



ELASTOMER TÜRÜ POLİMERLER İLE MODİFİYE EDİLMİŞ BİTÜMLÜ BAĞLAYICILARIN DEPOLAMA STABİLİTELERİNİN VE REOLOJİK ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

(EXPERIMENTAL INVESTIGATION OF THE STORAGE STABILITY AND RHEOLOGICAL PROPERTIES OF ELASTOMERIC POLYMER MODIFIED BITUMINOUS BINDERS)

Mehmet YILMAZ¹, Baha Vural KÖK¹, Necati KULOĞLU¹, Taner ALATAŞ¹

ÖZET/ABSTRACT

Bu çalışmada, üç farklı polimer katkılı bitümlü bağlayıcının, yüksek sıcaklık depolama stabilitesi özellikleri araştırılmıştır. Bu amaçla iki farklı tür stiren-butadien-stiren (SBS_D), (SBS_M) ve stiren-etilen-butadien-stiren (SEBS) katkı malzemesi olarak kullanılmıştır. Üç farklı oranda (%2, 4 ve 6) SBS ve SEBS, 160/220 penetrasyonlu bitüme ilave edilerek modifiye bağlayıcılar elde edilmiştir. Saf ve modifiye bağlayıcılara; yumuşama noktası, dönel viskozimetre (DV) ve dinamik kayma reometresi (DKR) deneyleri uygulanarak katkı maddelerinin etkisi belirlenmiştir. Modifiye bağlayıcıların depolama stabilitesi deneyi EN 13399 standardına göre yapılmıştır. Depolama stabilitesi deneyleri sonucunda, elde edilen numunelere saf ve modifiye bağlayıcılara uygulanan deneyler yeniden uygulanmış ve modifiye bağlayıcıların depolanma özellikleri tespit edilmiştir. Elde edilen sonuçlardan, polimer oranı arttıkça viskozite, yumuşama noktası ve kompleks modülü (G*) değerlerinin arttığı belirlenmiştir. Depolama stabilitesi deneylerinden ve reolojik özelliklerin incelenmesinden en iyi sonuçta SBS_M katkı maddesinin sahip olduğu belirlenmiştir.

In this study the high temperature storage stability properties of bituminous binder modified by three different polymers were investigated. For this purpose two different type of styrene-butadiene-styrene (SBS_D), (SBS_M) and styrene-ethylene-butadiene-styrene (SEBS) were used. The modified binders were obtained by adding three percentage (2%,4%,6%) of SBS and SEBS to 160/220 penetration grade bitumen. The effects of additive materials were determined by applying the softening point, rotational viscosimeter (RV) and dynamic shear rheometer (DSR) tests to virgin and modified binders. The storage stability test of modified binders were carried out according to EN 13399 standard. The tests applied to pure and modified binders were carried out to specimens obtained from at the end of this processes therefore the storage stability properties of modified binders were determined. According to the obtained results it was determined that the values of viscosity, softening points, and complex modulus (G) were increased by the increase of polymer content. SBS_M gave the best result at the end of the storage stability tests and rheological properties.*

ANAHTAR KELİMELELER/KEYWORDS

Bitüm, SBS, SEBS, Modifikasyon, Depolama stabilitesi, Reoloji
Bitumen, SBS, SEBS, Modification, Storage stability, Rheology

¹ Fırat Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, İnşaat Mühendisliği Bölümü, ELAZIĞ

1. GİRİŞ

Bitüm, temel olarak hidrokarbonlar ve türevlerini içeren, trikloretilen içerisinde çözülebilen, uçucu olmayan ve ısıtıldığında gittikçe yumuşayan, viskoz bir sıvı veya katı bir madde olarak tanımlanmaktadır (Lav ve Lav,2004). Bitüm, reolojik yapı olarak visko-elastik özellik göstermektedir. Başta çatlama ve kalıcı deformasyon dayanımı olmak üzere, yol performansının birçok parametresinde büyük rol oynayan bitüm, asfalt karışımların da visko-elastik özellik göstermesine sebep olmaktadır. Bitümlü sıcak karışımların özelliklerini iyileştirerek üstyapının performansını arttırmak amacıyla çeşitli katkı maddeleri kullanılmaktadır. Katkı maddeleri bitümlü bağlayıcıyla karıştırılabildiği gibi doğrudan karışıma da eklenebilmektedir (Jones, 1990). Bitüme eklenen katkı malzemeleri içerisinde en fazla polimer grubu malzemeler kullanılmaktadır (Isacson ve Lu, 1995). Yapılan çeşitli çalışmalarda polimer kökenli polietilen, polipropilen, poli vinil klorid, polistiren, SEBS, etilen vinil asetat ve SBS gibi termoplastik malzemeler bitüm modifikasyonunda denenmiş ve normal servis sıcaklığında bitümün sertliğini ve viskozitesini arttırdıkları belirlenmiştir (Tayfur vd., 2007; Yılmaz ve Kök, 2008; Yıldırım, 2007; Şengöz ve Işıkyakar, 2008; Topal, 2010). Amacına uygun bir modifiye bitüm elde etmek için, bitümün kimyasal yapısının uygun olması ayrıca bitüm içindeki polimerin iyi bir şekilde dağılması gerekmektedir.

Termoplastik elastomer olan SBS, yumuşak butadienik yapı içinde dağılan rijit stirenik kısım ihtiva eden ikili bir yapıdır. SBS bitüm içindeki kendine benzeyen yapıları içine alarak hacminin 10 katına kadar şişmektedir. Bitüm içinde ısıtıldığında SBS ağ yapısından sıyrılarak akıcı hale gelmekte ve bitümle kolayca karışmaktadır. Karışımın yumuşama noktasının altına inildiğinde ise üç boyutlu ağ yapısı tekrar oluşmaktadır. Bu yapı karışıma volkanize kauçuk kadar sağlamlık vermektedir. Özel bir katalizör kullanarak SBS içerisinde bulunan polibutadienin içerdiği çift bağın polimer zincirinin ana gövdesinden yan dallara aktarmak mümkündür. Böylece oksidasyona daha dayanıklı, termal stabilitesi yüksek, iyi karışabilme özelliklerine sahip düşük viskoziteli polimer modifiye bitüm elde edilebilmektedir (Kara ve Vonk, 2009). SEBS, SBS'nin basit hidrojenasyonu ile elde edilmektedir (Ouyang vd., 2006). Fakat SEBS yapısındaki çift bağ SEBS'nin SBS'ye göre daha rijit olmasını sağlamaktadır (Polacco vd., 2006). SEBS bitüm modifikasyonunda kullanıldığında SBS'ye göre termal bozulma bakımından daha fazla dayanım sergilediği belirlenmiştir (Lu ve Isacson, 2000).

Uygulamada modifiye bitümler ayrı bir plente hazırlanmakta daha sonra asıl plente pompalanarak agrega ile karıştırılmakta ve modifiye bitüm içeren bitümlü sıcak karışımlar hazırlanmaktadır. Hazırlanan modifiye bitümün aynı iş gününde tüketilmesi istenmesine rağmen uygulamada diğer cihazlarda meydana gelen teknik arızalar gibi karşılaşılan problemler sonucu modifiye bitümün depolanması gerekmektedir. Depolanma nedeniyle plent içinde bulunan modifiye bitümde ayrışma meydana gelebilmektedir. Böyle bir durumla karşılaşıldığında modifiye bitümün reolojik yapısının nasıl değişeceğini tespit edebilmek amacıyla EN 13399 standardına göre depolama stabilitesi deneyi yapılmaktadır.

Bu çalışmada saf bitüme üç farklı oranda (% 2,0–4,0 ve 6,0) üç değişik polimer (iki farklı tür SBS ve SEBS) ilave edilerek modifiye bitümler elde edilmiştir. Saf ve modifiye bağlayıcılara; yumuşama noktası, DV ve DKR deneyleri uygulanarak katkı maddelerinin bitümün reolojik yapısına etkileri belirlenmiştir. Modifiye bağlayıcılar EN 13399 standardına göre depolama stabilitesi deneyine tabi tutulmuştur. Deney sonucunda elde edilen numunelere saf ve modifiye bağlayıcılara uygulanan deneyler uygulanmış ve modifiye bağlayıcıların depolanma özellikleri tespit edilmeye çalışılmıştır.

2. MATERYAL VE METOT

Bu çalışmada TÜPRAŞ rafinerisinden elde edilen B 160/220 sınıfı bitüm ve Shell Bitümen şirketi tarafından üretilen ve Stiren-Butadien-Stiren (SBS_D) Blok Kopolimer ihtiva eden KRATON D 1101 ve MD 243 (SBS_M) ile Stiren-Etilen-Butadien-Stiren (SEBS) G 1650 polimer katkı maddeleri kullanılmıştır. MD 243, SBS kökenli özel bir katalizör kullanılarak elde edilmiş bir polimerdir. Katkı maddesi saf bitüme % 2,0, % 4,0 ve % 6,0 oranlarında ilave edilmiştir. Modifiye bitümler, 1000 rpm. hıza sahip bir karıştırıcı ile 180 °C sıcaklıkta saf bitüm ve katkı malzemesinin 60 dakika süreyle karıştırılması sonucu elde edilmiştir. Kraton D 1101 polimeri ile modifiye edilen bitümler SBS_{D2}, SBS_{D4}, SBS_{D6}, MD 243 ile modifiye edilen bitümler SBS_{M2}, SBS_{M4}, SBS_{M6}, SEBS ile modifiye edilen bitümler ise SEBS₂, SEBS₄ ve SEBS₆ şeklinde isimlendirilmiştir. Alt indisteki 2, 4 ve 6 rakamları katkı oranını ifade etmektedir.

2.1. Katkı Maddelerinin Bitümlü Bağlayıcının Reolojik Davranışı Üzerindeki Etkisi

Katkı maddelerinin bitümlü bağlayıcının reolojik özellikleri üzerindeki etkilerini belirlemek amacıyla saf ve modifiye bağlayıcılar üzerinde yumuşama noktası, dönel viskozimetre ve dinamik kayma reometresi deneyleri uygulanmıştır.

EN 1427 standardına göre yapılan yumuşama noktası deneyinde standart halkalara doldurulan bitüm, 5 °C sıcaklıktaki saf su içine konularak üzerine standart bilyeler bırakılmakta ve suyun sıcaklığı dakikada 5 °C arttırılmaktadır. Bitümün yumuşayarak bilyenin ağırlığı etkisiyle belirli bir miktar çöktüğü sıcaklık yumuşama noktası değeri olarak alınmaktadır.

DV deneyi, bitümlü bağlayıcıların yüksek sıcaklıktaki akışkanlık karakteristiklerini belirlemek amacıyla yapılmaktadır. Bu amaçla AASHTO TP48 standardına uygun olarak "Brookfield Viskozimetresi" kullanılmaktadır. Deneyde, bağlayıcı içerisinde 20 rpm hızla dönen bir milin, dönmeye karşı gösterdiği direnç ile viskozite değerleri elde edilmektedir. Orijinal bağlayıcılar üzerinde uygulanan DV deneyinde 135°C'deki viskozite değerlerinin 3 Pa.s'yi (3000 cP) aşmaması istenmektedir (Zaniewski ve Pumprey, 2004; McGennis vd., 1994).

Bitümlü sıcak karışımların (BSK) karıştırma ve sıkıştırma sıcaklıklarını tespit etmek amacıyla viskozite değerleri kullanılmaktadır. Bu amaçla 135 °C ve 165 °C sıcaklıklarda DV deneyi uygulanmaktadır. Çizilen sıcaklık-viskozite grafiğinde viskozite değerleri işaretlenerek bu değerler bir doğru ile birleştirilmektedir. BSK'ların karıştırılmasında bitümlü bağlayıcının 0,170±20 Pa.s, sıkıştırılmasında ise 0,280±30 Pa.s viskozite değerine sahip olması istenmektedir (McGennis vd., 1994). Bu viskozite değerlerine karşılık gelen sıcaklık değerleri karıştırma ve sıkıştırma sıcaklığı olarak alınmaktadır.

Bitümlü bağlayıcıların orta ve yüksek sıcaklıkta visko-elastik davranışlarını değerlendirmek amacıyla DKR deneyi kullanılmaktadır. DKR deneyi, asfalt çimentosunun kompleks kayma modülü (G^*) ve faz açısını (δ) belirleyerek viskoz ve elastik davranışını karakterize etmektedir. G^* , tekerrür eden kayma gerilmelerinin oluşturduğu deformasyonlara karşı asfalt çimentosunun gösterdiği toplam direncin göstergesidir. Hem G^* hem de δ değerleri asfalt çimentosunun sahip olduğu ısı ve yükleme hızı ile önemli ölçüde değişmektedir (Zaniewski ve Pumprey, 2004; McGennis vd., 1994). Çalışmada on farklı frekansta ve dört farklı sıcaklıkta polimer modifiye bitüm örnekleri üzerinde DKR deneyi uygulanarak katkı maddelerinin saf bağlayıcının reolojik davranışı üzerindeki etkisi daha geniş bir aralıkta değerlendirilmeye çalışılmıştır.

2.2. Modifiye Bitümlerin Depolama Stabilitelerinin ve Reolojik Özelliklerinin Belirlenmesi

Modifiye bitümlerin depolama stabilitesi deneyi EN 13399 standardına göre yapılmıştır (EN 13399, 2003). Deneyde 160 mm yüksekliğinde 30–40 mm çapında standart alüminyum tüp kullanılmaktadır. Standarda göre homojen hale gelinceye kadar özel mikser ile karıştırılan modifiye bitüm standart tüpe 100–120 mm yüksekliğe kadar hava kabarcığı kalmayacak şekilde doldurulmaktadır. Daha sonra tüpün ağzı hava geçirmeyecek şekilde kapatılmaktadır. Tüpler dik vaziyette 72 ± 1 saat süresince $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta bekletilmektedir. Sürenin sonunda tüpler etüvden çıkarılarak dik vaziyette oda sıcaklığına kadar soğutulmakta ardından $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 30 dakika bekletilmekte ve alüminyum tüp açılarak bitüm çıkarılmaktadır. Tüpten çıkarılan bitüm yatay vaziyette üç eşit parçaya bölünmektedir. Ortadaki parça atılmakta alt ve üst parçalar bağlayıcı deneylerine tabi tutulmaktadır. Karayolları Genel Müdürlüğü Modifiye Bitüm Teknik Şartnamesine göre alt ve üst parçalar arasındaki yumuşama noktası farkı $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'yi aşmamalıdır (KGM, 2009). Çalışmada depolama stabilitesi deneyine tabi tutulan numuneler yatay vaziyette üç parçaya bölünmüş, ortadaki parçalar atılmış, alt ve üst parçalar üzerinde penetrasyon, yumuşama noktası, viskozite ve DKR deneyleri uygulanmıştır. Böylece farklı katkı maddeleri ile hazırlanan modifiye bitümlerin depolanabilirlik özellikleri belirlenmiştir.

3. DENEYSEL ÇALIŞMA

3.1. Bağlayıcıların Reolojik Özellikleri

Bağlayıcılara uygulanan deneylerden elde edilen sonuçlar Çizelge 1'de verilmiştir. Elde edilen sonuçlardan bütün katkılarda katkı oranı arttıkça viskozite değerlerinin, yumuşama noktalarının, karıştırma ve sıkıştırma sıcaklıklarının, kompleks kayma modüllerinin (G^*) arttığı, faz açılarının ise azaldığı belirlenmiştir. Bu durum katkı oranı arttıkça bitümlü bağlayıcıların rijitliğinin arttığını, işlenebilirliği azaltmasına rağmen özellikle yüksek sıcaklıklarda daha elastik davranış sergileyeceğini göstermektedir.

Karşılaştırma esnasında karıştırma hızı, süresi ve sıcaklığının modifiye bağlayıcıların reolojik özelliklerine etkisini engellemek amacıyla bütün modifiye bitümler aynı prosedürde (1000 rpm hız, $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklık, 1 saat süre) hazırlanmıştır. SBS_M ve SBS_D modifiye bitümleri homojen bir şekilde hazırlanmasına rağmen uygulanan karıştırma prosedüründe SEBS polimeri homojen bir şekilde bitüm ile karışmamıştır. Buna rağmen SEBS içeriği arttıkça modifiye bitümlerin yumuşama noktası, viskozite ve G^* değerlerinin arttığı, faz açısı değerlerinin ise azaldığı belirlenmiştir. Karıştırma hızı, sıcaklık ve süresinin artırılması ile daha etkin SEBS modifiyeli bitümlerinin elde edilebileceği düşünülmektedir.

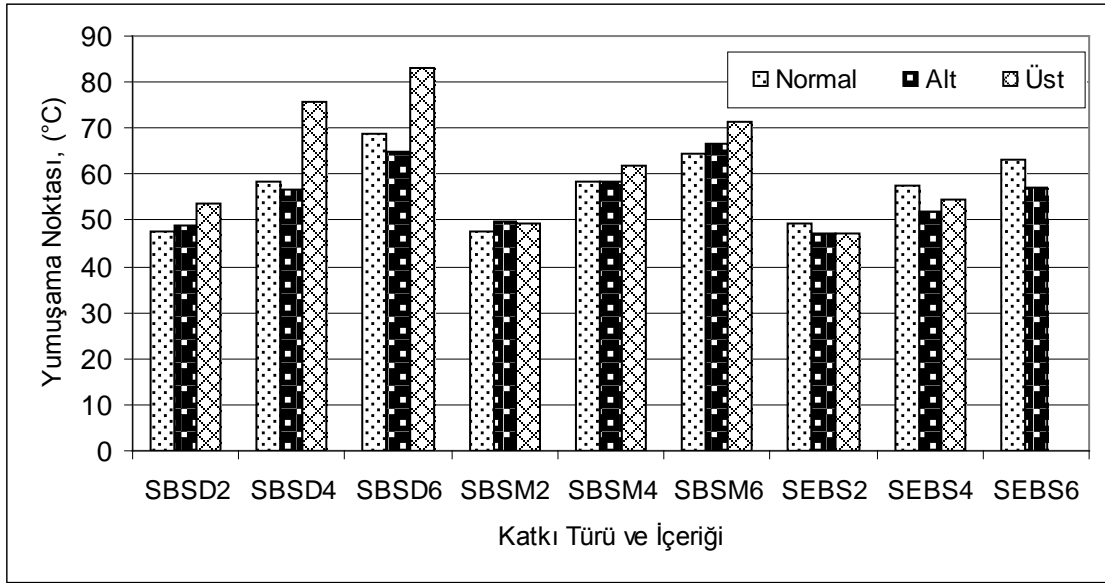
3.2. Modifiye Bitümlerin Depolama Stabilitesi Deney Sonuçları

Modifiye bitümlere uygulanan depolama stabilitesi deneyleri sonucunda elde edilen numunelere yumuşama noktası, 135 ve $165\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıklarda dönel viskozimetre deneyleri uygulanmıştır. Ayrıca dört farklı sıcaklıkta ($40\text{--}70\text{ }^{\circ}\text{C}$) ve on farklı frekansta ($0,01\text{--}1\text{ Hz}$) dinamik kayma reometresi deneyleri uygulanmıştır. Depolama stabilitesi deneyi sonrası tüpler yatay pozisyona getirilerek üç eşit parçaya bölünmüştür. Depolama sırasında alt ve üst kısımda kalan numuneler deneye tabi tutulmuş, ortadaki parça ise atılmıştır. Modifiye bitümlere depolama stabilitesi deneyinden önce ve deneyden sonra tüplerin alt ve üst

kısımlarından elde edilen numunelere uygulanan yumuşama noktası değerlerinin polimer tür ve içerikleri ile değişimi Şekil 1’de verilmiştir.

Çizelge 1. Bağlayıcı deney sonuçları

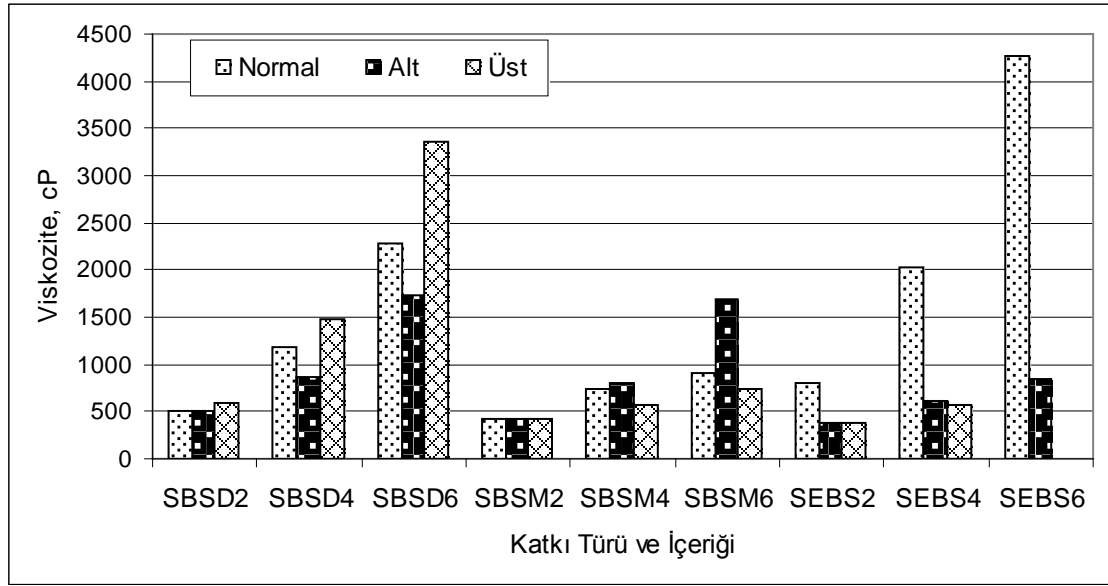
Bağlayıcı →	Saf	SBS _{D2}	SBS _{D4}	SBS _{D6}	SBS _{M2}	SBS _{M4}	SBS _{M6}	SEBS ₂	SEBS ₄	SEBS ₆
Denetay Adı ↓										
Yumuşama noktası °C	44,5	47,8	58,3	68,6	47,6	58,4	64,3	49,3	57,5	63,3
Dönel viskozite 135°C	312,5	500,0	1175,0	2275,0	412,5	737,5	912,5	800,0	2025,0	4263,0
Dönel viskozite 165°C	112,5	175,0	375,0	675,0	125,0	237,5	337,5	237,5	650,0	1225,0
Karıştırma sıcaklığı aralığı	149 156	163 176	183 189	196 202	155 160	171 177	182 189	170 176	197 204	218 224
Sıkıştırma sıcaklığı aralığı	135 141	149 155	170 176	184 190	142 148	158 164	167 174	158 164	184 190	206 211
G* 0,01 Hz 40°C	203,4	339,9	1581,9	4472,9	377,9	1127,1	2228,4	527,4	1595,8	3272,2
G* 1 Hz 40°C	11614	15582	32797	57554	14875	24835	18850	19089	35926	52592
G* 0,01 Hz 70°C	2,56	3,89	15,52	56,56	4,63	13,24	34,50	7,12	26,64	63,23
G* 1 Hz 70°C	237,1	367,5	1197,4	3014,8	412,9	936,7	1648,5	537,1	1413,3	2818,1
Faz açısı 0,01 Hz 40°C	85,88	84,16	75,19	64,58	81,41	68,71	53,07	78,47	70,61	64,54
Faz açısı 1 Hz 40°C	71,76	65,85	56,70	48,93	68,12	59,52	47,84	65,04	58,20	52,00
Faz açısı 0,01 Hz 70°C	89,91	89,86	88,37	83,77	89,78	88,36	87,06	89,31	85,87	82,00
Faz açısı 1 Hz 70°C	83,86	83,42	78,29	70,57	81,41	73,70	62,77	79,01	72,19	68,05



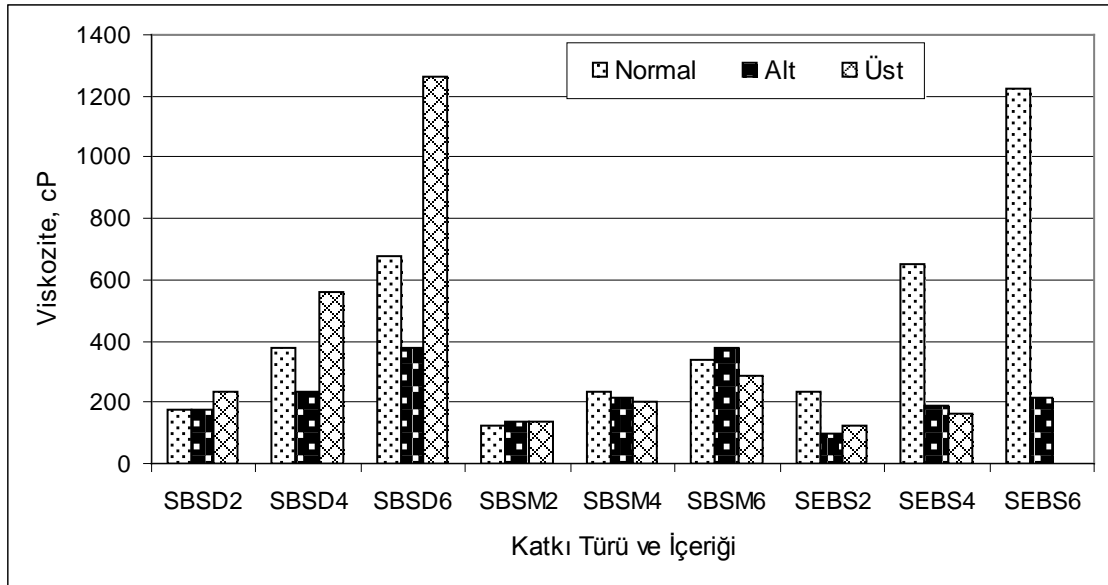
Şekil 1. Depolama stb. deneyi önce ve sonrasında modifiye bitümlerin yum. noktası değerleri

Depolama stabilitesi deneyi öncesinde en yüksek yumuşama noktası değerine SBS_{D6} modifiye bitümünün sahip olduğu belirlenmiştir. Depolama stabilitesi sonrasında düşük polimer içeriklerinde alt ve üst parçaların yumuşama noktası değerlerinin birbirine yakın olduğu dolayısıyla düşük polimer içeriklerindeki modifiye bitümlerin depolanmadan fazla etkilenmediği tespit edilmiştir. Depolama stabilitesi deneyinden en fazla SBS_D polimeri ile modifiye edilen bitümlü bağlayıcıların etkilendiği belirlenmiştir. Düşük polimer içeriklerinde bütün modifiye bağlayıcılar bu şartı sağlarken % 4 ve % 6 polimer içeriklerinde SBS_D ile modifiye edilen bitümlerin şartname kriterlerini sağlamadığı diğer bağlayıcıların ise sağladığı tespit edilmiştir. SEBS modifiye bitümlerde homojen bir karışım elde edilemediğinden tüpün üst kısmında ayrışma meydana gelerek polimer birikmiştir. Ayrışmadan dolayı % 2 ve % 4 SEBS modifiyeli bitümlerde yumuşama noktası değerleri arasındaki fark düşük çıkmıştır. % 6 SEBS modifiyeli bitümde ise ayrışmadan dolayı polimerin özgül ağırlığı düşük olduğundan tüpün üst kısmında aşırı viskoz bir bağlayıcı oluşmuştur. Bu nedenle % 6 SEBS modifiyeli bitümde tüpün üst kısmındaki bitüm akışkan hale getirilememiş, numune elde edilemediğinden yumuşama noktası ve viskozite değerleri elde edilememiştir. Yumuşama noktası deneyleri sonucunda depolama açısından en uygun polimerin SBS_M olduğu, en yüksek polimer içeriğinde dahi (SBS_{M6}) alt ve üst kısım arasındaki yumuşama noktası değerlerindeki farkın 5 °C olduğu belirlenmiştir. 135 °C ve 165 °C sıcaklıkta uygulanan dönel viskozimetre deneylerinden elde edilen viskozite değerlerinin katkı türü ve içeriği ile değişimi Şekil 2 ve Şekil 3'te verilmiştir.

Viskozite deneyleri sonucunda bağlayıcıların 135 ve 165 °C'deki depolamadan önce ve depolamadan sonra viskozite değerlerinin değişiminin benzer olduğu belirlenmiştir. Sıcaklığın artmasıyla bütün bağlayıcıların viskozite değerleri azalmıştır. 135 °C'de en yüksek viskozite değerine SEBS₆ modifiye bitümünün sahip olduğu, 165 °C'de ise SBS_{D6} modifiye bitümünün depolama sonrası tüpün üst kısmından elde edilen bağlayıcının sahip olduğu tespit edilmiştir. Depolama sonrasında SEBS modifiyeli bitümlü bağlayıcıların viskozite değerlerinin düşmesi ayrışma meydana geldiğinin en açık göstergesidir. SBS_M modifiyeli bağlayıcıların viskozite değerlerinin depolama önce ve sonrasında birbirine yakın ayrıca SBS_D modifiye bitümlerinden düşük olması SBS_M modifiyeli bağlayıcılarının depolanma ve işlenebilirlik açısından daha uygun olduğunu göstermektedir.

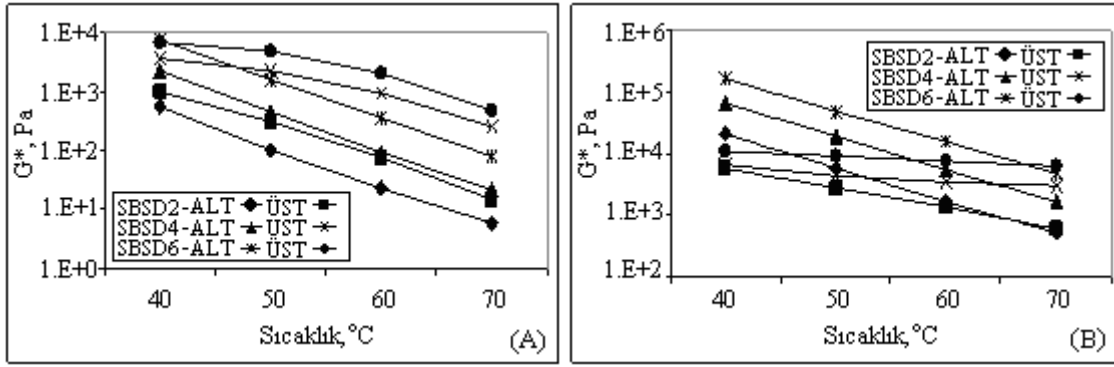


Şekil 2. Katkı türü ve içeriği ile 135 °C'de viskozite değerlerinin değişimi

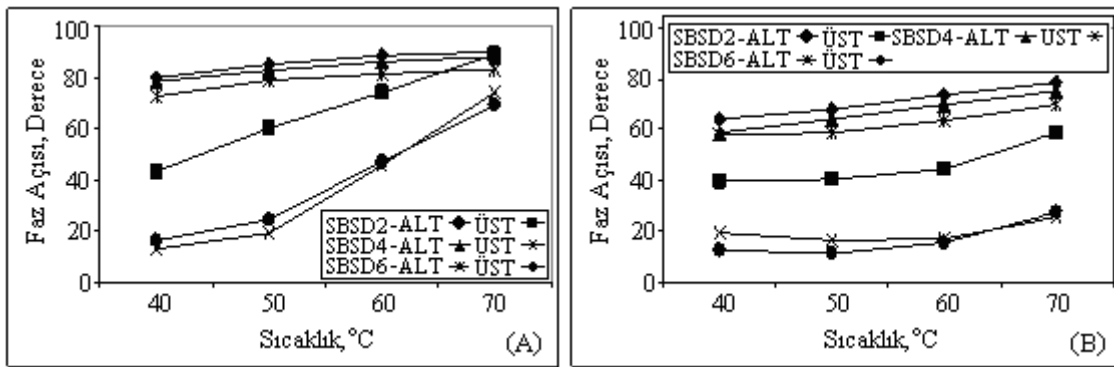


Şekil 3. Katkı türü ve içeriği ile 165 °C'de viskozite değerlerinin değişimi

SBS_D modifiyeli bağlayıcılara 0,01 ve 1 Hz frekansta uygulanan DKR deneylerinden elde edilen kompleks kayma modülü (G^*) değerlerinin sıcaklıkla değişimi Şekil 4'te, faz açısı değerlerinin değişimi ise Şekil 5'de verilmiştir.



Şekil 4. SBS_D modifiyeli bağlayıcıların depolama stabilitesi deneyi sonrası 0,01 Hz (A) ve 1 Hz (B) frekansta G* değerlerinin sıcaklıkla değişimi



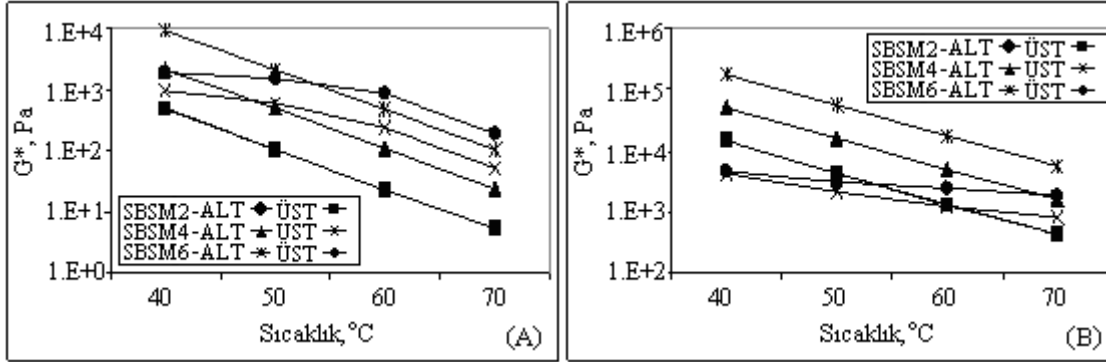
Şekil 5. SBS_D modifiyeli bağlayıcıların depolama stabilitesi deneyi sonrası 0,01 Hz (A) ve 1 Hz (B) frekansta faz Açısı değerlerinin sıcaklıkla değişimi

Şekil 4'te görüldüğü üzere düşük frekansta G* değerleri sıcaklığın artışı ile önemli oranda azalmıştır. Yüksek frekansta ise SBS_{D4}-üst ve SBS_{D6}-üst numunelerinin sıcaklıktan fazla etkilenmedikleri belirlenmiştir. Ayrıca düşük ve yüksek frekanslarda alt numunelerin faz açısı değerlerinin bütün sıcaklıklarda yüksek olduğu, SBS_{D4}-üst ve SBS_{D6}-üst numunelerinin faz açılarının ise düşük ve bütün sıcaklıklarda birbirine yakın olduğu belirlenmiştir. SBS_{D2}-üst numunelerinin G* ve faz açısı değerlerinin SBS_{D4}-üst ve SBS_{D6}-üst numunelerinden farklı olmasının polimer içeriğinin az olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Elde edilen sonuçlardan numunelerin alt ve üst kısımları arasında önemli oranda fark olduğu üst parçalardan elde edilen numunelerin daha elastik davranış sergileyeceği belirlenmiştir. SBS_M modifiyeli bağlayıcılara 0,01 ve 1 Hz frekansta uygulanan DKR deneylerinden elde edilen kompleks kayma modülü (G*) değerlerinin sıcaklıkla değişimi Şekil 6'da, faz açısı değerlerinin değişimi ise Şekil 7'de verilmiştir.

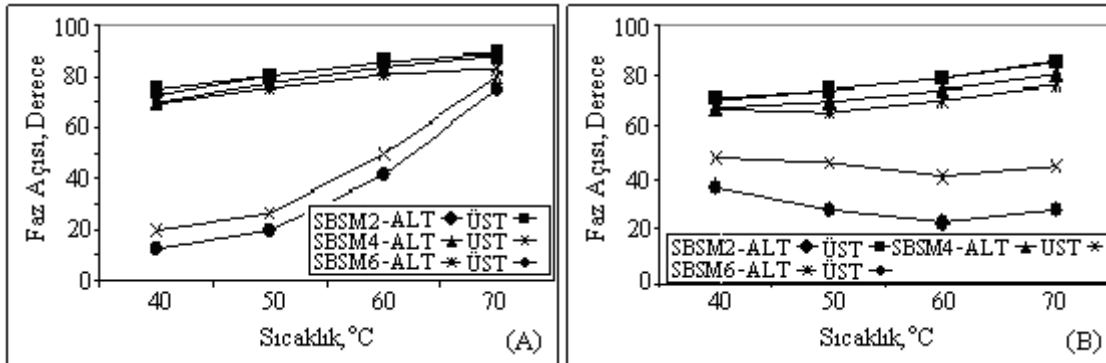
SBS_{M2} modifiye bitümünden elde edilen alt ve üst numuneler, benzer davranış sergilemiş, G* değerleri bütün sıcaklıklarda çok yakın çıkmıştır. Düşük frekanslarda SBS_D modifiyeli bitümlere göre SBS_M modifiyeli bitümlerin alt ve üst parçalarının G* değerleri birbirine daha yakın çıkmıştır. SBS_M modifiyeli bitümlerin faz açıları, SBS_D modifiyeli bitümlerle benzer özellik göstermiş, SBS_{M4}-üst ve SBS_{M6}-üst numunelerinin faz açıları diğer bağlayıcılara göre düşük çıkmıştır. SEBS modifiyeli bağlayıcılara 0,01 ve 1 Hz frekansta uygulanan DKR deneylerinden elde edilen kompleks kayma modülü (G*) değerlerinin sıcaklıkla değişimi Şekil 8'de, faz açısı değerlerinin değişimi ise Şekil 9'da verilmiştir.

SEBS, uygulanan prosedürde bitüm ile tam olarak karışmamış yine de SEBS oranı arttıkça G* değerleri artmıştır. Şekil 8'de görüldüğü üzere alt ve üst parçalar % 2 ve % 4 SEBS içeriklerinde benzer özellik göstermiş ve elde edilen eğriler çakışmıştır. Düşük ve yüksek

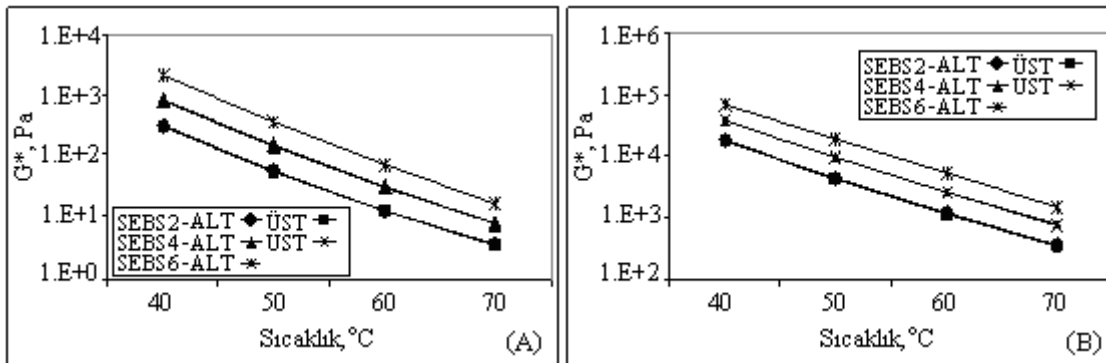
frekansta SBS modifiyeli bitümlerin aksine sıcaklığın artışı ile G^* değerlerinde sürekli bir azalma meydana gelmiştir. Faz açılarından ise özellikle düşük frekanslarda SEBS modifiyeli bitümlerin daha viskoz davranış sergileyeceğini göstermektedir. % 4 ve % 6 SBS modifiyeli bitümlerin üst numunelerinde görülen faz açısındaki azalmanın SEBS modifiyeli bitümlerde görülmemesi homojen karıştırmanın sağlanamamasından kaynaklandığı düşünülmektedir. % 6 SEBS içeriğinde hazırlanan modifiye bitümlerin üst numuneleri akışkan hale gelmediğinden elde edilememiştir. Karıştırma hızı, süresi veya sıcaklığının artırılması ile homojen ve daha etkin SEBS modifiyeli bağlayıcıların elde edilebileceği düşünülmektedir.



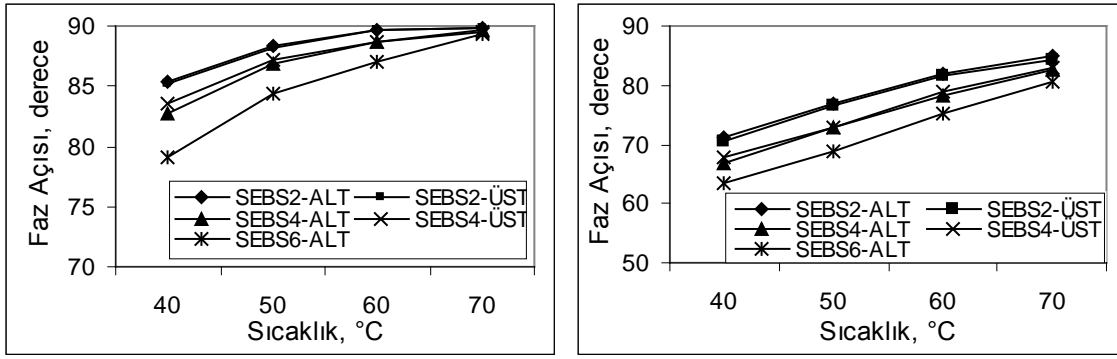
Şekil 6. SBS_M modifiyeli bağlayıcıların depolama stabilitesi deneyi sonrası 0,01 Hz (A) ve 1 Hz (B) frekansta G^* değerlerinin sıcaklıkla değişimi



Şekil 7. SBS_M modifiyeli bağlayıcıların depolama stabilitesi deneyi sonrası 0,01 Hz (A) ve 1 Hz (B) frekansta faz açısı değerlerinin sıcaklıkla değişimi



Şekil 8. SEBS modifiyeli bağlayıcıların depolama stabilitesi deneyi sonrası 0,01 Hz (A) ve 1 Hz (B) frekansta G^* değerlerinin sıcaklıkla değişimi



Şekil 9. SEBS modifiyeli bağlayıcıların depolama stabilitesi deneyi sonrası 0,01 Hz (A) ve 1 Hz (B) frekansta faz açısı değerlerinin sıcaklıkla değişimi

4. SONUÇ

Çalışmada üç farklı polimer (SBS_D , SBS_M ve SEBS), üç farklı oranda (% 2, 4 ve 6) B 160/220 penetrasyonlu bitüm ile karıştırılarak modifiye bitümler hazırlanmıştır. Modifiye bitümlere depolama stabilitesi deneyi uygulanmış daha sonra elde edilen numunelere yumuşama noktası, dönel viskozite ve dinamik kayma reometresi deneyleri uygulanmıştır.

Modifiye bitümlere depolama stabilitesi deneyi öncesi uygulanan deneyler sonucunda her üç katkı maddesi oranı arttıkça yumuşama noktası, viskozite ve G^* değerlerinin arttığı, faz açısı değerlerinin ise azaldığı belirlenmiştir. Uygulanan karıştırma prosedüründe SEBS polimeri bitüm ile tam olarak karışmamış, depolama stabilitesi deneyi sonrası tüpün üst kısmında ayrılmış şekilde polimer birikimi meydana gelmiştir. Yapılan çalışmalarda SEBS'nin bünyesinde bulunan çapraz bağlar ile SBS'ye göre daha sağlam bir yapı elde edilebildiği belirtilmesine rağmen, elde edilen sonuçlardan SEBS modifiyeli bitümlerin daha fazla karıştırma enerjisine ihtiyaç duyacağı belirlenmiştir. Depolama stabilitesi deneyi sonrasında numunelere uygulanan yumuşama noktası deneyleri sonucunda en fazla ayrılmanın SBS_D modifiye bitümlerinde meydana geldiği, en uygun katkının SBS_M olduğu belirlenmiştir. SBS_M modifiyeli bağlayıcıların viskozite değerlerinin depolama önce ve sonrasında birbirine yakın ayrıca SBS_D modifiye bitümlerinden düşük olması SBS_M modifiyeli bağlayıcılarının depolanma ve işlenebilirlik açısından daha uygun olduğunu göstermektedir. Depolama stabilitesi deneyi sonrasında yapılan dinamik kayma reometresi deneylerinden SBS modifiyeli bağlayıcılarda % 2 oranında alt ve üst kısım arasında önemli bir fark olmadığı, SBS_4 -üst ve SBS_6 -üst numunelerinin G^* değerlerinin sıcaklıktan etkilenmediği, ayrıca bu numunelerin faz açısı değerlerinin diğer numunelere göre önemli oranda düşük olduğu belirlenmiştir. SEBS modifiyeli bağlayıcıların faz açısı değerlerinin yüksek olmasının karışmanın tam olarak oluşmamasından kaynaklandığı düşünülmektedir. SBS modifiyeli bitümlerden SBS_M modifiyeli bitümlerin SBS_D modifiyeli bitümlere göre depolanma açısından daha uygun olduğu belirlenmiştir.

KAYNAKLAR

- EN 13399 (2003): "Bitumen and Bituminous Binders - Determination of Storage Stability of Modified Bitumen", European Standard, s.6.
- Isacson U., Lu X. (1995): "Testing and Appraisal of Polymer Modified Road Bitumens—State of the Art", Mater Struct, Cilt 28, s.139-159.
- Jones R. (1990): "Modifiers for Asphalt Concrete", Air Force Engineering and Service Center Project, No: ESL-TR-88-32, s. 93.

- Kara Z. S., Vonk W. (2009): “Yeni Geliştirilmiş Bir SBS Tipi ile Polimer Modifiye Bitümde Performans Etkinliğinin Araştırılması”, 5. Ulusal Asfalt Sempozyumu, s.93-100.
- KGM (2009):“Modifiye Bitüm Teknik Şartnamesi”, Ankara.
- Lav A. H., Lav M. A. (2004): “Shell Bitüm El Kitabı”, İSFALT Bilimsel Yayınları, N.3, s.334.
- Lu X., Isacson U. (2000): “Modification of Road Bitumens with Thermoplastic Polymers”, Polym Test, N.20/1, s.77-86.
- McGennis R. B., Shuler S., Bahia H. U. (1994): “Background of Superpave Asphalt Binder Test Methods”, No. FHWA-SA-94-069, s.104.
- Ouyang C., Wang S., Zhang Y., Zhang Y. (2006): “Thermo-Rheological Properties and Storage Stability of SEBS/Kaolinite Clay Compound Modified Asphalts”, Eur Poly J, N.42, s.446-457.
- Polacco G., Muscente A., Biondi D., Santini S. (2006): “Effect of Composition on the Properties of SEBS Modified Asphalts”, Eur Poly J, N.42, s.1113-1121.
- Şengöz B., Işıkyakar G. (2008): “Evaluation of the Properties and Microstructure of SBS and EVA Polymer Modified Bitumen”, Constr Build Mater, N.22, s.1897-1905.
- Tayfur S., Özen H., Aksoy A. (2007): “Investigation of Rutting Performance of Asphalt Mixtures Containing Polymer Modifiers”, Constr Build Mater, N.21, s.328-337.
- Topal, A. (2010): “Evaluation of the Properties and Microstructure of Plastomeric Polymer Modified Bitumens Fuel”, N.91, s.45-51.
- Yıldırım Y. (2007): “Polymer Modified Asphalt Binders”, Constr Build Mater, N.21, s.66-72.
- Yılmaz M., Kök B. V. (2008): “Stiren-Butadien-Stiren Modifiyeli Bitümlü Bağlayıcıların Superpave Sistemine Göre Yüksek Sıcaklık Performans Seviyesinin ve İşlenebilirliğinin Belirlenmesi”, Gazi Üniv Müh Mim Fak Der, N.23/4, s.811-819.
- Zaniewski J. P., Pumphrey M. E. (2004): “Evaluation of Performance Graded Asphalt Binder Equipment and Testing Protocol”, Asphalt Technology Program, s.107.