dir. Suda yavaş HCl'de hızlı çözünür. Kolemanit daha çok tekstil tipi cam elyaf endüstrisinde kullanılmaktadır. Camın üretiminde ergime derecesini düşürücü, ısıl şoklara karşı direncini ve ısı genleşme katsayısını artırıcı madde olarak kullanılmaktadır. Ayrıca seramik ve emaye sır üretiminde değerlendirilmektedir. Demir çelik sektöründe tozlaşan cürufa kolemanit ilave edilmesi suretiyle bu sektörde kolemanit kullanımı yaygınlaşmaya başlamıştır. Ülkemizin önemli yeraltı zenginliklerinden biri olan kolemanit mineralinin asfalt betonu üretiminde performans iyileştirici katkı maddesi olarak kullanılabilmesi, hem kolemanit için yeni bir kullanım alanı oluşturacak hem de ülke ekonomisine ciddi katkı sağlayabilecektir.

2.2. Nano Malzemelerin Üretimi (Production of Nano Materials)

Toz partiküllerin mekanik aşındırma (MA) yöntemi ile üretimi 1970'li yıllarda endüstriyel uygulamalar için geliştirilmiştir. Bu amaç için kullanılan çeşitli bilyalı öğütücüler mevcuttur. Bunlar; aşındırma, gezegen, titreşimli ve yüksek enerjili bilyalı (Spex Tipi Yüksek Enerji Çarpmalı 3 Boyutlu Bilyalı Çalkalama Değirmeni) değirmenlerdir. Çalışma kapsamında nano malzeme üretilebilmesi için Şekil 1'de gösterilen Spex Tipi Yüksek Enerji Çarpmalı 3 Boyutlu Bilyalı Çalkalama değirmeninden faydalanılmıştır.



Şekil 1. Spex tipi üç boyutlu bilyalı çalkalama cihazı
(Spex type high energy impingement three-dimensional shaker)

Malzemelerde nano boyuta daha kısa sürede inilebilmesi için ham haldeki katkı malzemeleri ETİ Maden İşletmeleri Genel Müdürlüğündeki tablalı öğütme cihazı kullanılarak 20-30 mikron ortalama tane çapı olacak şekilde ön öğütme işlemine tabii tutulmuştur. Mekanik aşındırma yönteminde,

öncelikle deneme yanılma yöntemi ile Şekil 2’de gösterilen reaktörlerin içerisine öğütülmek üzere belirli miktarda katkı maddesi konulmuş, ağırlıkça 1:5 veya 1:7 oranlarında (katkı:bilya) çelik bilya konularak muhtelif süreler için deneme öğütmeleri yapılmıştır.



Şekil 2. Malzeme öğütmede kullanılan çelik reaktör ve muhtelif boyutta çelik bilyalar
(Steel reactors and miscellaneous sized steel balls used for material grinding)

2.3. Test Metotları (Test Methods)

Bitüm modifiye edilmeden önce Zeta Seizer cihazı ile öğütülen katkı maddelerinin ortalama tane boyutu kontrolü yapılmış, öğütülen malzemelerin elementel birleşiminin kontrolü için Enerji Dağılımı Spektrometresi (EDS) analizinden yararlanılmıştır. Ayrıca öğütülen malzemelerde tane boyutunu belirlemek ve aglomerasyon (birikim) olup olmadığını tespiti için Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) analizi, katkı malzemelerinde ortalama kristalit boyutunun tayini için X Işını Kırınım (XRD) analizinden yararlanılmıştır. Tane boyut dağılımının tayin edildiği Zeta Seizer cihazı ile 0,6 nm - 6µm büyüklüğündeki taneler analiz edilebilmektedir. Öğütme işlemleri sonrası katkı maddelerinin ortalama tane boyutlarının tespiti için cihaz en güvenilir yöntemdir. Ölçümler için Bilkent Üniversitesi Ulusal Nanoteknoloji Araştırma Merkezindeki (UNAM) Malvern marka cihazdan yararlanılmıştır. Mekanik aşındırma yönteminde en büyük risklerden biri öğütme işleminde kullanılan çelik bilya veya reaktörden öğütülen malzeme içerisine safsızlık karışması olduğundan, öğütülen malzemelerin elementel birleşiminin Enerji Dağılımı Spektrometresi analizi ile kontrolü önem kazanmaktadır.

2.4. Bitümün Modifiye Edilmesi (Bitumen Modification)

Türkiyede bor kullanılarak yapılan çalışmalara bakıldığında; laboratuvar ortamında kimyasal olarak sentezlenen trietilen glikol esaslı poliboron (TEGPB)’un 50/70 penetrasyon bitüme %1, 2, 3 ve 5, laboratuvar ortamında kimyasal olarak sentezlenen organik esaslı borik asit bileşiğinin (OBBAC) ise %1, 2, 3, 5 ve 10 oranlarında ilave edildiği görülmektedir [13, 14]. Magnezyum kullanılarak yapılan bir çalışmada ise organik esaslı magnezyum bileşiği bitüme ağırlıkça %1, 2, 3, 5 ve 10 oranlarında eklenerek bitüm modifiye edilmiştir. [27] Bu çalışma kapsamında, literatürde kullanıldığı görülen katkı

oranlarına benzer olarak, bitüm ağırlığınca %1, 3, 5 ve 8 katkı oranlarında modifiye bitüm numuneleri hazırlanmıştır. Modifiye bitüm 50 g’lık gruplar halinde hazırlanmış, karıştırma işlemi 150°C sıcaklıkta 30 dakika süresince yapılmıştır. Modifiye işlemi için 1500 rpm kapasiteli karıştırıcı kullanılmıştır.

2.5. Superpave Bitüm Deneyleleri (Superpave Bitumen Tests)

Çalışma kapsamında gerçekleştirilen Superpave bitüm deneyleleri;

- Dinamik Kesme Reometresi (DSR) Deneyi,
- Dönel İnce Film Etüvü Deneyi (RTFOT),
- Basıncılı Yaşlandırma Kabı (PAV),
- Kiriş Eğme Reometresi (BBR) deneyidir.

Dinamik Kesme Reometresi deneyi TS EN 14770 ve ASTM D 7175’e göre gerçekleştirilmiştir. Deney bitümün orta sıcaklıklardan yüksek sıcaklıklara kadar kompleks kayma modülü (G^*) ve faz açısı (δ) parametreleri ile reolojik özelliklerinin tayininde kullanılır. Bu parametreler bitümlerin hem viskoz hem elastik davranışını karakterize etmek için kullanılabilir. Kompleks kayma modülü, G^* ; malzeme sinüsoidal kayma gerilmesine maruz bırakıldığında deformasyona karşı gösterdiği toplam direncin ölçüsüdür. G^* , hem elastik (geri dönüşümlü), hemde viskoz (geri dönüşümsüz) bileşenleri içerir [22]. Bitümün G^* ve δ değerleri, deney sıcaklığı ve yükleme hızı ile büyük oranda ilişkilidir. Bitüm yüksek sıcaklıklarda, geri dönüşüm kapasitesi az olan viskoz akışkan gibi davranırken, düşük sıcaklıklarda ise elastik davranış göstermektedir. Ancak normal kaplama sıcaklıkları ve trafik yüklemeleri için bitüm hem viskoz hem de elastik davranış sergilemektedir [23]. δ küçüldükçe bitümün elastik davranış özelliği, büyüdükçe viskoz davranış özelliği artar. Faz açısının 0° olması malzemenin tamamıyla elastik özellikte olduğunu, 90° olması ise tamamen viskoz özellikte olduğunu ifade eder. $G^*/\sin \delta$ yüksek sıcaklık rijitliğini ifade eder. Tekerlek izi dayanım göstergesidir. Bu değer yüksek olması bitümün tekerlek izi oluşumuna karşı daha dirençli olduğunu gösterir. Performans sınıfı bitüm şartnamesine göre $G^*/\sin \delta$ değeri yaşlandırılmamış bitümler için minimum 1 kPa, RTFOT ile yaşlandırılmış bitümler için ise minimum 2,2 kPa olmalıdır [24]. $G^* \cdot \sin \delta$ orta dereceli sıcaklık rijitliğini ifade eder ve yorulma dayanımının bir göstergesidir. RTFOT ve sonrasında PAV cihazı ile yaşlandırılan numunelerde $G^* \cdot \sin \delta$ maksimum 5000 kPa olmalıdır. Bitüm numunelerinin hiçbir koşulda ikiden fazla ısıtılmaması gerekmektedir. Çünkü her ısıtma neticesinde reometre cihazının verdiği değerler belirgin ölçüde değişmektedir. Polimer modifiye bitüm için sıcaklığın tayininde EN 12594’e uygun tasarım uygulanır. Deneyde normal (yaşlandırılmamış) ve kısa dönem yaşlandırılmış bitüm için 25 mm çapındaki plaka, uzun dönem yaşlandırılmış bitüm için ise 8 mm çapındaki plaka kullanılır. Paralel plak kullanılması halinde 5°C ile 85°C sıcaklık aralığında bitüm için 0,5 mm-2,0 mm yükseklik kullanılması uygun olmaktadır. 25 mm plaklar için $h=1$

mm, 8 mm plaklar için ise $h=2$ mm değerleri tavsiye edilir [22, 25]. Plakalar arasına yerleştirilen numune, ısı dengesinin sağlanması için 10 dakika bekletilir. Sonra bitüm salınım hızı 10 rad/s frekansta, yaşlandırılmamış numuneler için 120 Pa, yaşlandırılmış numuneler için 220 Pa gerilme uygulanarak 10 devirlik bir ön koşullandırmaya tabi tutulmaktadır. Dönel İnce Film Etüvü deneyi; ısıtma ile uçucu madde kaybının tespiti ve ısıtmadan sonraki sertleşmiş bitümün fiziksel özelliklerinin tayini için yapılmaktadır. Deney EN 12607-1'e göre gerçekleştirilmektedir. Plentteki karıştırma işlemi ve serim sırasında yüksek sıcaklık ve hava akışı etkisiyle bitümde kısa dönem yaşlanma meydana gelmektedir. Kısa dönem yaşlanmanın laboratuvar ortamında temsil edilmesi için Dönel İnce Film Etüvü Deneyi kullanılır. Deney dairesel, dikey ve kendi eksenine etrafında dönen 8 adet numune tüpü yerleştirilebilen bir taşıyıcıya sahip etüv içerisinde yapılır. RTFOT deneyinde silindirik tüplerin her birine 35 g ısıtılmış bitüm konulur. Deneyde numune silindirleninin bulunduğu tabla dakikada 15 devir yapacak şekilde, 85 dakika süre ile 163°C sıcaklıkta dönmektedir. Bu esnada numuneler üzerine 4000 ± 300 ml/dak olacak şekilde hava püskürtülür [25]. Kütle kaybı; bitüm içerisindeki uçucu maddelerin kaybindan ibaret olup, bitümün taşıma, depolama, ısıtılma, kaplamanın inşası ve kullanımı esnasında sertleşmesinin bir göstergesidir.

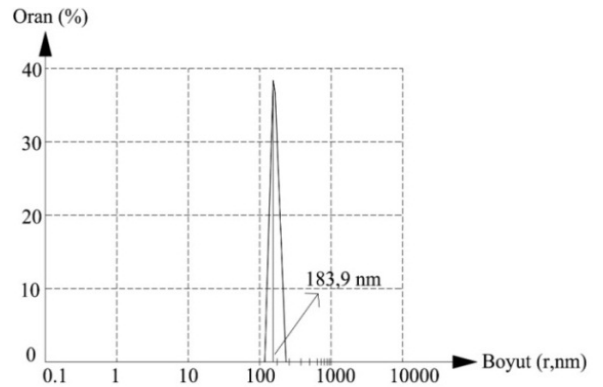
Basıncılı Yaşlandırma Kabı bitümlü sıcak karışımların hizmet ömrü boyunca oluşacak uzun dönem yaşlanmayı temsil etmek üzere geliştirilmiştir. Deney ASTM D6521 ve TS EN 14769'a uygun olarak gerçekleştirilir. RTFOT deneyinde kısa dönem yaşlanmaya maruz bırakılan bitüm numunesi müteakiben Basıncılı Yaşlandırma Kabına alınmaktadır. Numuneler 50'er gram olacak şekilde paslanmaz çelik tavalara alınmakta, cihaza yerleştirildikten sonra 2,1 MPa basınçlı hava ile 20 saat süreyle, 90-110°C'de şartlandırılarak yaşlanmaya maruz bırakılmaktadır. Şartlandırma sıcaklığı bitümün sınıfına göre seçilmektedir [4, 26]. 20 saat sonunda numune tavaları PAV cihazından çıkarılarak 15 dakika süre ile 163°C'de etüvde beklemeye alınır. Numuneler; içerisindeki hava kabarcıklarının yok edilebilmesi için 170°C sıcaklık, 15 kPa basınç altında çalışan vakum fırınında 30 dakika süre ile işleme tabi tutulur. Deney sonunda elde edilen bitüm üzerinde Dinamik Kesme Reometresi (DSR), Kiriş Eğme Reometresi (BBR) ve Direkt Çekme testleri uygulanabilmektedir. Soğuk iklimli bölgelerde inşa edilen asfalt beton kaplamalarda, yüke bağlı olmayan, ancak iklim ve çevre şartlarından kaynaklanan, termal çatlak olarak da isimlendirilen düşük sıcaklık çatlaklarının gözlenmesi amacıyla BBR deneyi geliştirilmiştir. Bu deney, belirli ısıda ve sabit bir yük altında bitümün ne kadar sünme veya defleksiyon yapacağını ölçer ve asfalt beton kaplamanın karşılaşılabileceği en düşük sıcaklıklardaki elastik davranışını belirlemeye çalışır. Bu test metodu kiriş eğilme reometresi yardımı ile bitümün esnekliğine ilişkin sünme rijitliği (S) ile sünme oranı olan (m) değerlerinin tayinini kapsar. AASHTO T313, ASTM D 6648 ve TS EN 14771'ye uygun olarak yürütülür. Kiriş eğme reometresi

bitümden oluşan prizmatik kirişin orta noktasına sabit bir yük uygulandığında, orta noktasındaki eğilmeyi ölçmek için kullanılır. Bu test metodu kullanılarak yapılan ölçümlerde 4 mm den fazla ve 0,08 mm den az eğilen numunelerden elde edilen sonuçlar geçerli değildir [26]. Deney düzeneği -36°C ile 0°C arasındaki sıcaklık aralığında sonuçlar verebilmektedir. Deneyde prizmatik deney numuneleri içerisinde alkol banyosu bulunan sıcaklık kontrollü hazneye yerleştirilir ve 240 s süresince üzerine belirli zamanlarda (8.s, 15.s, 30.s, 60.s, 120.s ve 240.s) sabit yük uygulanır. Test yükü 100 g olup, kirişin orta noktasındaki eğilme zamana bağlı olarak takip edilerek kayıt altına alınır [22, 26]. Deney sırasındaki yükleme, çok düşük sıcaklıklarda kaplamanın yavaş yavaş maruz kaldığı termal gerilmeleri temsil etmektedir. Asfalt beton kaplamaların düşük sıcaklıktaki termal çatlama performansı; sünme rijitliği ve karışımdaki bitümün m değeri ile ilişkilidir. Sünme rijitliği, bitümün sünme gerilmelerine karşı gösterdiği direnç, sünme oranı ise yükleme süresince bitümün rijitliğindeki değişim olarak değerlendirilmektedir. Farklı yükleme zamanlarındaki rijitlik ölçülerek elde edilen rijitlik-zaman eğrisinde 60. s'deki teğetin eğimi (m) değeri olarak alınmaktadır. Sıcaklık düştükçe ve termal gerilmeler devam ettikçe, bitümdeki sertlik zamanla değişeceğinden, yüksek (m) değerleri tercih edilmektedir. Yüksek (m) değeri, daha az sert bitüm anlamına geleceğinden kaplamada oluşacak çekme gerilmeleri azalacak ve termal çatlaklar oluşmayacaktır. Bu nedenle, bitüm şartnamesi 60 s yükleme sonunda (m) değerinin en az 0,300 olması şartını getirmiştir. Superpave şartnamesine göre 60 s yükleme süresi için sünme S değerinin en fazla 300 MPa olması istenmektedir [26].

3. SONUÇLAR VE TARTIŞMALAR (RESULTS AND DISCUSSIONS)

3.1. Görüntüleme Teknikleri (Imaging Technics)

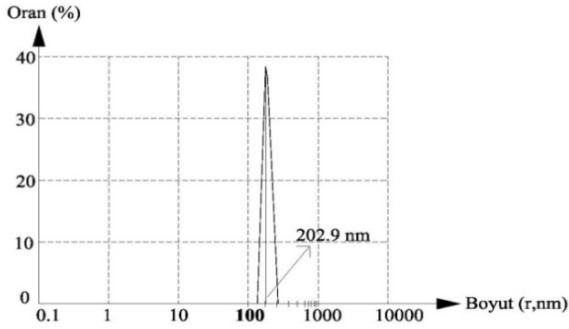
Mg spinel oksit ve kolemanit için yapılan zeta seizer analiz sonuçları sırasıyla Şekil 3 ve Şekil 4'de verilmiştir.



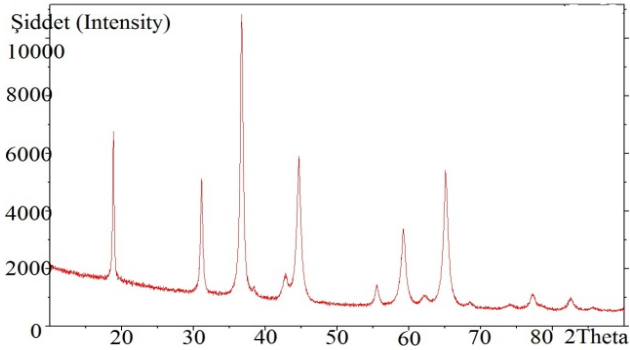
Şekil 3. Mg spinel için zeta seizer analiz sonucu
(Zeta seizer analysis results for Mg spinel)

X ışını kırınım (XRD) analiz sonuçlarından Mg spinel oksit ve kolemanit için elde edilen kırınım desenleri sırasıyla Şekil 5 ve Şekil 6'da verilmiştir. Bu bağlamda nano

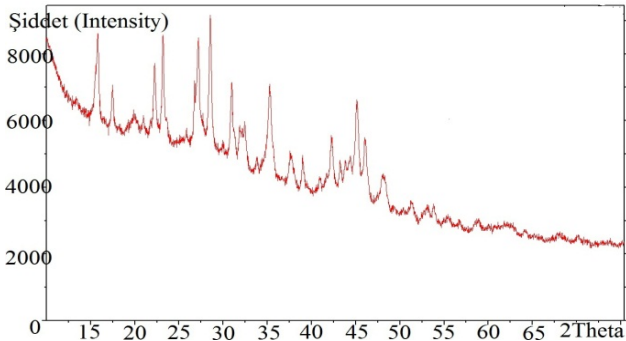
boyuttaki her iki katkı malzemesi için elde edilen XRD analiz sonuçları JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards)'de bulunan ve kristal yapısı bilinen malzeme ile karşılaştırılmıştır. Mg Spinel Oksit için JCPDS kart no: 21-11052 ve kolemanit için JCPDS kart no: 00-033-0267'deki referans patern ile mevcut analiz karşılaştırıldığında, piklerin yeri, şiddeti ve kırınım açıları göz önüne alındığında öğütme işleminin malzemenin kristal yapısında önemli bir değişikliğe neden olmadığı, ayrıca öğütülmüş malzeme içerisinde farklı fazların bulunmadığı tespit edilmiştir.



Şekil 4. Kolemanit için zeta seizer analiz sonucu
(Zeta seizer analysis results for colemanite)



Şekil 5. Magnezyum spinel için XRD kırınım desenleri
(XRD results for magnesium spinel)



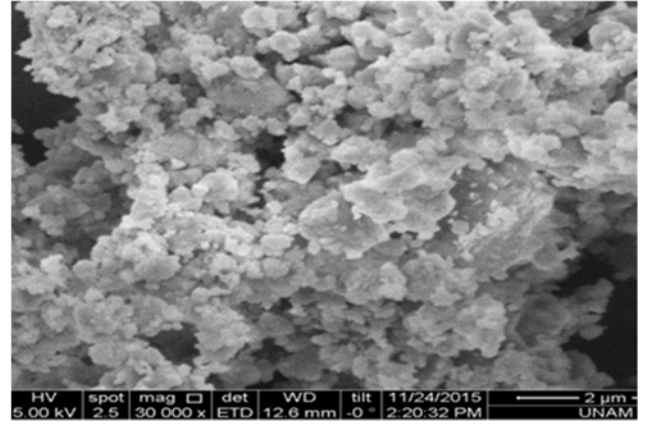
Şekil 6. Kolemanit için XRD kırınım desenleri
(XRD results for colemanite)

SEM analizi neticesinde Mg spinel oksit ve kolemanit için elde edilen görüntüler sırasıyla Şekil 7 ve Şekil 8'de

verilmiştir. Magnezyum spinel oksit için EDS analiz sonuçları; ağırlıkça %20,21 magnezyum ve %38,16 alüminyum, kolemanit için EDS analiz sonuçları; ağırlıkça %2,59 magnezyum, %2,90 alüminyum, %8,14 silisyum, %10,86 kalsiyum içerdiği şeklindedir.

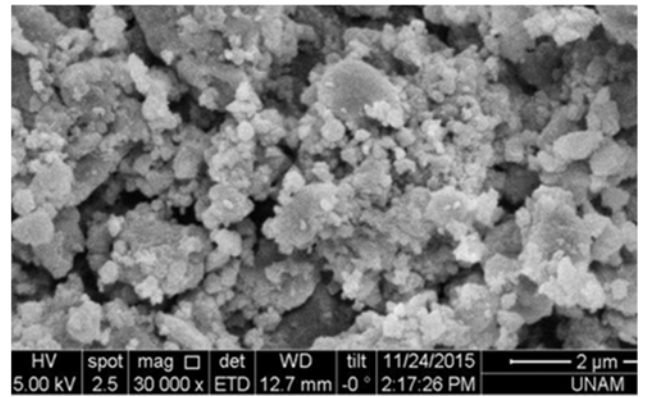
3.2. Geleneksel Bitüm Deneyleri (Traditional Bitumen Tests)

Çalışmalarda kullanılan kontrol bitüm için özgül ağırlık, penetrasyon, yumuşama noktası ve parlama noktası deney sonuçları Tablo 1'de verilmiştir. Kontrol bitüm, nano Mg spinel (NMS) ve nano kolemanit (NK) ile modifiye edilen bitüm numuneleri üzerinde penetrasyon ve yumuşama noktası deneyleri gerçekleştirilmiş olup, sonuçları Tablo 2'de verilmiştir.



Şekil 7. Mg spinel oksit için SEM görüntüsü
(SEM image of nano Mg spinel oxide)

Analiz sonuçlarına göre; öğütme işlemi sonrasında her iki malzemede de parçacıklar düzensiz şekilli, nano boyutta ve göreceli olarak aglomare olmuş durumdadırlar.



Şekil 8. Kolemanit için SEM görüntüsü
(SEM image of nano colemanite)

Yumuşama noktası ve Penetrasyon deney sonuçlarına göre her iki katkı için %8 nano katkı oranında bitümün yumuşama noktası yaklaşık 5-6°C artmakta, penetrasyon değerleri %8 NMS ve NK modifiye bitüm numunelerinde sırasıyla %23 ve %21 azalmaktadır.

Tablo 1. Kontrol bitüm fiziksel özellikleri (Physical properties of original bitumen)

| Özellikler | Deney Standardı | B 50/70 | |
|---|-----------------|--------------|-----------------|
| | | Deney Sonucu | Şartname Sınırı |
| Özgül Ağırlık (gr/cm ³), 25°C | TS EN 15326 | 1,026 | 1,0-1,1 |
| Penetrasyon (0,1 mm), 100 g, 5 sn, 25°C | TS EN 1426 | 63,1 | 50-70 |
| Yumuşama Noktası (°C) | TS EN 1427 | 46,9 | 46-54 |
| Parlama Noktası (°C) | TS EN ISO 2592 | 286 | ≥ 230 |

Tablo 2. Kontrol, NMS ve NK modifiye bitüm numuneleri penetrasyon ve yumuşama noktası deney sonuçları (Penetration and softening point test results of original, NMS and NK modified bitumen)

| Numune katkı tipi / oranı | PENETRASYON DENEYİ | | YUMUŞAMA NOKTASI DENEYİ | |
|---------------------------|---------------------|---------------------------------|-------------------------|---------------------------------|
| | Sonuç (25°C 0,1 mm) | Kontrol bitüme göre değişim (%) | Sonuç (°C) | Kontrol bitüme göre değişim (%) |
| Kontrol | 63,1 | | 46,9 | |
| NMS1 | 59,4 | %5,9 Azalma | 48,6 | %3,6 Artış |
| NMS3 | 53,5 | %15,2 Azalma | 49,8 | %6,2 Artış |
| NMS5 | 50,1 | %20,6 Azalma | 51,5 | %9,8 Artış |
| NMS8 | 48,6 | %23,0 Azalma | 52,9 | %12,8 Artış |
| NK1 | 59,3 | %6,0 Azalma | 47,8 | %1,9 Artış |
| NK3 | 53,8 | %14,7 Azalma | 49,6 | %5,8 Artış |
| NK5 | 52,0 | %17,6 Azalma | 50,7 | %8,1 Artış |
| NK8 | 49,5 | %21,5 Azalma | 52,1 | %11,1 Artış |

Tablo 3. Kontrol, NMS ve NK modifiye bitüm numuneleri için kütle kaybı deney sonuçları (Mass loss test results for original, NMS and NK modified bitumen)

| Numune Tipi | RTFOT Öncesi | | RTFOT Sonrası | Kütle Kaybı, % | Ort. % | PG 58-28 ila PG 70-28 arası bitüm sınıfları için EN 12607-1'e göre sınırlar maksimum %1'dir. |
|-------------|------------------------|---------------------|----------------------------|----------------|--------|--|
| | Boş Şişe Ağırlığı, (g) | Bitüm Ağırlığı, (g) | Şişe + Bitüm Ağırlığı, (g) | | | |
| Kontrol (1) | 210,02 | 35,06 | 245,00 | 0,23 | 0,27 | |
| Kontrol (2) | 208,60 | 35,26 | 243,75 | 0,31 | 0,43 | |
| %1 NMS (1) | 207,90 | 34,95 | 242,70 | 0,43 | 0,44 | |
| %1 NMS (2) | 210,04 | 35,30 | 245,19 | 0,42 | 0,47 | |
| %3 NMS (1) | 209,97 | 35,20 | 245,05 | 0,34 | 0,44 | |
| %3 NMS (2) | 212,10 | 35,47 | 247,38 | 0,54 | 0,67 | |
| %5 NMS (1) | 208,50 | 35,22 | 243,55 | 0,48 | 0,47 | |
| %5 NMS (2) | 211,14 | 35,00 | 245,98 | 0,46 | 0,67 | |
| %8 NMS (1) | 213,03 | 35,05 | 247,86 | 0,63 | 0,67 | |
| %8 NMS (2) | 211,38 | 35,20 | 246,33 | 0,71 | 0,67 | |
| %1 NK (1) | 210,61 | 35,44 | 245,91 | 0,39 | 0,37 | |
| %1 NK (2) | 210,74 | 35,39 | 246,01 | 0,34 | 0,37 | |
| %3 NK (1) | 211,90 | 35,07 | 246,80 | 0,48 | 0,45 | |
| %3 NK (2) | 209,19 | 35,46 | 244,50 | 0,42 | 0,45 | |
| %5 NK (1) | 207,10 | 35,28 | 242,14 | 0,68 | 0,72 | |
| %5 NK (2) | 209,11 | 34,59 | 243,44 | 0,75 | 0,72 | |
| %8 NK (1) | 210,50 | 34,97 | 245,20 | 0,77 | 0,83 | |
| %8 NK (2) | 209,33 | 35,05 | 244,07 | 0,88 | 0,83 | |

Kontrol, NMS ve NK modifiye bitümlerin RTFOT deneyi sonrası kütle kayıpları Tablo 3'te verilmiş olup, bitüm numunelerinin yaşlanma sonrası kütle kayıplarının şartnamenin öngördüğü sınıra altında kaldığı görülmektedir. Kontrol, NMS ve NK modifiye bitüm numuneleri üzerinde 135 ve 165°C sıcaklık değerlerinde brookfield viskozite deneyleri gerçekleştirilmiştir. Viskozite değerleri her sıcaklıkta 150 rpm değerinde ölçülen üç değer ortalamasını ifade etmektedir. Deney sonuçları Tablo 4'te verilmiştir. Kontrol, NMS ve NK modifiye bitüm numuneleri için çizilen viskozite-sıcaklık grafiklerinde, karıştırma için 170 ± 20 cP, sıkıştırma için 280 ± 30 cP viskozite olacak şekilde bitümün karıştırma ve sıkıştırma sıcaklıkları belirlenmiştir.

Kontrol bitüm için karıştırma ve sıkıştırma sıcaklıklarının tayin edildiği viskozite-sıcaklık grafiği Şekil 9'da verilmiştir. NMS ve NK modifiye bitüm numuneleri için de karıştırma ve sıkıştırma sıcaklıkları aynı şekilde belirlenmiştir. Kontrol, NMS ve NK modifiye bitüm numuneleri için çizilen viskozite-sıcaklık grafiklerinde, karıştırma için 170 ± 20 cP, sıkıştırma için 280 ± 30 cP viskozite olacak şekilde bitümün karıştırma ve sıkıştırma sıcaklıkları belirlenmiştir. Karıştırma ve sıkıştırma sıcaklıkları toplu olarak Tablo 5'te verilmiştir.

Tablo 4. 135 ve 165°C brookfield viskozite deney sonuçları (Brookfield viscosity test results at 135 and 165°C)

| Bitüm Tipi | Viskozite, cP | |
|------------|---------------|-------|
| | 135°C | 165°C |
| Kontrol | 312 | 79 |
| NMS1 | 350 | 86 |
| NMS3 | 358 | 88 |
| NMS5 | 361 | 90 |
| NMS8 | 392 | 95 |
| NK1 | 352 | 84 |
| NK3 | 356 | 85 |
| NK5 | 364 | 90 |
| NK8 | 380 | 93 |

Tablo 5. Kontrol, NMS ve NK modifiye numuneleri sıkıştırma ve karıştırma sıcaklıkları

(Compaction and mixing temperatures of original, NMS and NK modified bitumen)

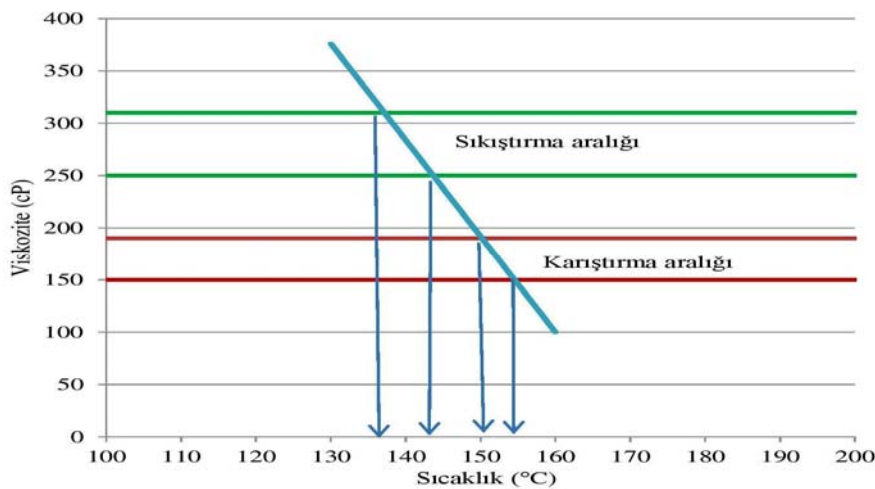
| Numune | Sıkıştırma sıcaklığı (°C) | Karıştırma Sıcaklığı(°C) |
|---------|---------------------------|--------------------------|
| Kontrol | 135,3 – 143,0 | 150,7 – 155,9 |
| NMS5 | 140,6 – 147,3 | 153,9 – 158,4 |
| NK5 | 140,9 - 147,5 | 154,1 – 158,4 |

Her iki katkı ile yapılan modifiye neticesinde; optimum katkı oranında numunelerin sıkıştırma sıcaklığı yaklaşık 4,5-5,0°C, karıştırma sıcaklığı ise 2,5-3,0°C artmaktadır.

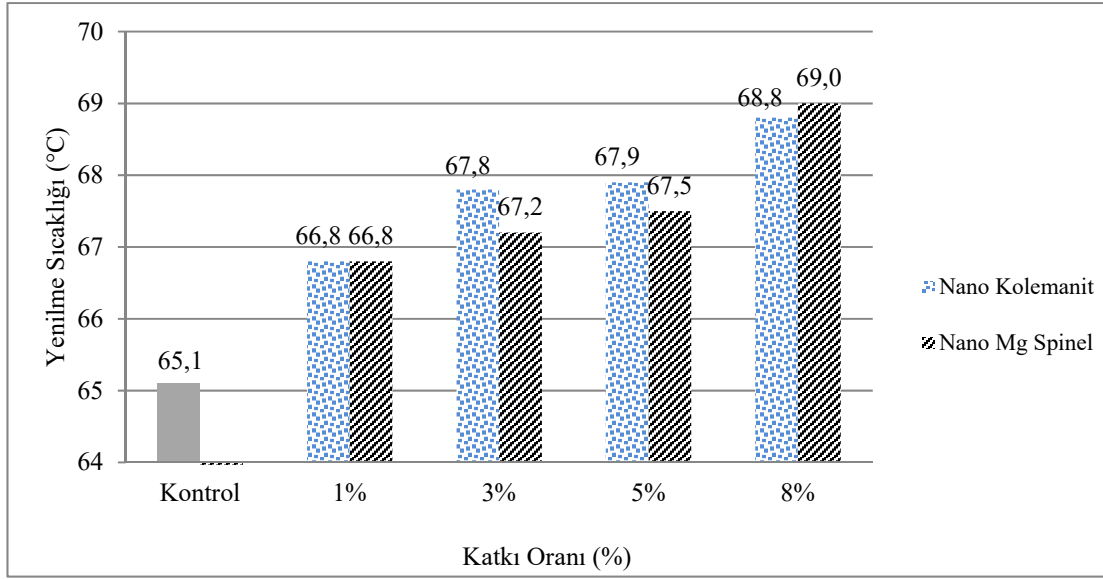
3.3. Superpave Bitüm Deneyleri

(Superpave Bitumen Tests)

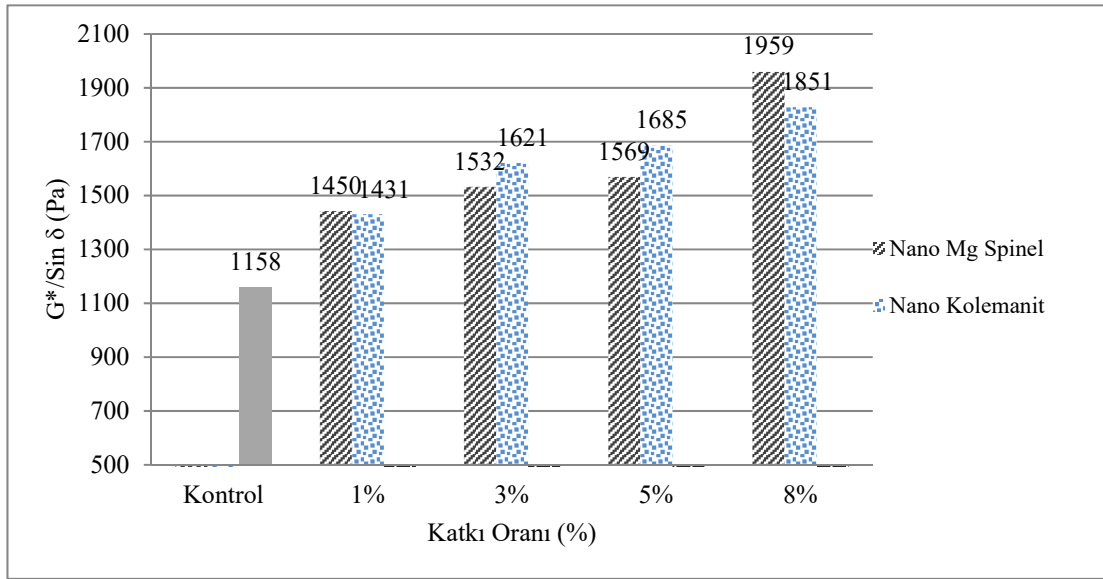
Yaşlandırılmamış kontrol, NMS ve NK modifiye bitüm numuneleri üzerinde yapılan DSR deney sonuçları Şekil 10'da verilmiş olup, %8 NMS katkı oranı için yenilme sıcaklığı artışı 4°C'dir. NMS katkı oranı arttıkça yenilme sıcaklığı artmaktadır. %8 NK katkı oranında normal bitüme göre yenilme sıcaklığında 3,7°C artış olmaktadır. NK katkı oranı arttıkça yenilme sıcaklığı artmaktadır. Yaşlandırılmamış numuneler üzerinde gerçekleştirilen ve sonuçları Şekil 11'de verilen DSR deney sonuçlarına göre, tekerlek izi direnç parametresi olan $G^*/\sin \delta$ değerinde; 64°C sıcaklıkta normal bitüme kıyasla %8 NMS ve NK modifiye bitüm numunelerinde sırasıyla %69 ve %60 artış olmaktadır. RTFOT ve sonrasında PAV cihazı ile yaşlandırılan kontrol, NMS ve NK modifiye bitüm numunelerine ait $G^* \cdot \sin \delta$ değerlerinin katkı oranı ile değişimini gösteren grafik Şekil 12'de verilmiştir. Yorulma çatlağı direnci açısından, $G^* \cdot \sin \delta$ değerlerinin daha düşük olması arzu edilir. RTFOT ve sonrasında PAV ile yaşlandırılmış bitüm numunelerinin 25°C sıcaklıktaki deney sonuçları değerlendirildiğinde; kontrol bitüm için $G^* \cdot \sin \delta$ değerinin şartname sınırı olan 5000 kPa'dan büyük olduğu görülmektedir. Katkı kullanımı ile orta dereceli



Şekil 9. Kontrol bitüm karıştırma ve sıkıştırma sıcaklıkları (Mixing and compaction temperatures of original bitumen)



Şekil 10. Yaşlandırılmamış Kontrol, NMS ve NK katkılı numunelerde DSR deneyi yenilme sıcaklıkları (DSR test failure temperatures of unaged original, NMS and NK modified bitumen)



Şekil 11. Yaşlandırılmamış Kontrol, NMS ve NK katkılı numunelerde 64°C sıcaklık için G*/Sin δ değerleri (G*/Sin δ values for unaged original, NMS and NK modified bitumen samples at 64°C)

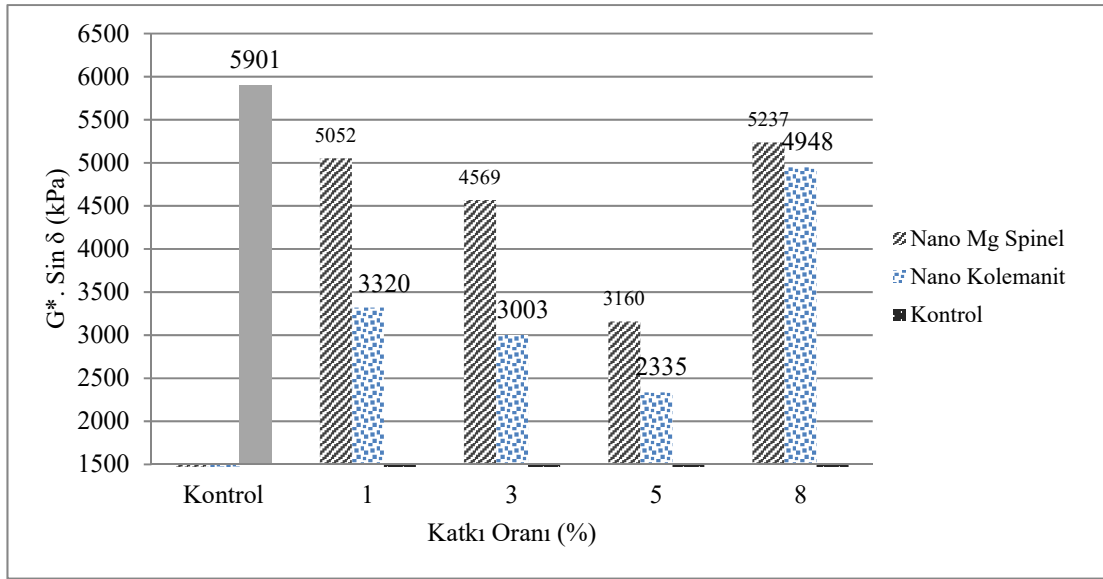
sıcaklıklarda G*.Sinδ değerinin azalmaya başladığı yani kontrol bitüme kıyasla modifiye bitüm numunelerinin yorulma çatlağı direncinin artmaya başladığı görülmektedir. Bu durumun modifiye bitüm numunelerinin kontrol bitüme kıyasla daha az yaşlanmasından kaynaklandığı değerlendirilebilir.

DSR deney sonuçlarına göre 25°C sıcaklıkta %5 NMS ve NK ile modifiye edilen numunelerde G*.Sinδ yorulma direnç parametresindeki azalma sırasıyla %46 ve %60'dır. Kiriş eğme reometresi deney sonuçları Şekil 13'de verilmiş olup, her iki katkı malzemesi ile yapılan modifiye işlemi sonucunda numunelerin sünme rijitliği artmaktadır. Yaşlandırılmamış kontrol, NMS ve NK modifiye

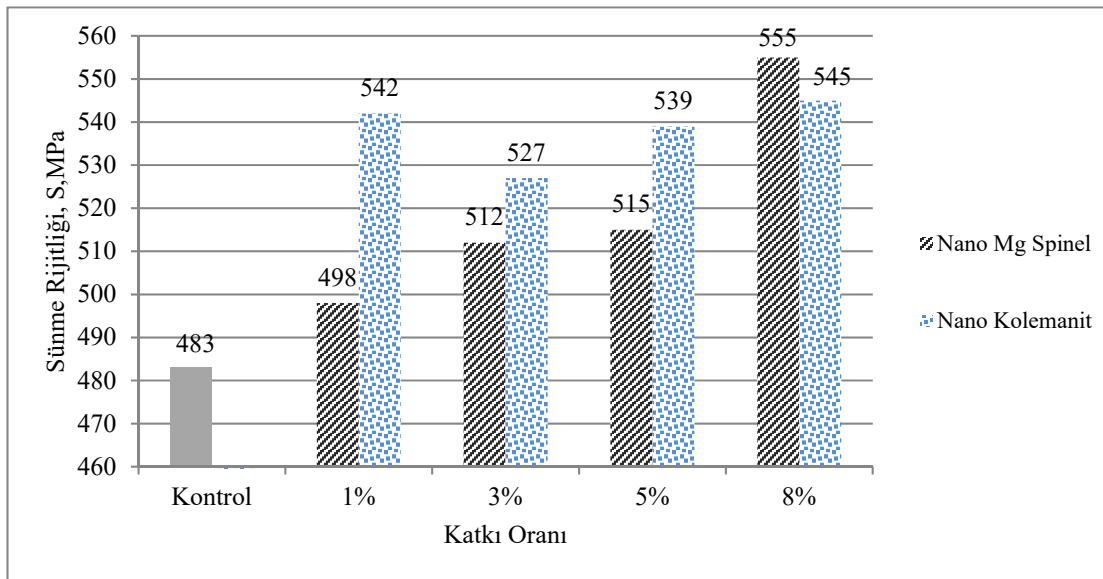
numuneler katkı oranına bağlı olmaksızın G*/Sinδ ≥ 1000 Pa şartını en yüksek 64°C için sağlamaktadır. 70°C deney sıcaklığına çıktığında kriter sağlanmamaktadır. Bu nedenle kontrol ve modifiye bitümlerin yüksek sıcaklık sınıfı PG 64-Y'dir. DSR ve BBR deneyleri neticesinde kontrol, NMS ve NK modifiye bitümler yüksek ve düşük sıcaklık PG sınıfları Tablo 6'da verilmiştir.

3.4. Optimum Katkı Oranı (Optimum Bitumen Content)

Çalışma kapsamında optimum katkı oranının tayininde; normal ve modifiye bitüm numuneleri üzerinde yapılan brookfield viskozite ile yaşlandırılmamış ve yaşlandırılmış numune DSR deney sonuçları esas alınmıştır.



Şekil 12. Kontrol, NMS ve NK modifiye numunelerde 25°C sıcaklık için yorulma direnç parametresi ($G^* \cdot \text{Sin} \delta$) değişimi (Change of fatigue strength parameter ($G^* \cdot \text{Sin} \delta$) at 25°C for original, NMS and NK modified bitumen)



Şekil 13. -18°C Sıcaklıkta $t=60$ sn için katkı tip ve oranlarına göre sünme rijitliği (S) değişimi (Change of creep stiffness values according to additive type and rates for $t=60$ seconds at -18°C)

Tablo 6. Kontrol, NMS ve NK modifiye bitümler yüksek ve düşük sıcaklık PG sınıfları (High and low temperature PG grades of original, NMS and NK modified bitumen)

| | | G*/Sinδ (Pa) | | | | | | | | |
|--------------------|-------------------|--------------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| Numune | | Kontrol | NMS1 | NMS3 | NMS5 | NMS8 | NK1 | NK3 | NK5 | NK8 |
| DSR | 64°C | 1158 | 1450 | 1532 | 1569 | 1959 | 1431 | 1621 | 1685 | 1851 |
| | 70°C | 524 | 653 | 679 | 725 | 876 | 658 | 747 | 771 | 852 |
| Yüksek Sıcaklık PG | | 64 | 64 | 64 | 64 | 64 | 64 | 64 | 64 | 64 |
| | | Sünme Rijitliği, S (Mpa) | | | | | | | | |
| BBR | -12°C | 238 | 243 | 255 | 268 | 271 | 252 | 257 | 266 | 270 |
| | -18°C | 483 | 498 | 512 | 515 | 555 | 542 | 527 | 539 | 545 |
| | Düşük Sıcaklık PG | -16 | -16 | -16 | -16 | -16 | -16 | -16 | -16 | -16 |
| PG Bitüm Sınıfı | | 64-16 | | | | | | | | |

Viskozite ve yaşlandırılmamış numune DSR deney sonuçlarına göre; her iki katkı için de geçerli olmak üzere, %1 oranından itibaren %8 oranına kadar katkı oranı arttırıldıkça, numunelerin viskozitesi ve tekerlek izi dayanımı artmaktadır. Ancak yaşlandırılmış numune DSR deney sonuçlarına göre, en yüksek yorulma dayanımı her iki katkı içinde %5 oranında elde edilmekte, %8 katkı oranına çıkıldığında Şekil 12'den görülebileceği üzere, yorulma dayanımı azalmaktadır. Modifiye işleminin başlıca hedefleri katkı malzemesinin maliyetlerde getireceği artışın kabul edilebilir seviyede kalması ve asfalt betonun yorulma dayanımının artırılması olduğundan; optimum katkı oranının %5 olarak seçilmesinin uygun olacağı değerlendirilmiştir.

4. SİMGELER (SYMBOLS)

| | |
|-----------|---|
| AASHTO | : Amerikan Devlet Otoyolları ve Resmi Taşımacılık Birliği |
| BBR | : Kiriş Eğme Reometresi |
| CNF | : Karbon Nano Fiber |
| CNT | : Karbon Nanotüp |
| DSR | : Dinamik Kesme Reometresi |
| EDS | : Enerji Dağılımı Spektrometresi |
| G* | : Kompleks Kayma Modülü |
| M | : Sünme Oranı |
| PAV | : Basınçlı Yaşlandırma Kabı |
| ITF | : İndirek Çekme Yorulması |
| RTFOT | : Dönel İnce Film Etüvü Deneyi |
| S | : Sünme Rijitliği |
| SEM | : Taramalı Elektron Mikroskobu |
| SUPERPAVE | : Yüksek Performanslı Asfalt Kaplama |
| XRD | : X Işını Kırınım Cihazı |
| δ | : Faz Açısı |

5. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibi özetlenebilir: Her iki katkı da bitümün viskozite ve yumuşama noktasını artırıcı etki yapmakta, buna paralel olarak penetrasyon değerleri katkı oranı arttıkça azalmaktadır. Her iki katkı için %8 nano katkı oranında bitümün yumuşama noktası yaklaşık 5-6°C artmaktadır. Yaşlandırılmamış numuneler üzerinde yapılan DSR deneyleri nano magnezyum spinel ve kolemanit için %8 nano katkı oranında normal bitüme kıyasla yenilme sıcaklığında yaklaşık 4°C artış olduğunu göstermektedir. Her iki katkının da yüksek sıcaklıklarda tekerlek izi dayanımını önemli ölçüde artırdığı görülmektedir.

Kısa ve uzun dönem yaşlanmaya maruz bırakılan numuneler üzerinde yapılan DSR deney sonuçlarına göre 25°C sıcaklıkta %5 NMS ve %5 NK ile modifiye edilen numunelerde G*.Sin δ yorulma direnç parametresindeki azalma sırasıyla %46 ve %60'dır. Yani katkı kullanımı ile orta dereceli sıcaklıklarda G*.Sin δ değeri azalmaya başlamakta, kontrol bitüme kıyasla modifiye bitüm numunelerinin yorulma çatlağı direncinin artmaya başladığı görülmektedir. Her iki katkı malzemesi ile yapılan modifiye işlemi sonucunda numunelerin sünme rijitliği artmaktadır.

Bu nedenle çalışma neticesinde elde edilen bitümün sıcak iklim bölgelerinde kullanılmasının daha etkin olacağı değerlendirilmektedir. Yapılan çalışmalar sonucunda, nano malzemelerin optimum katkı oranının %5 olabileceği tespit edilmiştir. Çalışmada kullanılan Mg spinel ve kolemanit; özellikle sıcak havalarda asfalt betonunun performans özelliklerinden olan tekerlek izi ve yorulma dayanımına olumlu yönde etki etmektedir.

Aşınma tipi asfalt beton üretiminde bitüm ağırlığınca %5 oranında katkı kullanıldığı değerlendirildiğinde; asfalt betonu birim maliyetlerinde Mg spinel oksit için %6,5; kolemanit için ise %2,1 artış olmaktadır. Asfalt betonu birim maliyetlerinde belirtilen oranlardaki artışın, asfalt betonun özellikle sıcak havalar için performans kazanımları göz önüne alındığında, kabul edilebilir düzeyde olduğu değerlendirilmektedir. Piyasada BSK'larda performans artırıcı olarak kullanılan katkıların maliyetleri ile kıyaslama yapılabilmesi açısından; termoplastik elastomer tipi SBS katkı bitüm ağırlığınca %4-5 oranlarında uygulandığında; aşınma tipi asfalt beton maliyetlerinde ton başına ortalama %12-13 artış oluşturmaktadır. Modifiye asfaltta ton başına %5-10 oranında daha ucuz olan bu katkıların alternatif olarak kullanılabilmesi değerlendirilmektedir.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGEMENT)

Çalışma kapsamındaki Superpave bitüm deneylerinin gerçekleştirilmesinde yardımcı olan Karayolları 2'nci ve 4'üncü Bölge Müdürlüğü Araştırma ve Geliştirme Başmühendisliğine teşekkürü borç biliriz.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

1. Asfalt ve Uygulamaları, İstanbul Büyükşehir Belediyesi, İSFALT Bilimsel Yayın No:1, İstanbul, 2001.
2. Aziz M.A., Bull J.W., Herabat P., Hoque Z., Cheu R.L., Jiang Y., Johnston I., The Handbook of Highway Engineering, Fwa T.F., CRC Press Taylor&Francis Group, USA, 2006.
3. Kutluhan S., Açar E., Bitümlü Sıcak Karışımlarda Tekerlek İzi Oluşumunu Etkileyen Faktörler ve Azaltmaya Yönelik Öneriler, İTÜ Mühendislik Dergisi, 8 (6) 179-191, 2009.
4. Read J., Whiteoak D., The Shell Bitumen Handbook, Thomas Telford Publishing, Fifth Edition, London, 2003.
5. Santagata E., Baglieri O., Tsantilis L., Brignone I., Effect of sonication on high temperature properties of bituminous binders reinforced with nano-additives, Construction And Building Materials, 75, 395-403, 2015.
6. Galooyak S.S., Palassi M., Goli A., Farahani H.Z., Performance Evaluation of Nano-silica Modified Bitumen, International Journal Of Transportation Engineering, 3 (1), 55-66, 2015.
7. Nejad F.M., Tanzadeh R., Tanzadeh J., Hamed G.H., Investigating the Effect of Nanoparticles on the Rutting

- Behaviour of Hot-Mix Asphalt, *International Journal Of Pavement Engineering*, 17 (4), 353-362, 2014.
8. Solanki P., Songera D.S., Influence of TiO₂ nano particles blends on properties of asphalt, *Nano Science and Nano Technology*, 8, 10, 387-390, 2014.
 9. Ali S.I.A., Ismail A., Yusoff N.I., Hassan N.A., Ibrahim A.N.H., Characterization of the Performance of Aluminium Oxide Nanoparticles Modified Asphalt Binder, *Jurnal Teknologi*, 78 (4), 91-96, 2016.
 10. Amirkhani A.N., Xiao F., Amirkhani S.N., Characterization of Unaged Asphalt Binder Modified with Carbon Nano Particles, *International Journal of Pavement Research and Technology*, 4 (5), 281-286, 2011.
 11. Khattak M.J., Khattab A., Rizvi H.R., Zhang P., The impact of carbon nano-fiber modification on asphalt binder rheology, *Construction And Building Materials*, 30, 257-264, 2012.
 12. Yao H., You Z., Effectiveness of Micro and Nanomaterials in Asphalt Mixtures through Dynamic Modulus and Rutting Tests, *Journal of Nanomaterials*, 10, 2016.
 13. Arslan D., Gürü M., Çubuk M.K., Çubuk M., Improvement of bitumen and bituminous mixtures performances by triethylene glycol based synthetic polyboron, *Construction And Building Materials*, 25, 3863-3868, 2011.
 14. Arslan D., Gürü M., Çubuk M.K., Performance assessment of organic-based synthetic calcium and boric acid modified bitumens, *Fuel*, 102, 766-772, 2012.
 15. Gürü M., Çubuk M.K., Arslan D., Aminbakhsh S., Effects of Sugar Beet Molasses and Molasses-Based Boron Oxide Compound on Bitumen Properties, *Journal of Materials in Civil Engineering*, 29 (4), 2017.
 16. Santagata E., Baglieri O., Tsantilis L., Dalmazzo D., Rheological Characterization of Bituminous Binders Modified with Carbon Nanotubes, *Procedia Social and Behavioral Sciences*, 53, 546-555, 2012.
 17. Çubuk M., Gürü M., Çubuk M.K., Arslan D., Bitümün Özelliklerinin Organik Esaslı Magnezyum Katkı Maddesi İle Geliştirilmesi, *Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University*, 28 (2), 257-264, 2013.
 18. Jamshidi A., Hasan M.R.M., Yao H., You Z., Hamzah M.O., Characterization of the rate of change of rheological properties of nano-modified asphalt, *Construction And Building Materials*, 98, 437-446, 2015.
 19. Uğur P., Aksel C., MgO-MgAl₂O₄-SnO₂ Kompozit Refrakterlerinin Mekanik Özellikleri ve Isıl Performansı, *Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 9 (3), 171-180, 2009.
 20. Menlik T., Sözen A., Gürü M., Çağlayan N., Öztaş S., Spineloksit Partikül İçeren Nanoakışkanların Termofiziksel Özelliklerinin Belirlenmesi, *Gazi Mühendislik Bilimleri Dergisi*, 1 (2), 285-304, 2015.
 21. Helvacı C., Türkiye Borat Yatakları, Balıkesir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 5 (1), 4-41, 2003.
 22. The Asphalt Handbook (Seventh Edition), USA: Asphalt Institute, 2007.
 23. Tunç A., Yol Malzemeleri ve Uygulamaları (2. Basım). Ankara: Nobel Yayın, 2007.
 24. Geçkil T., Alataş T., Ahmedzade P., Superpave Sisteminde Bölge Meteorolojik Hava Verileri Kullanılarak Performans Dereceli (PG) Bağlayıcı Sınıfı Seçimi, *Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 27 (1), 88-106, 2011.
 25. Zaniwski J.P., Pumphrey M.E., Evaluation of Performance Graded Asphalt Binder Equipment and Testing Protocol, West Virginia University, 13, 2004.
 26. Kennedy T.W., Huber G.A., Harrigan E.T., Cominsky R.J., Hughes C.S., Quintus H.V., Moulthrop J.S., Superior Performing Asphalt Pavements (Superpave): The Product of the SHRP Asphalt Research Program, 26, 1994.
 27. Arslan, D., 2010, Esnek Üstyapıların Performans Özelliklerinin Sentetik Metal ve Polibor Katkı Maddeleriyle Geliştirilmesi, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.

