

**MATEUSZ M. IWAŃSKI<sup>1)</sup>**

ORCID: 0000-0002-3183-0141

**MAŁGORZATA DURLEJ<sup>2)</sup>**

ORCID: 0000-0002-6755-1283

**KAROLINA JANUS<sup>3)</sup>**

ORCID: 0000-0002-1755-3942

**RENATA HORODECKA<sup>4)</sup>**

ORCID: 0000-0002-5933-5177

# THE EFFECT OF SYNTHETIC WAX AND SURFACE-ACTIVE AGENT ON THE AGING AND LOW-TEMPERATURE PROPERTIES OF 50/70 BITUMEN BEFORE AND AFTER FOAMING

## EFEKT ODDZIAŁYWANIA WOSKU SYNTETYCZNEGO I ŚRODKA POWIERZCHNIOWO CZYNNEGO NA STARZENIE ORAZ WŁAŚCIWOŚCI NISKOTEMPERATUROWE ASFALTU 50/70 PRZED I PO SPIENIANIU

**STRESZCZENIE.** Istotny wpływ na trwałość mieszanki mineralno-asfaltowej ma asfalt, którego właściwości w wyniku starzenia ulegają zmianie. Wykonano badania wpływu wosku syntetycznego i środka powierzchniowo czynnego na starzenie asfaltu 50/70. Wosk syntetyczny dozowano w ilości 1,0%, 1,5%, 2,0% i 2,5% (m/m), a środek powierzchniowo czynny w ilości 0,2%, 0,4% i 0,6% (m/m) w stosunku do lepiszcza. Badano wpływ dodatków na lepiszcze przed procesem spieniania oraz po nim. Analizowano zmianę penetracji w 25°C, temperatury mięknięcia i temperatury Fraassa lepiszcza po starzeniu technologicznym i eksploatacyjnym. Oznaczono parametry niskotemperaturowe lepiszcza: moduł sztywności i szybkość pełzania. Stwierdzono istotny wpływ dodatków na proces starzenia asfaltu 50/70, chociaż ich intensywność oddziaływania jest zróżnicowana. Bardziej niekorzystnie na starzenie wpływa wosk syntetyczny niż środek powierzchniowo czynny. Zastosowanie wosku syntetycznego do asfaltu 50/70 przed jego spienianiem wpływa w sposób bardziej intensywny na charakterystyki spieniania niż w przypadku stosowania środka powierzchniowo czynnego. Podobna zależność występuje w przypadku jego oddziaływania na parametry niskotemperaturowe lepiszcza.

**SŁOWA KLUCZOWE:** asfalt spieniony, starzenie eksploatacyjne, starzenie technologiczne, środek powierzchniowo czynny, wosk syntetyczny.

**ABSTRACT.** Service life of an asphalt mixture is significantly affected by the bitumen, whose properties are prone to change due to aging. The presented research was focused on the effect of synthetic wax and surface-active agent on the aging of 50/70 bitumen. Synthetic wax was added to the bitumen to reach the content levels of 1.0%, 1.5%, 2.0% and 2.5% (by mass); surface-active agent was added at the content levels of 0.2%, 0.4% and 0.6% (by mass). The influence of the two additives was investigated both before and after the foaming process. The analyzed parameters included the change in penetration at 25°C, softening point and Fraass breaking point after short-term (technological) and long-term (in-service) aging. Low-temperature parameters of the binder (stiffness modulus and creep slope) were also determined. Significant influence of additives on the aging process of the 50/70 bitumen was noted; however, its intensity varied. The disadvantageous influence on aging was more pronounced for synthetic wax than for surface-active agent. Addition of synthetic wax to the 50/70 bitumen before foaming affected the foaming process characteristics more intensively than the addition of surface-active agent. Similar relationships were noted in the case of binder low-temperature properties.

**KEYWORDS:** foamed bitumen, in-service aging, surface active agent, synthetic wax, technological aging.

DOI: 10.7409/rabdim.024.015

<sup>1)</sup> Politechnika Świętokrzyska, Wydział Budownictwa i Architektury, al. Tysiąclecia Państwa Polskiego 7, 25-314 Kielce; matiowski@tu.kielce.pl (✉)

<sup>2)</sup> Politechnika Świętokrzyska, Wydział Budownictwa i Architektury, al. Tysiąclecia Państwa Polskiego 7, 25-314 Kielce; mdurlej@tu.kielce.pl

<sup>3)</sup> Politechnika Świętokrzyska, Wydział Budownictwa i Architektury, al. Tysiąclecia Państwa Polskiego 7, 25-314 Kielce; kjanus@tu.kielce.pl

<sup>4)</sup> Instytut Badawczy Dróg i Mostów, ul. Instytutowa 1, 03-302 Warszawa; renata.horodecka@ibdim.edu.pl

## 1. WPROWADZENIE

Nawierzchnie asfaltowe stanowią ponad 80% wszystkich nawierzchni na świecie, odgrywają więc istotną rolę w międzynarodowym systemie komunikacyjnym, umożliwiając transport ładunków oraz przemieszczanie się podróżnych. W związku z tym, w celu zapewnienia komfortu jazdy podróżnym oraz bezawaryjności transportu, dąży się do zwiększenia ich trwałości eksploatacyjnej. Istotną rolę odgrywa tu asfalt, który jako lepiszcze spaja mieszanek mineralną. W tradycyjnej technologii w celu uzyskania odpowiedniej jakości mieszanki mineralno-asfaltowej musi być on podgrzewany do wysokiej temperatury, tj. do około 165-180°C (w zależności od stosowanego rodzaju lepiszcza), w celu obniżenia jego lepkości [1]. Po wytworzeniu mieszanka mineralno-asfaltowa może być transportowana do miejsca jej wbudowania, gdzie w temperaturze około 145°C wykonywana jest z niej warstwa konstrukcyjna. W tym okresie asfalt poddawany jest oddziaływaniu wysokiej temperatury, która powoduje, że jako materiał organiczny podlega starzeniu [2]. W efekcie częściowo traci swoje właściwości lepkosprężyste. Następuje jego karbonizacja, co powoduje obniżenie jakości mieszanki mineralno-asfaltowej. Etap ten nazywany jest starzeniem technologicznym asfaltu. Natomiast w czasie eksploatacji na wbudowaną mieszanek mineralno-asfaltową oddziałuje szereg czynników klimatycznych, takich jak promieniowanie słoneczne, opady atmosferyczne oraz wiatr. Powodują one dalsze starzenie asfaltu, nazywane eksploatacyjnym. Następuje dalsze utlenianie asfaltu przez tlen atmosferyczny, które prowadzi do wzrostu jego sztywności i twardości. W konsekwencji w asfaltowych warstwach konstrukcyjnych powstają uszkodzenia w postaci pęknięć.

W celu ograniczenia starzenia asfaltu stosuje się różnego rodzaju rozwiązania. Jednym z nich jest wykorzystywanie dodatków do lepiszczy asfaltowych, które mogą zapewnić m.in. zmiękczenie lepiszcza asfaltowego, obniżenie temperatury wytwarzania mieszanki asfaltowej [3, 4], odmłodzenie właściwości starego lepiszcza asfaltowego [5], a nawet złagodzenie skutków starzenia się lepiszcza [6-8]. Zastosowane w badaniach dodatki takie jak oleje naftowe, biooleje [9, 10], biopolimery [11], dodatki na bazie olejów roślinnych [12] i różnego rodzaju związki chemiczne [13] zwykle zmniejszają sztywność lepiszcza asfaltowego [14] i mogą znacząco wpływać na inne właściwości lepiszcza, takie jak odporność na tempera-

## 1. INTRODUCTION

Since asphalt pavements comprise over 80% of all pavements worldwide, they play a significant role in the international transportation system, enabling carriage of goods and passengers. In order to provide greater ride quality and reliability, road engineers aim to increase the service life of pavements, which is significantly affected by bitumen used in the asphalt mixtures. In classic asphalt mixture production technology, it is necessary to warm bitumen to high temperatures, around 165-180°C, in order to reduce its viscosity for mixing. The produced mixture may be transported to the target location, where it is placed at the temperature of about 145°C. During this period the bitumen is subjected to high temperatures, which result in its aging [2]. In effect, it loses its viscoelastic properties to a certain degree. Carbonization of bitumen leads to a decrease in the quality of the asphalt mixture. This stage of aging is referred to as the short-term (technological) aging. During the service life of the pavement, the placed asphalt mixture is subjected to various environmental factors, such as solar radiation, precipitation and wind. They lead to further aging of bitumen, referred to as the long-term (in-service) aging. Further oxidation of bitumen by atmospheric oxygen results in an increase in its stiffness and hardness. In consequence, asphalt pavement courses become more sensitive to cracking.

Various solutions are applied to limit aging and its effects. They include usage of additives to bituminous binders in order to e.g. make the binder softer, decrease the mixture production temperature [3, 4], rejuvenate old binders [5] and even mitigate the effects of future aging [6-8]. Additives investigated in research works include petroleum oils, bio-oils [9, 10], bio-polymers [11], vegetable-oil-based additives [12] and various other chemical compounds [13] that usually decrease binder stiffness [14] and may considerably affect other binder properties, such as resistance to temperature [15], fatigue [16, 17] or considerable strains. Owing to such effects, bitumen aging may be reduced.

Another effective measure to mitigate binder aging consists in considerable reduction of mixture production temperature owing to usage of water-foamed bitumen instead of bitumen softened due to high temperatures [18]. Initially, this technology was introduced only in road repairs for production of RAP-based mixtures for lower pavement

ture [15], odporność na zmęczenie [16, 17] i odporność na duże odkształcenia. Efekty te mogą wpływać na ograniczenie starzenia się lepiszcza.

Innym skutecznym rozwiązaniem kwestii ograniczenia starzenia asfaltu może być znaczące obniżenie temperatury wytwarzania mieszanki mineralno-asfaltowej w efekcie zastąpienia przez asfalt spieniany wodą asfaltu upłynionego w wyniku podgrzewania do wysokiej temperatury [18]. W początkowym okresie wdrażania technologia ta wykorzystywana była tylko w czasie remontów dróg do wytwarzania recyklowanej mieszanki mineralno-asfaltowej przeznaczanej na dolne warstwy konstrukcji nawierzchni w czasie recyklingu głębokiego na zimno [19-24]. Współczesne wyzwania przyczyniły się do wzrostu zainteresowania tą technologią w celu zastosowania jej do produkcji mieszanek mineralno-asfaltowych przeznaczonych na górne warstwy konstrukcji i zastąpienia tym samym tradycyjnych mieszanek wytwarzanych w bardzo wysokiej temperaturze [25, 26]. W ostatnim czasie wprowadzana jest w drogownictwie technologia wytwarzania mieszanek mineralno-asfaltowych „na ciepło” (WMA – ang. *Warm Mix Asphalt*), która charakteryzuje się temperaturą produkcji około 145°C. Jeszcze bardziej efektywna jest technologia „na półciepło” (HWMA – ang. *Half-Warm Mix Asphalt*), w której mieszanka mineralno-asfaltowa dzięki zastosowaniu asfaltu spienianego wodą wytwarzana jest w zakresie temperatur od 90°C do 110°C [27].

Bardzo istotną kwestią związaną z zapewnieniem trwałości nawierzchni asfaltowej – również w kontekście zmian zachodzących w asfalcie w wyniku jego starzenia – jest odporność na oddziaływanie niskich temperatur. Bezpośrednio wpływa ona na akumulację naprężeń temperaturowych w mieszankach asfaltowych. Parametrami ją charakteryzującymi są sztywność pełzania  $S$  i szybkość pełzania  $m$ , które odzwierciedlają ciągliwość i zdolność relaksacji naprężeń lepiszcza asfaltowego w niskich temperaturach. Badania w tym zakresie w Polsce zapoczątkowane zostały na Politechnice Warszawskiej [28]. Wykazały one, że istotny wpływ na charakterystyki niskotemperaturowe lepiszcza może mieć jego modyfikacja. Realizowane badania potwierdziły również, że niektóre dodatki, które w zakresie temperatur dodatnich wpływają w sposób pozytywny na właściwości asfaltu, mogą jednak w pewien sposób obniżyć charakterystyki niskotemperaturowe lepiszcza [29-30].

layers during deep cold in-place recycling [19-24]. Present challenges resulted in an increased interest in this technology also in the context of production of asphalt mixtures for upper pavement layers, in order to replace traditional mixtures produced at high temperatures [25, 26]. Lately the warm mix asphalt (WMA) technology, which uses production temperatures of about 145°C, has been widely introduced in road engineering. Even more effective is the half-warm mix asphalt (HWMA) technology, in which the asphalt mixture is produced at 90-110°C owing to usage of water-foamed bitumen [27].

Resistance to low temperatures is a very important aspect of asphalt pavement service life – also in terms of changes that occur in bitumen due to aging. It directly affects the accumulation of temperature-induced stress in asphalt mixtures. Low-temperature performance is characterized by creep stiffness  $S$  and creep slope  $m$ , which reflect ductility and relaxation of the binder at low temperatures. Polish investigations in this field were started at the Warsaw University of Technology [28]. They indicated that low-temperature characteristics of a binder may be significantly affected by its modification. The research also confirmed that certain additives which contribute to improvement of binder properties at high temperatures may negatively affect the low-temperature parameters [29-30].

In order to provide the most advantageous parameters of foamed bitumen, i.e. the maximum expansion ratio  $ER$  and half-life time of foam  $t_{1/2}$ , various additives are used, including synthetic wax [31], chemical additives [32, 33] or surface-active agents [34].

Wide usage of such additives, especially the most popular synthetic wax and surface-active agents, will be possible only if performance of the binder before and after foaming is investigated in detail, including short- and long-term aging as well as low-temperature characteristics.

Therefore, it is advisable and justified to undertake research efforts aimed at wide introduction of such binder additives. They may contribute to a synergetic effect of reduction in the energy demand of the production process, reduction in greenhouse gas emissions and potential reduction in bitumen aging, with simultaneous provision of advantageous low-temperature characteristics of the binder, leading to prolonged pavement service life.

Celem zapewnienia jak najkorzystniejszych parametrów asfaltu spienianego, tj. maksymalnej ekspansji  $ER$  oraz czasu połowicznego rozpadu piany asfaltowej  $t_{1/2}$ , stosowane są różnego rodzaju dodatki, takie jak np. wosk syntetyczny [31], dodatki chemiczne [32, 33] czy też środki powierzchniowo czynne [34].

Aby umożliwić kompleksowe zastosowanie tego rodzaju dodatków, a zwłaszcza najczęściej stosowanego wosku syntetycznego oraz środków powierzchniowo czynnych, nieodzowne jest szczegółowe rozpoznanie ich zachowania przed oraz po spienieniu lepiszcza z uwzględnieniem starzenia technologicznego i eksploatacyjnego, jak również charakterystyk niskotemperaturowych.

W związku z tym celowe jest podjęcie prac badawczych dotyczących możliwości szerokiego wdrażania tego rodzaju dodatków do lepiszcza. Mogą one zapewnić efekt synergii w zakresie obniżenia energochłonności procesu produkcyjnego, ograniczenia emisji gazów cieplarnianych oraz potencjalnego ograniczenia starzenia asfaltu przy jednoczesnym zapewnieniu korzystnych charakterystyk niskotemperaturowych lepiszcza, a tym samym – zapewnić wzrost trwałości eksploatacyjnej nawierzchni asfaltowych.

## 2. METODOLOGIA I MATERIAŁY

### 2.1. MATERIAŁY

W badaniach zastosowano asfalt 50/70 pochodzący z Petrochemii Orlen w Płocku, który jest podstawowym asfaltem stosowanym do mieszanek mineralno-asfaltowych przeznaczonych na górne warstwy konstrukcji nawierzchni w Polsce oraz krajach europejskich. Podstawowe jego właściwości zestawiono w Tabl. 1.

Jako dodatki do asfaltu 50/70 stosowane przed i po jego spienianiu zastosowano środek powierzchniowo czynny (PAS) oraz nowej generacji wosk syntetyczny F-T ( $WS_{LC}$ ) charakteryzujący się obniżonym „śladem węglowym” w odniesieniu do wosków dotychczas stosowanych w drogownictwie. Został on wprowadzony do praktyki drogowej w 2023 roku jako materiał spełniający obecne wysokie wymagania środowiskowe. Właściwości wosku syntetycznego  $WS_{LC}$  przedstawiono w Tabl. 2, a właściwości środka powierzchniowo czynnego w Tabl. 3.

Wosk syntetyczny  $WS_{LC}$  występuje w postaci białych granulek o uziarnieniu około 3 mm, natomiast środek powierzchniowo czynny stosowany jako dodatek do asfaltu

## 2. METHODOLOGY AND MATERIALS

### 2.1. MATERIALS

Research was conducted on a 50/70 bitumen from the Orlen refinery in Płock. The selected binder is the basic bitumen used in the upper courses of asphalt pavements in Poland and other European countries. Its basic properties are listed in Table 1.

Table 1. Basic properties of the 50/70 bitumen  
Tablica 1. Podstawowe właściwości asfaltu 50/70

Property Właściwość	Method Metoda	Unit Jednostka	Mean value Wartość średnia
Penetration at 25°C Penetracja w 25°C	PN-EN 1426	0.1 mm	59.8
Softening point $T_{PIK}$ Temperatura mięknienia $T_{PIK}$	PN-EN 1427	°C	49.6
Fraass breaking point Temperatura Fraassa	PN-EN 12593	°C	−16.0
Viscosity at 60°C Lepkość w 60°C	PN-EN 12596	Pa·s	370.5
Viscosity at 135°C Lepkość w 135°C	PN-EN 12596	Pa·s	0.617

Additives that were dosed into the 50/70 bitumen before and after foaming included a surface-active agent (SAA) and a new-generation synthetic wax F-T ( $WS_{LC}$ ), characterized by reduced carbon footprint in comparison to waxes typically used in road construction. This wax was introduced in road construction practice in 2023 as a material meeting the current strict environmental requirements. Properties of the synthetic wax are shown in Table 2; Properties of the surface-active agent are shown in Table 3.

Synthetic wax  $WS_{LC}$  has the form of white granules of approx. 3 mm in size, whereas surface-active agent used as an additive to the 50/70 binder comes in the form of oily brown liquid.

Since the research was focused on binder additives, special attention was given to homogeneity of the obtained modified binders and the prepared specimens. A predetermined quantity of synthetic wax in liquid form was introduced into a 1000 g sample of the 50/70 bitumen. Mixing of binder with additive consisted in warming the substance to the temperature 100°C above the softening point of the binder and mixing it in a blender with an agitator



50/70 występuje w postaci płynu o konsystencji olejistej i barwie brązowej.

W związku z tym że w badaniach stosowano dodatki do asfaltu, szczególną uwagę zwracano na uzyskanie jednorodności modyfikowanego lepiszcza i przygotowanych z niego próbek do badań. Do próbki asfaltu 50/70 o masie 1000 g dodawano wosk syntetyczny WS<sub>LC</sub> w postaci płynnej, w ilości przewidzianej w eksperymencie. Mieszanie lepiszcza z dodatkiem polegało na podgrzaniu lepiszcza do temperatury o 100°C wyższej niż jego temperatura mięknięcia i mieszaniu go w blenderze w tej temperaturze za pomocą mieszadła obracającego się z prędkością 150 obrotów/min w czasie 30 s, a następnie z prędkością 600 obrotów/min w czasie 270 s. Następnie przygotowywano próbki analityczne do badań zgodnie z normą EN 12594. Dokonywano oceny makroskopowej powierzchni uzyskanych próbek lepiszcza w celu oceny ich jednorodności. W przypadku zaobserwowania niejednorodnej barwy lepiszcza lub stwierdzenia występowania na powierzchni próbki analitycznej różnego typu plamek świadczących o nieprawidłowym rozpuszczeniu wosku syntetycznego, takiej próbki nie wykorzystywano w badaniach. W analogiczny sposób postępowano, przygotowując próbki analityczne lepiszcza do badań z środkiem powierzchniowo czynnym.

W przypadku stosowania obu dodatków należy doświadczalnie opracować zasady kolejności ich dozowania do asfaltu 50/70, w celu uzyskania jednorodności lepiszcza oraz jego trwałości.

2.2. METODYKA BADAŃ

Proces badania wpływu wosku syntetycznego (WS<sub>LC</sub>) o obniżonym śladzie węglowym oraz środka powierzchniowo czynnego (PAS) na właściwości asfaltu 50/70 przed i po jego spienianiu z uwzględnieniem starzenia i właściwości niskotemperaturowych składał się z trzech etapów.

W ramach pierwszego etapu dokonano spieniania asfaltu 50/70 bez dodatków oraz z dodatkami (WS<sub>LC</sub>, PAS), które dozowano do lepiszcza przed jego spienianiem.

Badanie spieniania lepiszczy wykonano przy zastosowaniu warunków zgodnych z wymaganiami [21]:

- temperatura asfaltu: 155°C,
- temperatura wody: 20°C,
- przepływ wody: 100 g/s,

rotating at the speed of 150 rpm for 30 s and then 600 rpm for 270 s. Analytical specimens were then prepared in accordance with the EN 12594 standard. Macro-scale assessment of the surface of specimens was performed to evaluate their homogeneity. If non-uniform color or surface stains were observed, indicating possible problems with synthetic wax blending, such specimens were excluded from further tests. Specimens containing surface-active agent were prepared analogously.

Table 2. Basic properties of the WS<sub>LC</sub> synthetic wax [35]  
Tablica 2. Podstawowe właściwości wosku syntetycznego WS<sub>LC</sub> [35]

Property Właściwość	Unit Jednostka	Value Wartość
Color Kolor	–	white, yellowish biały, żółtawy
Ignition point Temperatura zapłonu	°C	285
Hardening point Temperatura krzepnięcia	°C	95
Density at 25°C Gęstość w 25°C	Mg/m <sup>3</sup>	0.9
Viscosity at 135°C Lepkość w 135°C	Pa·s	12
Molecular mass Masa cząsteczkowa	g/mol	approx. 1000 około 1000

Table 3. Basic properties of the SAA surface-active agent [36]  
Tablica 3. Właściwości środka powierzchniowo czynnego PAS [36]

Property Właściwość	Unit Jednostka	Value Wartość
Appearance Wygląd	–	Brown liquid Płyn barwy brązowej
Density at 20°C Gęstość w 20°C	Mg/m <sup>3</sup>	0.88 - 0.98
Dynamic viscosity at 20°C Lepkość dynamiczna w 20°C	m·Ps	3000
Hardening point Temperatura krzepnięcia	°C	< 0
Ignition point Tempertura zapłonu	°C	> 218

If the two additives were to be used in the same binder, it would be necessary to experimentally develop the rules regarding the order of their dosage into the 50/70 bitumen to guarantee binder homogeneity and durability.

- czas spieniania asfaltu: 5 s,
- ciśnienie powietrza: 500 kPa,
- ciśnienie wody: 600 kPa.

W procesie spieniania dozowano do gorącego lepiszcza wodę, osiągając jej zawartość FWC (ang. *Foaming Water Content*) na poziomie 1,5%, 2,0%, 2,5% i 3,0%. Spienienia asfaltu dokonywano za pomocą urządzenia laboratoryjnego WLB-10S.

W czasie badania określano podstawowe charakterystyki spieniania asfaltu:

- maksymalną ekspansję –  $ER$  [21],
- czas połowicznego rozpadu piany asfaltowej –  $t_{1/2}$  [21].

Następnie lepiszcze niespienione oraz uzyskane po spienianiu wodą (charakteryzujące się optymalnymi parametrami spieniania) poddawano starzeniu technologicznemu RTFOT zgodnie z wymaganiami PN-EN 12607-1 oraz eksploatacyjnemu PAV wg z PN-EN 14769.

Proces starzenia technologicznego RTFOT (ang. *Rolling Thin Film Oven Test*) odbywał się w suszarce do badania odporności na starzenie pod wpływem ciepła i powietrza. Masa jednej próbki asfaltu wynosiła  $35,0 \text{ g} \pm 0,5 \text{ g}$ . Próbki kondycjonowano w temperaturze  $163^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ . Czas badania wynosił  $75 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$ , a prędkość obrotowa tarczy wynosiła  $15,0 \text{ obr./min} \pm 0,2 \text{ obr./min}$ . Badanie wykonano przy prędkości przepływu powietrza  $4,0 \text{ l/min} \pm 0,2 \text{ l/min}$ . Badanie zrealizowano zgodnie z normą PN-EN 12607-1.

Następnie lepiszcze poddawano starzeniu eksploatacyjnemu PAV (*Pressure Ageing Vessel*) w komorze ciśnieniowo-termicznej. W tym celu przygotowano próbki o masie  $50 \text{ g} \pm 0,5 \text{ g}$  po starzeniu RTFOT, które były przechowywane w temperaturze  $100^\circ\text{C}$  i ciśnieniu 2,1 MPa przez 20 godzin zgodnie z PN-EN 14769.

Po starzeniu RTFOT i PAV oznaczono następujące właściwości lepiszcza:

- penetrację  $Pen$  w  $25^\circ\text{C}$  – wg EN 1426:2015-08,
- temperaturę mięknięcia  $T_{PIK}$  – wg EN 1427:2015-08,
- temperaturę Fraassa  $T_{Fraass}$  – wg EN 12593:2015-08.

Zbadano również charakterystyki niskotemperaturowe: sztywność pełzania  $S_m$  i szybkość pełzania  $m$ , które wyznaczono za pomocą reometru belki zginanej (BBR) zgodnie z PN-EN 14771.

Do badania lepiszcza w reometrze BBR przygotowano belecзки o wymiarach  $125 \text{ mm} \times 12,5 \text{ mm} \times 6,25 \text{ mm}$

## 2.2. TEST METHODOLOGY

The testing process was focused on the effect of the addition of low-carbon synthetic wax ( $WS_{LC}$ ) and surface-active agent (SAA) on the properties of 50/70 bitumen before and after the foaming process; testing consisted of three stages.

During the first stage, the 50/70 bitumen was foamed with and without additives ( $WS_{LC}$ , SAA). Additives were dosed before foaming.

The foaming process was investigated at conditions consistent with the requirements [21]:

- bitumen temperature:  $155^\circ\text{C}$ ,
- water temperature:  $20^\circ\text{C}$ ,
- water flow:  $100 \text{ g/s}$ ,
- foaming duration: 5 s,
- air pressure: 500 kPa,
- water pressure: 600 kPa.

Water was dosed in the foaming process so that the following target values of foaming water content (FWC) were reached: 1.5%, 2.0%, 2.5% and 3.0%. Bitumen was foamed using a WLB-10S laboratory device.

The basic foaming parameters were determined during the process:

- expansion ratio –  $ER$  [21],
- half-life time of foam –  $t_{1/2}$  [21].

Non-foamed binder and water-foamed binder (characterized by the optimum foaming parameters) were afterwards subjected to short-term RTFOT aging according to PN-EN 12607-1 and long-term PAV aging according to PN-EN 14769.

The short-term (technological) aging process was conducted in a RTFOT (Rolling Thin Film Oven Test) oven dedicated for investigations of the aging effect of air and heat. Mass of a single binder specimen equaled  $35.0 \text{ g} \pm 0.5 \text{ g}$ . Specimens were conditioned at the temperature of  $163^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ . Duration of the test was  $75 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$  and the speed of the revolving plate equaled  $15.0 \text{ rpm} \pm 0.2 \text{ rpm}$ . Test was conducted at the air flow of  $4.0 \text{ l/min} \pm 0.2 \text{ l/min}$ . The procedure was realized in accordance with the PN-EN 12607-1 standard.

Binder was subsequently subjected to long-term PAV (Pressure Aging Vessel) aging. To this end,  $50 \text{ g} \pm 0,5 \text{ g}$

z lepyszcy poddanych wcześniej starzeniu RTFOT i PAV. Badania wykonano w trzech temperaturach:  $-16^{\circ}\text{C}$ ,  $-22^{\circ}\text{C}$  i  $-30^{\circ}\text{C}$ . Belecжки lepyszcy wstępnie obciążono siłą  $30\text{ mN} + 5\text{ mN}$ , a następnie stałym obciążeniem w środku rozpiętości belki o wartości  $980\text{ mN} + 50\text{ mN}$ . Całkowity czas badania wynosił  $480\text{ s}$  i dzielił się na równe części obciążenia i odciążenia wynoszące po  $240\text{ s}$ . Podczas badania rejestrowano w sposób ciągły ugięcie belecжки, a następnie oznaczano parametry  $S_m$  i  $m$ . Każde badanie wykonywano na 9 próbkach zgodnie z rekomendacjami [37, 38]. Wyniki badań poddawano analizie statycznej w celu określenia ich wiarygodności.

### 3. ANALIZA WYNIKÓW BADAŃ

#### 3.1. WPŁYW WOSKU SYNTETYCZNEGO $\text{WS}_{\text{LC}}$ ORAZ ŚRODKA POWIERZCHNIOWO-CZYNNEGO PAS NA PARAMETRY SPIENIANIA ASFALTU 50/70

Uzyskane w czasie badania asfaltu 50/70 z dodatkiem wosku syntetycznego  $\text{WS}_{\text{LC}}$  oraz środka powierzchniowo-czynnego PAS parametry spieniania w zależności od ilości dozowanej wody zostały wykorzystane w celu określenia charakterystyk spieniania. Charakterystykę spieniania asfaltu 50/70 przedstawiono na Rys. 1.

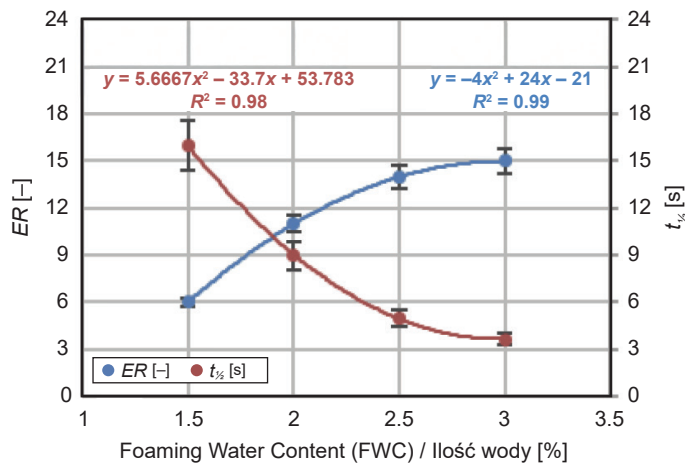


Fig. 1. Foaming characteristics of the 50/70 bitumen  
Rys. 1. Charakterystyka asfaltu spienionego 50/70

Na podstawie przedstawionej charakterystyki spieniania asfaltu 50/70 (Rys. 1) można stwierdzić, że przy zawartości wody  $\text{FWC} = 2.0\%$  maksymalna ekspansja  $ER$  wynosi 10, a czas połowicznego rozpadu  $t_{1/2}$  to  $9\text{ s}$ .

Następnie dokonano oceny wpływu wosku syntetycznego  $\text{WS}_{\text{LC}}$  oraz środka PAS na charakterystyki spieniania asfaltu 50/70, które przedstawiono na Rys. 2.

specimens after RTFOT were prepared and stored at the temperature of  $100^{\circ}\text{C}$  and pressure of  $2.1\text{ MPa}$  for 20 hours, in accordance with the PN-EN 14769 standard.

The following binder properties were tested after RTFOT and PAV aging:

- penetration  $Pen$  at  $25^{\circ}\text{C}$  – acc. EN 1426:2015-08,
- softening point  $T_{\text{Pik}}$  – acc. EN 1427:2015-08,
- Fraass breaking point  $T_{\text{Fraass}}$  – acc. EN 12593:2015-08.

Low-temperature characteristics, i.e. creep stiffness  $S_m$  and creep slope  $m$ -value, were also determined using a bending beam rheometer (BBR) in accordance with PN-EN 14771.

BBR beam specimens with the dimensions of  $125\text{ mm} \times 12.5\text{ mm} \times 6.25\text{ mm}$  were prepared using binders that had been subjected to RTFOT and PAV aging. Tests were conducted at three temperatures:  $-16^{\circ}\text{C}$ ,  $-22^{\circ}\text{C}$  and  $-30^{\circ}\text{C}$ . Binder beams were subjected to preliminary loading of  $30\text{ mN} + 5\text{ mN}$ ; subsequently the proper constant load of  $980\text{ mN} + 50\text{ mN}$  was applied at mid-span. The total duration of the test was  $480\text{ s}$ ; it was divided into two equal periods of loading and unloading ( $240\text{ s}$  each). Beam deflection was registered continuously throughout the test to determine the values of  $S_m$  and  $m$ . Each test was conducted on 9 specimens, as per recommendations [37, 38]. Test results were evaluated by means of statistical analysis.

### 3. ANALYSIS OF THE RESULTS

#### 3.1. INFLUENCE OF SYNTHETIC WAX AND SURFACE-ACTIVE AGENT ON FOAMING PARAMETERS OF THE 50/70 BITUMEN

Foaming parameters obtained for the 50/70 binder with added  $\text{WS}_{\text{LC}}$  synthetic wax or SAA surface-active agent at various foaming water content levels were used for analysis of foaming characteristics. Characteristics of the 50/70 bitumen without additives are shown in Fig. 1.

As visible in the presented foaming characteristics (Fig. 1), when foaming water content  $\text{FWC} = 2.0\%$ , expansion ratio  $ER$  equals 10 and half-life  $t_{1/2}$  equals  $9\text{ s}$ .

The influence of the  $\text{WS}_{\text{LC}}$  synthetic wax and the SAA surface-active agent on foaming parameters of the 50/70 bitumen was then analyzed. The corresponding foaming characteristics are shown in Fig. 2.

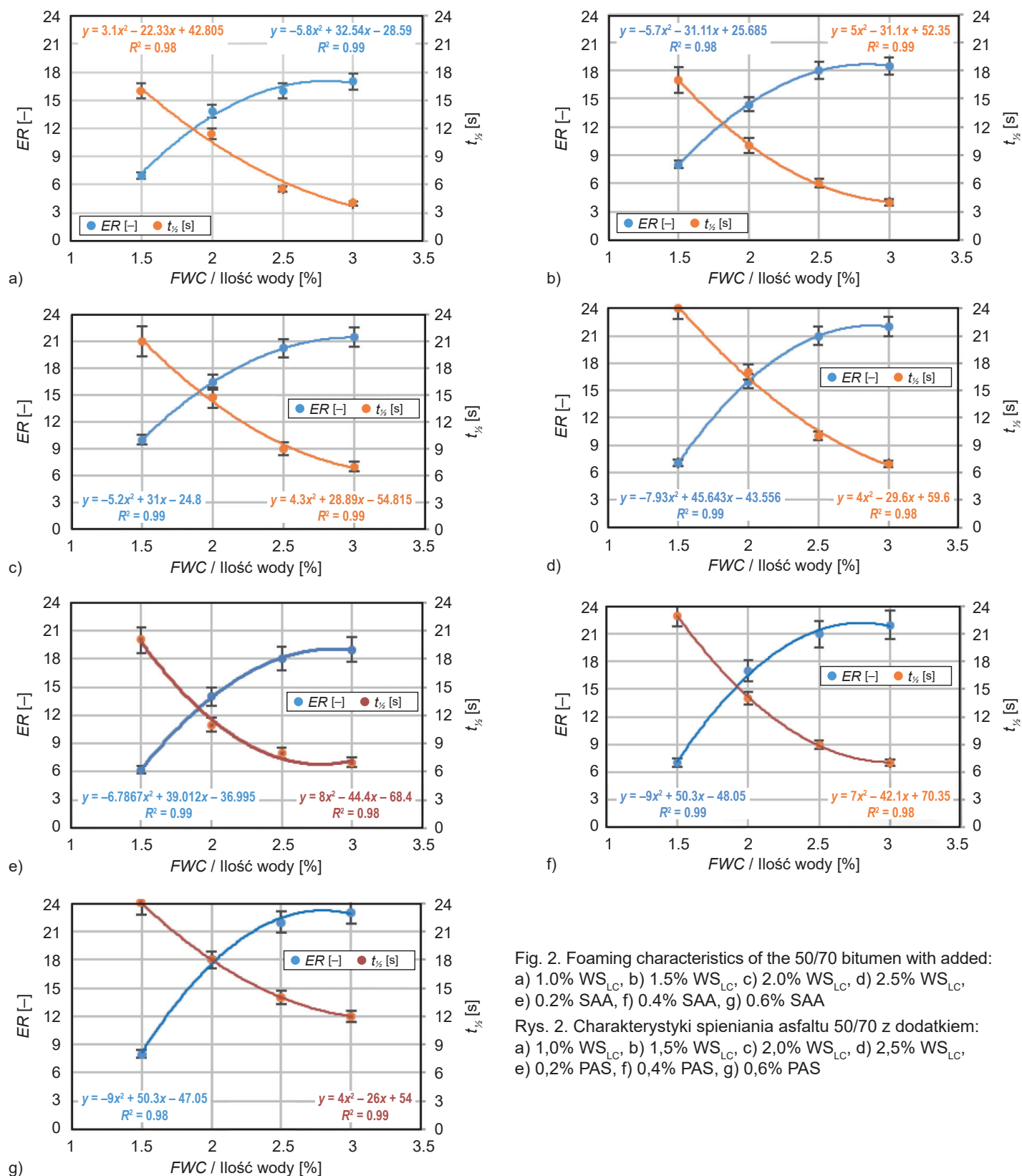


Fig. 2. Foaming characteristics of the 50/70 bitumen with added:  
a) 1.0% WS<sub>LC</sub>, b) 1.5% WS<sub>LC</sub>, c) 2.0% WS<sub>LC</sub>, d) 2.5% WS<sub>LC</sub>,  
e) 0.2% SAA, f) 0.4% SAA, g) 0.6% SAA

Rys. 2. Charakterystyki spieniania asfaltu 50/70 z dodatkiem:  
a) 1,0% WS<sub>LC</sub>, b) 1,5% WS<sub>LC</sub>, c) 2,0% WS<sub>LC</sub>, d) 2,5% WS<sub>LC</sub>,  
e) 0,2% PAS, f) 0,4% PAS, g) 0,6% PAS



Zastosowanie wosku syntetycznego  $WS_{LC}$  wpływa korzystnie na charakterystyki spieniania asfaltu 50/70. Wraz ze zwiększeniem jego zawartości następuje wzrost maksymalnej ekspansji  $ER$  i czasu połowicznego rozpadu piany asfaltowej  $t_{1/2}$ . Środek powierzchniowo czynny spełnia podobną rolę w procesie spieniania asfaltu 50/70 jak wosk syntetyczny.

Na podstawie charakterystyk spieniania przedstawionych na Rys. 2 wyznaczono maksymalne parametry spieniania  $ER$  i  $t_{1/2}$  w aspekcie ilości zastosowanej wody oraz rodzaju i ilości dodatku, które przedstawiono na Rys. 3.

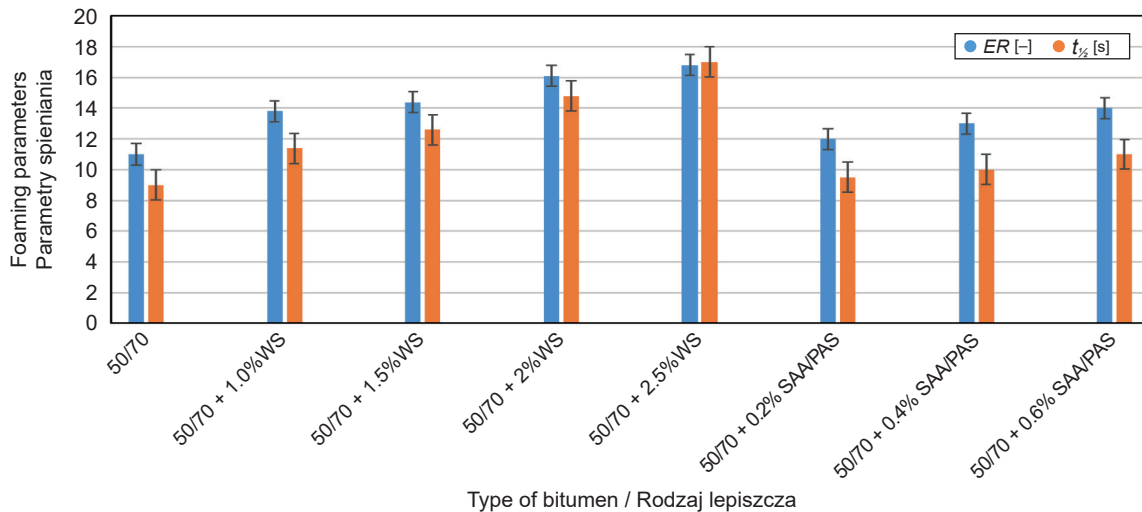


Fig. 3. Foaming characteristics ( $ER$ ,  $t_{1/2}$ ) of the 50/70 bitumen corresponding to various additive types and quantities

Rys. 3. Charakterystyki spieniania ( $ER$ ,  $t_{1/2}$ ) asfaltu 50/70 w zależności od rodzaju i ilości dodatku

Na podstawie uzyskanych wyników badań spieniania asfaltu 50/70 można stwierdzić, że zastosowane dodatki mają znaczący wpływ na parametry spieniania, powodując ich wzrost. Niezależnie od rodzaju i ilości zastosowanego dodatku lepiszcze modyfikowane charakteryzuje się korzystniejszymi parametrami spieniania niż asfalt 50/70. Wosk syntetyczny  $WS_{LC}$  intensywniej oddziałuje na wzrost maksymalnej ekspansji  $ER$  oraz czasu połowicznego rozpadu  $t_{1/2}$  lepiszcza niż środek powierzchniowo czynny (PAS). Już przy zawartości wosku syntetycznego  $WS_{LC}$  wynoszącej 2,0% nastąpił wzrost charakterystyk spieniania o ponad 50%.

Należy zaznaczyć, że zastosowanie środka powierzchniowo czynnego PAS wpływa na maksymalną ekspansję  $ER$  oraz czasu połowicznego rozpadu piany asfaltowej  $t_{1/2}$ , lecz oddziaływanie to jest mniej znaczące niż w przypadku zastosowania wosku syntetycznego  $WS_{LC}$ . Wzrost zawartości PAS powoduje zwiększanie charakterystyk spieniania lepiszcza. Przy maksymalnej jego ilości 0,6%

Addition of the  $WS_{LC}$  synthetic wax has an advantageous effect on the foaming characteristics of the 50/70 bitumen. As the content of wax increases, both the expansion ratio  $ER$  and half-life time of the foam  $t_{1/2}$  increase. Surface-active agent plays a similar role in the foaming process.

Based on the characteristics presented in Fig. 2, the maximum  $ER$  and  $t_{1/2}$  parameters depending on the water content and the type and content of the additive were determined. They are shown in Fig. 3.

The obtained results indicate that the analyzed additives considerably affect the foaming parameters, leading to their increase. Irrelevant of the type and quantity of the additive, the obtained modified binder was characterized by more advantageous foaming parameters than the neat 50/70 bitumen. Synthetic wax affects the increase in the expansion ratio  $ER$  and half-life time of the foam  $t_{1/2}$  more intensively than the surface-active agent (SAA). Even with synthetic wax content  $WS_{LC}$  as low as 2.0%, an increase by over 50% was observed in the foaming characteristics.

It should be noted that while the surface-active agent did affect the expansion ratio  $ER$  and half-life time of the foam  $t_{1/2}$ , its influence was less pronounced than that of the  $WS_{LC}$  synthetic wax. An increase in surface-active agent content leads to an increase in bitumen foaming parameters. At the maximum SAA content of 0.6%, foaming characteristics were greater by about 20% than those of the neat 50/70 bitumen.

uzyskuje się charakterystyki spieniana większe o około 20% w porównaniu z asfaltem 50/70.

Wykorzystanie asfaltu spienionego z dodatkiem wosku syntetycznego  $WS_{LC}$  oraz środka powierzchniowo czynnego PAS będzie odgrywało korzystną rolę w otaczaniu kruszywa w mieszance mineralno-asfaltowej, a tym samym będzie wpływało na uzyskanie jej parametrów fizyko-mechanicznych na wysokim poziomie jakościowym.

### 3.2. WPŁYW STARZENIA NA PODSTAWIE WŁAŚCIWOŚCI ASFALTU 50/70 Z DODATKIEM $WS_{LC}$ I PAS

Pierwszym parametrem lepiszcza (przed spienianiem i po spienianiu), który poddano badaniom po starzeniu RTFOT i PAV, była penetracja  $Pen$  w 25°C. Badane lepiszcza po spienianiu oznaczano literą F. Wyniki badań przedstawiono na Rys. 4.

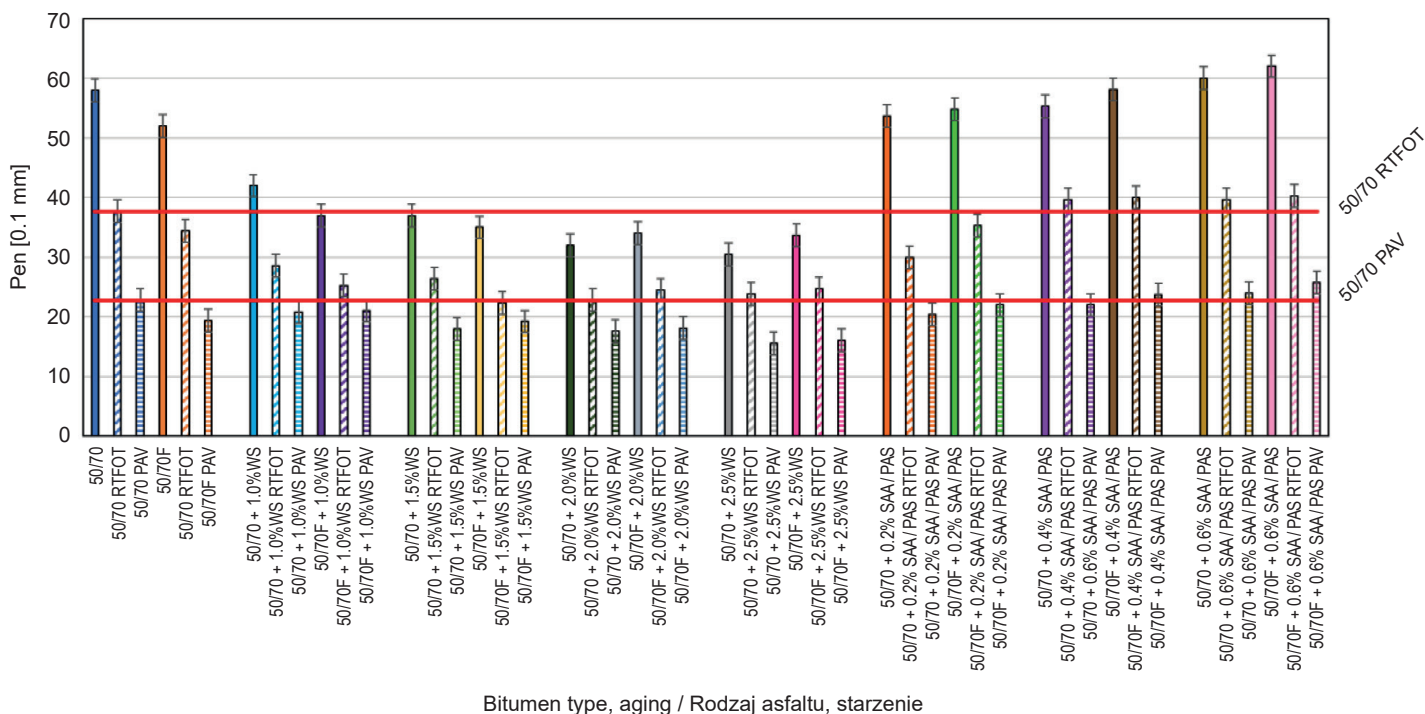


Fig. 4. Penetration at 25°C (before and after foaming, before and after RFTOT and PAV aging) of 50/70 bitumen with  $WS_{LC}$  and SAA  
Rys. 4. Charakterystyka penetracji w 25°C (przed i po spienieniu, przed i po starzeniu RFTOT i PAV) asfaltu 50/70 z  $WS_{LC}$  oraz PAS

Na podstawie analizy wyników badań można stwierdzić, że spienianie powoduje obniżenie penetracji lepiszcza niezależnie od ilości dozowanego wosku syntetycznego  $WS_{LC}$ . Natomiast inny trend obserwuje się w przypadku zastosowania dodatku PAS. Wraz ze zwiększaniem jego ilości wzrasta penetracja lepiszcza po spienieniu. Przy

Use of foamed bitumen containing synthetic wax or surface-active agent will positively affect aggregate coating in an asphalt mixture; consequently, it will provide better physico-mechanical mixture parameters.

### 3.2. INFLUENCE OF AGING ON THE PROPERTIES OF 50/70 BITUMEN WITH ADDED SYNTHETIC WAX OR SURFACE-ACTIVE AGENT

Penetration  $Pen$  at 25°C (before and after foaming) was the first binder parameter that was tested after RTFOT and PAV aging. Binders that were tested after foaming are labeled with "F". Test results are shown in Fig. 4.

Based on the analysis of test results, it is observable that foaming leads to a decrease in binder penetration, regardless of the added quantity of synthetic wax  $WS_{LC}$ . A different trend is observed in the case of binders containing surface-active agent SAA. As the content of surface-active agent increases, binder penetration after foaming increases.

zawartości PAS wynoszącej 0,4% w stosunku do masy asfaltu penetracja jest większa niż dla kontrolnego asfaltu 50/70 po spienieniu. Analogiczne zachowanie badanych lepiszczy obserwuje się po starzeniu RTFOT i PAV. Wosk syntetyczny  $WS_{LC}$  oddziałuje w czasie starzenia RTFOT i PAV usztywniająco, powodując obniżenie penetracji lepiszcza. Natomiast oddziaływanie PAS w czasie starzenia nie wpływa w istotny sposób na utwardzenie lepiszcza. W związku z tym, stosując oba dodatki do asfaltu 50/70 przed jego spienieniem, można w zależności od potrzeb modelować penetrację spienionego lepiszcza oraz wpływać na intensywność jego starzenia. Podobne oddziaływanie wosku syntetycznego  $WS_{LC}$  i środka powierzchniowo czynnego PAS obserwuje się w przypadku asfaltu 50/70, który nie został poddany spienieniu.

Wpływ starzenia technologicznego oraz eksploatacyjnego na temperaturę mięknięcia  $T_{PK}$  badanych lepiszczy przedstawiono na Rys. 5. Na podstawie analizy wyników badań przedstawionych na Rys. 5 można stwierdzić, że wosk syntetyczny  $WS_{LC}$  wpływa w znaczący sposób na wzrost temperatury mięknięcia asfaltu 50/70 niepoddanego spienieniu po starzeniu RTFOT i PAV. Jak wspomniano wcześniej, jest to efekt usztywniającej roli wosku w lepiszczu. Zastosowanie wosku syntetycznego  $WS_{LC}$  w ilości 2,5% powoduje wzrost temperatury mięknięcia lepiszcza praktycznie o 25% w stosunku do asfaltu kontrolnego 50/70. Oddziaływanie PAS na temperaturę mięknięcia asfaltu 50/70 jest znacznie mniej intensywne. Przy zawartości PAS wynoszącej 0,4% temperatura mięknięcia lepiszcza jest praktycznie porównywalna z temperaturą mięknięcia asfaltu kontrolnego 50/70. Zwiększenie zawartości PAS w lepiszczu kontynuuje ten trend.

Spienienie asfaltu 50/70 powoduje mało istotny wzrost jego temperatury mięknięcia. Wosk syntetyczny  $WS_{LC}$  wpływa na temperaturę mięknięcia asfaltu spienionego 50/70 podobnie jak przed jego spienieniem; tendencja jego oddziaływania na lepiszcze jest taka sama. Natomiast zastosowanie PAS wpływa w sposób odwrotny niż w przypadku asfaltu 50/70 niespienionego. W całym zakresie stosowania PAS wartość temperatury mięknięcia jest porównywalna z temperaturą mięknięcia asfaltu 50/70. Starzenie RTFOT i PAV nie zmienia charakteru oddziaływania dodatków na temperaturę mięknięcia asfaltu 50/70. Zachowana jest taka sama tendencja ich oddziaływania na lepiszcze jak po spienieniu, a przed starzeniem RTFOT i PAV.

es as well. At SAA content of 0.4% (by mass), penetration of the binder is greater than that of the reference neat 50/70 bitumen after foaming. Analogous relationships are observed for binders after RTFOT and PAV aging. Synthetic wax has a stiffening effect during RTFOT and PAV aging, leading to a decrease in penetration. In contrast, surface-active agent SAA does not significantly affect binder hardening during aging. Therefore, by dosing the two additives in combination into the 50/70 bitumen before its foaming, one may model its future penetration characteristics and affect the intensity of its aging. Similar influence of synthetic wax and surface-active agent was observed in the case of 50/70 bitumen that had not been subjected to foaming.

The effect of short- and long-term aging on the softening point  $T_{PK}$  of the analyzed binders is illustrated in Fig. 5. The presented results indicate that synthetic wax considerably affects the increase in the softening point of unfoamed binder after RTFOT and PAV aging. As mentioned above, it is associated with the stiffening effect that wax has on the binder. Addition of synthetic wax  $WS_{LC}$  at the content level of 2.5% results in an increase in the softening point by about 25% relative to the reference 50/70 bitumen. Influence of surface-active agent on the softening point of the 50/70 bitumen is much less intensive. At SAA content of 0.4%, softening point is practically comparable to that of the reference neat bitumen. This trend remains similar when SAA content is increased.

Foaming of the 50/70 bitumen leads to an insignificant increase in its softening point. Addition of synthetic wax  $WS_{LC}$  affects the softening point determined after foaming in a similar manner as before foaming; the tendency remains the same. Addition of SAA, however, affects the softening point after foaming in opposite manner. In the entire range of applicable SAA content, the value of softening point is comparable to that of the reference 50/70 bitumen. RTFOT and PAV aging does not change the character of the influence of additives on the softening point of 50/70 bitumen. The tendencies are the same as after foaming, but before RTFOT and PAV aging.

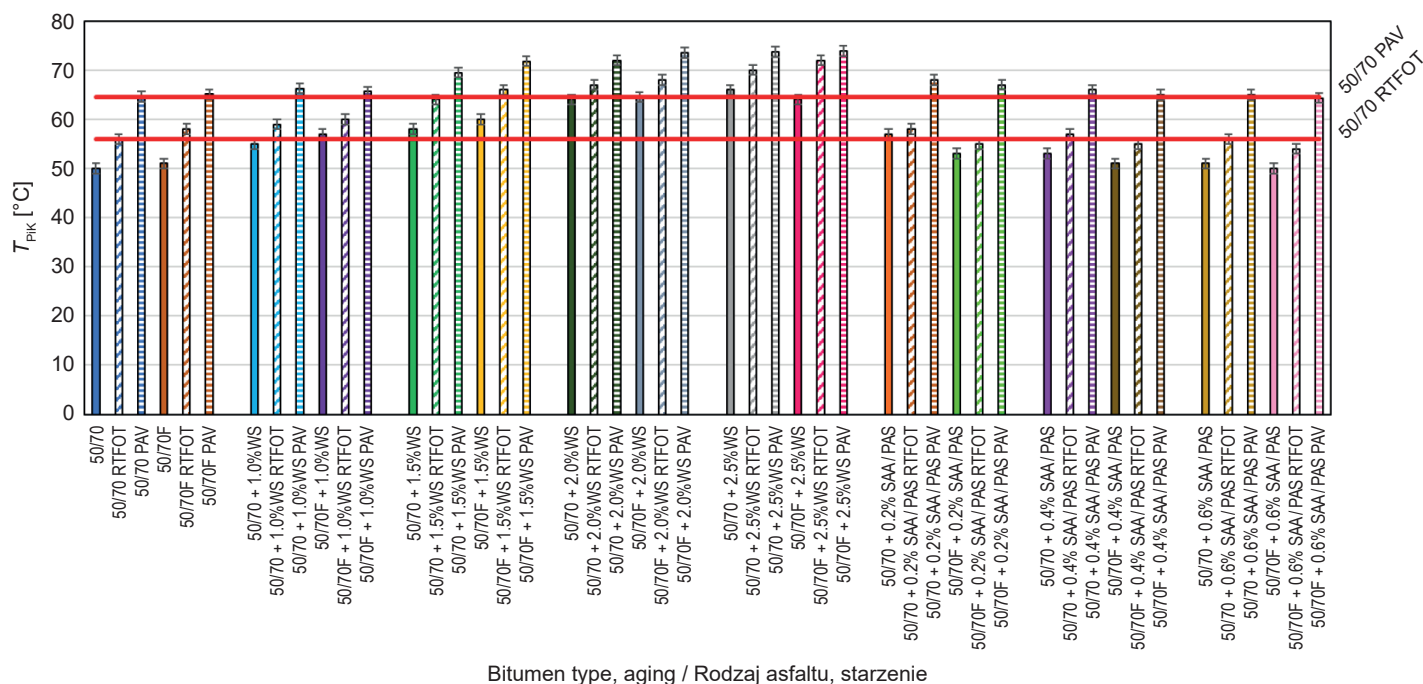


Fig. 5. Softening point  $T_{PIK}$  (before and after foaming, before and after RFTOT and PAV aging) of 50/70 bitume with  $WS_{LC}$  and SAA  
 Rys. 5. Charakterystyka temperatury mięknięcia  $T_{PIK}$  (przed oraz po spienieniu, przed i po starzeniu RFTOT i PAV) asfaltu 50/70 z  $WS_{LC}$  i PAS

Wpływ starzenia technologicznego oraz eksploatacyjnego na temperaturę Fraassa  $T_{Fraass}$  badanych lepiszczy przedstawiono na Rys. 6. Zastosowanie dodatku wosku syntetycznego  $WS_{LC}$  przy jego zawartości 1,0% wpływa na wzrost temperatury Fraassa lepiszcza; następuje obniżenie odporności lepiszcza na oddziaływanie niskich temperatur. Natomiast dalszy wzrost zawartości wosku powoduje poprawę analizowanej charakterystyki i przy zawartości 2,0% wosku syntetycznego  $WS_{LC}$  temperatura Fraassa jest bardziej korzystna niż dla kontrolnego asfaltu 50/70 po jego spienieniu. Natomiast w przypadku zastosowania dodatku PAS obserwuje się obniżenie temperatury Fraassa już przy zawartości 0,2 % PAS w asfalcie 50/70. Po starzeniu RTFOT i PAV badane lepiszcza zachowują się analogicznie jak przed starzeniem. Trend zmiany temperatury Fraassa analizowanych lepiszczy pozostaje niezmienny w aspekcie zastosowanego dodatku do asfaltu spienionego 50/70.

Na podstawie dokonanej analizy wyników badań przedstawionych na Rys. 6 można stwierdzić, że wosk syntetyczny  $WS_{LC}$  wpływa w sposób mało znaczący na temperaturę łamliwości Fraassa w przypadku asfaltu 50/70 zarówno przed, jak i po spienieniu oraz po starzeniu RTFOT i PAV. Natomiast oddziaływanie PAS w całym zakresie eksperymentu jest korzystniejsze.

The effect of short- and long-term aging on the Fraass breaking point  $T_{Fraass}$  of the analyzed binders is illustrated in Fig. 6. Addition of synthetic wax  $WS_{LC}$  at the content level of 1.0% results in an increase in the breaking point value; therefore, resistance of the binder to low temperatures is decreased. Further increase in wax content leads to improvement in the analyzed characteristic; at synthetic wax content of 2.0%, Fraass breaking point value is more advantageous than for the reference 50/70 bitumen after foaming. In contrast, addition of surface-active agent even at the content of 0.2% results in a decrease in the Fraass breaking point. Binders after RTFOT and PAV aging behave analogously to those before aging. The trends in the changes of Fraass breaking point corresponding to additive types and quantities remain the same for foamed 50/70 bitumen.

Analyzing the test results shown in Fig. 6, it is observable that addition of synthetic wax  $WS_{LC}$  does not considerably affect the Fraass breaking point of the 50/70 bitumen, regardless of foaming or aging. The effect of surface-active agent in the entire analyzed content range is more advantageous.



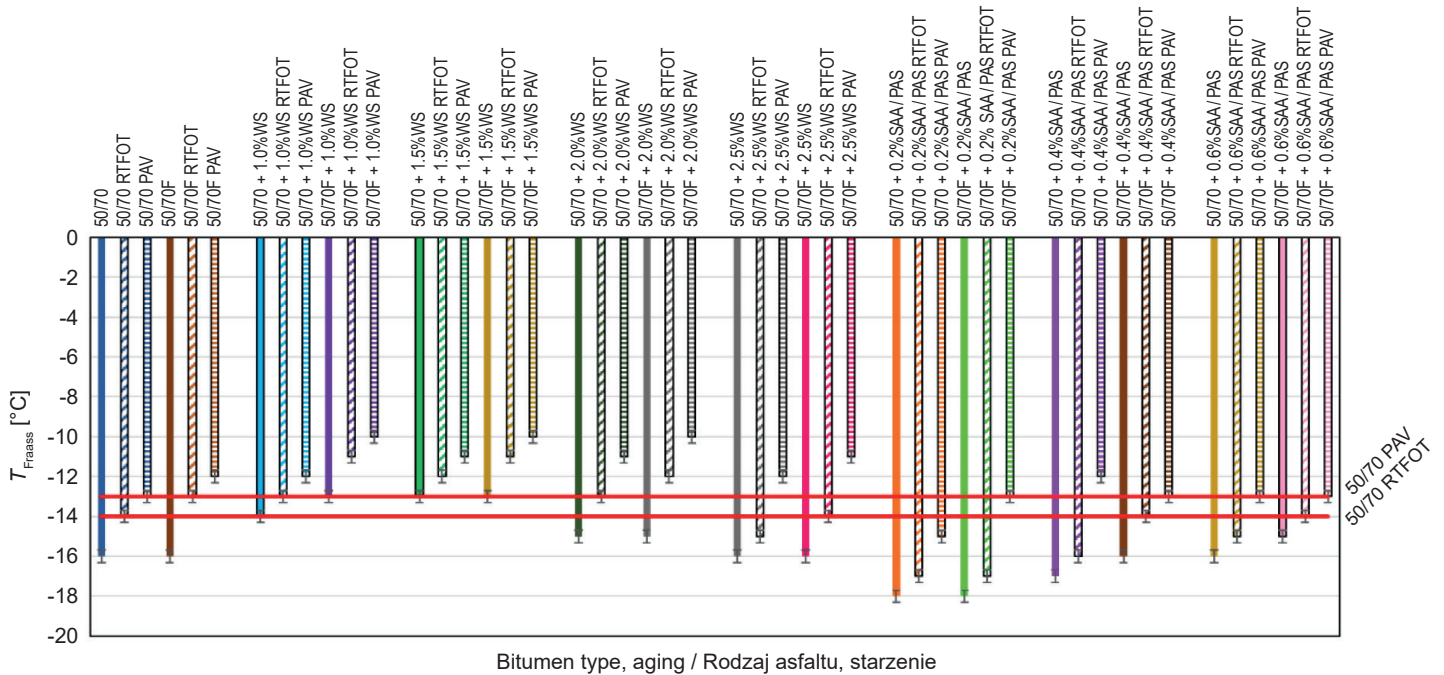


Fig. 6. Fraass breaking point  $T_{\text{Fraass}}$  (before and after foaming, before and after RFTOT and PAV aging) of 50/70 bitumen with  $WS_{LC}$  and SAA  
 Rys. 6. Charakterystyka temperatury Fraassa  $T_{\text{Fraass}}$  (przed oraz po spienieniu, przed i po starzeniu RFTOT oraz PAV) asfaltu 50/70 z  $WS_{LC}$  i PAS

W związku z tym zastosowanie tych dwóch dodatków łącznie może wpływać w istotny pozytywny sposób na temperaturę Fraassa asfaltu 50/70 w całym zakresie badawczym.

### 3.3. WPŁYW WOSKU SYNTETYCZNEGO $WS_{LC}$ ORAZ ŚRODKA POWIERZCHNIOWO CZYNNEGO PAS NA CHARAKTERYSTYKI NISKOTEMPERATUROWE ASFALTU 50/70

Moduł sztywności  $S_m$  i szybkość pełzania  $m$  to kluczowe parametry, które reprezentują elastyczność i zdolność asfaltu do relaksacji naprężeń. Wyższa wartość  $S_m$  wskazuje na zwiększoną kruchość i podatność na pękanie w niskich temperaturach, podczas gdy wyższa wartość  $m$  oznacza lepszą relaksację naprężeń i zwiększoną odporność na pękanie w niskich temperaturach. Wymagania przedstawione przez AASHTO określają, że moduł sztywności i szybkość pełzania asfaltu powinny spełniać kryteria  $S_m \leq 300$  MPa oraz  $m \geq 0,3$ ; wówczas lepiszcz nie będzie narażone na proces pękania w niskiej temperaturze. Wyniki badania wpływu wosku syntetycznego  $WS_{LC}$  oraz środka powierzchniowo czynnego PAS na charakterystyki niskotemperaturowe modyfikowanych lepiszcz w temperaturze  $-16^\circ\text{C}$ ,  $-22^\circ\text{C}$  i  $-30^\circ\text{C}$  przedstawiono na Rys. 7.

Therefore, use of the two additives in combination may significantly improve the Fraass breaking point of binders in the entire scope of this research.

### 3.3. INFLUENCE OF SYNTHETIC WAX AND SURFACE-ACTIVE AGENT ON LOW-TEMPERATURE CHARACTERISTICS OF THE 50/70 BITUMEN

Stiffness modulus  $S_m$  and creep slope  $m$  comprise two key parameters that represent the binder's elasticity and capacity for stress relaxation. Higher value of  $S_m$  indicates greater brittleness and susceptibility to cracking at low temperatures, whereas higher value of  $m$  indicates better stress relaxation and greater resistance to low-temperature cracking. According to the AASHTO requirements, if resistance to low-temperature cracking is to be provided, the two values should meet the following criteria:  $S_m \leq 300$  MPa and  $m \geq 0.3$ . The results of the tests focused on the influence of the  $WS_{LC}$  synthetic wax and the SAA surface-active agent on low-temperature characteristics at  $-16^\circ\text{C}$ ,  $-22^\circ\text{C}$  and  $-30^\circ\text{C}$  are shown in Fig. 7.

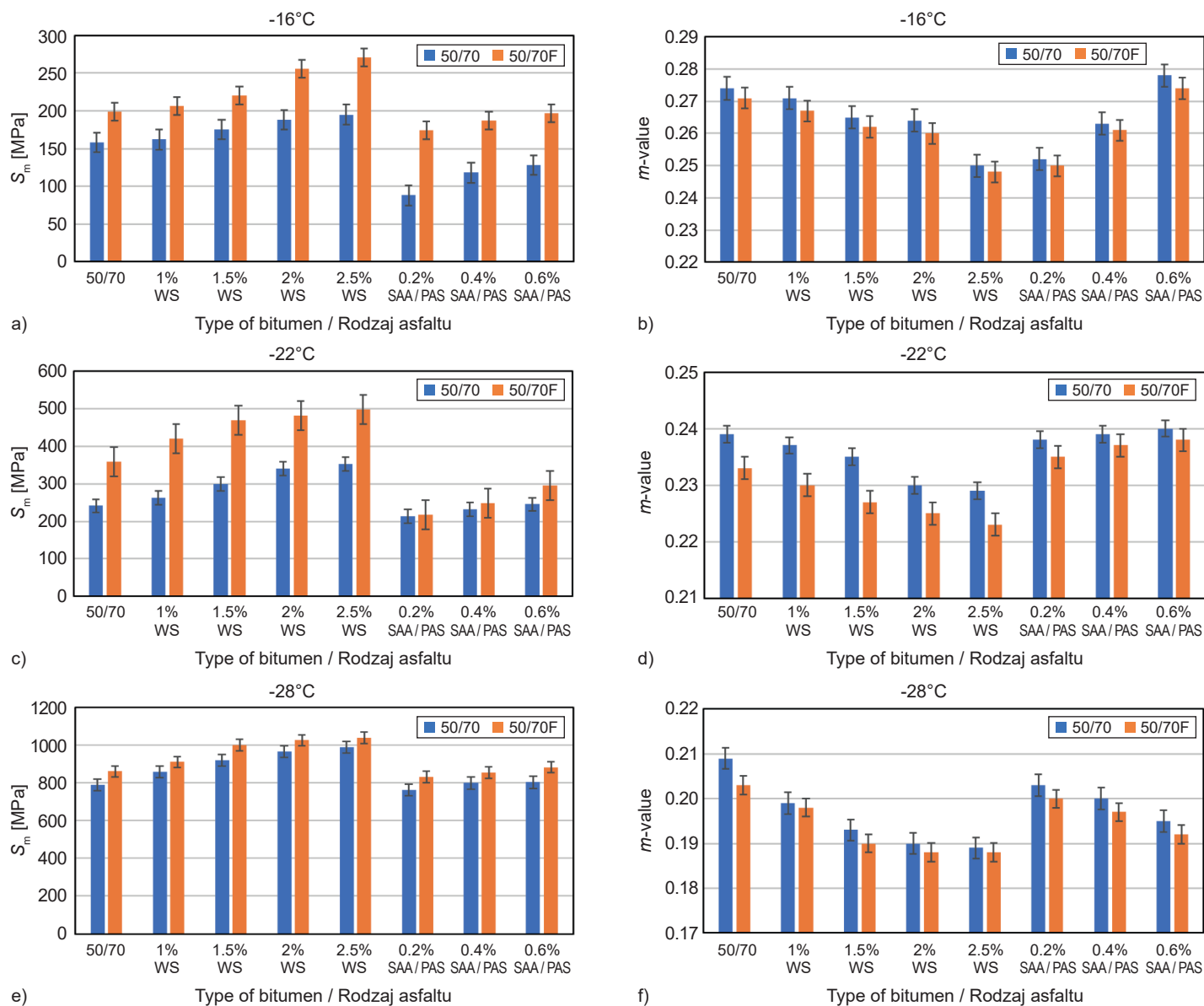


Fig. 7. Influence of synthetic wax ( $WS_{LC}$ ) and surface-active agent (SAA) on low-temperature characteristics of 50/70 bitumen before and after foaming  
Rys. 7. Wpływ wosku syntetycznego  $WS_{LC}$  i PAS na charakterystyki niskotemperaturowe asfaltu 50/70 przed oraz po spienieniu

Na podstawie wyników badań wpływu wosku syntetycznego  $WS_{LC}$  w całym zakresie jego dozowania oraz temperatur badania  $-16^{\circ}\text{C}$ ,  $-22^{\circ}\text{C}$  i  $-30^{\circ}\text{C}$  można stwierdzić, że pogorszył on parametry lepiszcza ( $S_m$  i  $m$ ) w niskich temperaturach. Uzyskane wyniki badań korespondują z rezultatami wcześniejszych badań opisanych w literaturze [30, 31]. Wosk syntetyczny  $WS_{LC}$  powoduje, że lepiszcze jest bardziej podatne na pękanie w środowiskach o niskiej temperaturze. Może to być związane z faktem, że w niskich temperaturach wosk syntetyczny występuje w postaci kryształków, które przesztynniają lepiszcze [39]

Based on the results pertaining to the influence of synthetic wax in the entire analyzed range if its content and the three tested temperatures ( $-16^{\circ}\text{C}$ ,  $-22^{\circ}\text{C}$  i  $-30^{\circ}\text{C}$ ), it is visible that wax deteriorated the low-temperature parameters of the binder ( $S_m$  and  $m$ -value). The obtained results are in agreement with earlier studies described in the literature [30, 31]. Synthetic wax renders the binder more susceptible to cracking at low temperatures. It may be associated with the fact that at low temperatures synthetic wax assumes the form of crystals, which make the binder overly stiff [39] and more susceptible to low-temperature crack-

i tym samym przyczyniają się do wzrostu podatności lepiszcza modyfikowanego na pękanie. Dla asfaltu spienionego 50/70 z dodatkami obserwuje się podobną zależność jak dla asfaltu niepoddanego spienianiu, przy czym dla asfaltu spienionego 50/70 (z dodatkami i bez) charakterystyki starzenia są mniej korzystne niż dla asfaltu 50/70 niepoddanego spienianiu.

Należy zwrócić uwagę, że wpływ PAS charakteryzuje się odwrotną tendencją niż oddziaływanie wosku syntetycznego  $WS_{LC}$  na parametry niskotemperaturowe lepiszcza. W badanym zakresie temperaturowym można stwierdzić, że zastosowanie PAS w ilości 0,2% i 0,4% zapewnia porównywalne wartości modułu sztywności do asfaltu 50/70. Dla asfaltu spienionego z dodatkiem PAS obserwuje się podobną tendencję jak dla asfaltu niespienionego. Uzyskany efekt może być spowodowany tym, że PAS może zapewniać elastyczność temperaturową lepiszcza asfaltowego i może poprawić w pewnym zakresie jego zdolność do relaksacji naprężeń.

Na podstawie opracowanych zależności sztywności pełzania  $S_m$  i szybkości pełzania  $m$  wyznaczono temperatury krytyczne badanych lepiszczy asfaltowych przed spienieniem i po nim zgodnie z ASTM D7643-16 ze względu na:

- kryterium sztywności ( $S_{60} = 300$  MPa),
- kryterium  $m$  ( $m_{60} = 0,3$ ).

Wyznaczone temperatury krytyczne badanych lepiszczy przedstawiono na Rys. 8.

ing. Foamed 50/70 bitumen with additives displays similar relationships to those observed for unfoamed bitumen, whereas generally the aging characteristics of foamed 50/70 bitumen (with and without additives) are less advantageous than those of unfoamed 50/70 bitumen.

It is noteworthy that the influence of surface-active agent displays opposite tendencies than the influence of synthetic wax. Within the studied temperature range, it may be stated that use of SAA at the content of 0.2% and 0.4% provides stiffness modulus values similar to those noted for neat 50/70 bitumen. Foamed binder with surface-active agent displays similar tendencies to those of unfoamed binder. The obtained effect may be associated with the fact that surface-active agent may provide temperature elasticity of the asphalt binder and may improve its capacity for stress relaxation to some degree.

Based on the relationships obtained for creep stiffness  $S_m$  and creep slope  $m$ -value, critical temperatures of binders before and after foaming were determined in accordance with ASTM D7643-16, taking into account:

- the stiffness criterion ( $S_{60} = 300$  MPa),
- the  $m$ -value criterion ( $m_{60} = 0.3$ ).

The obtained critical temperatures are shown in Fig. 8.

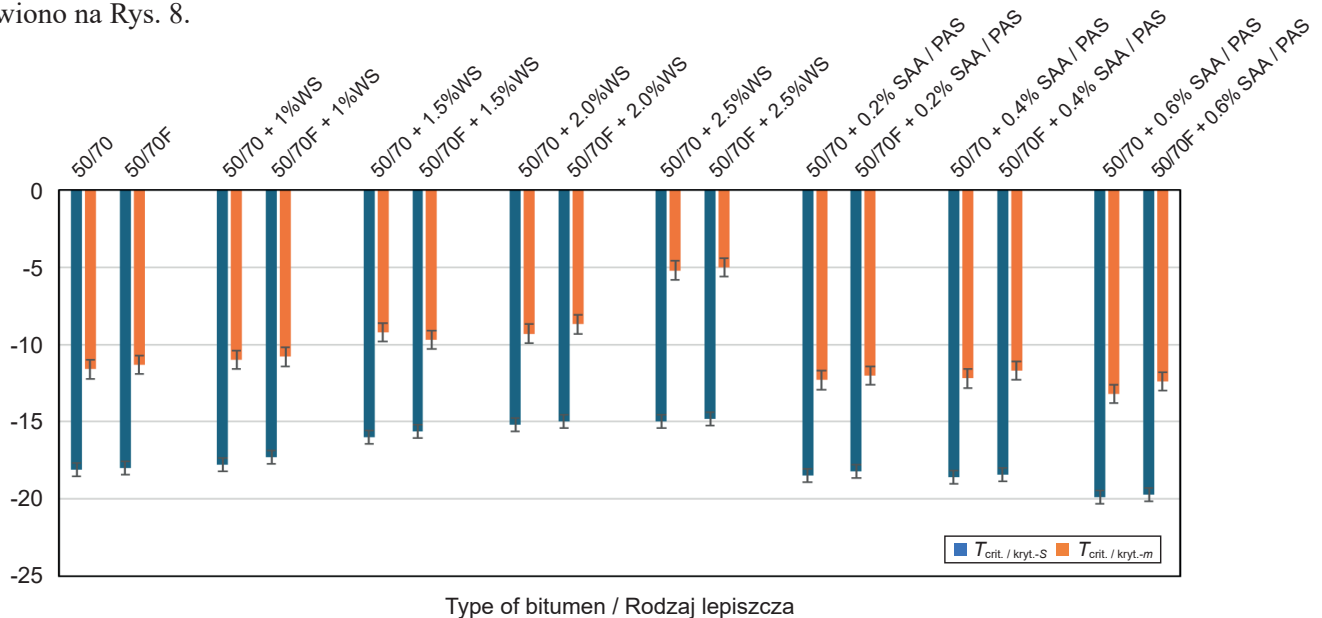


Fig. 8. Critical temperatures of the tested binders before and after foaming  
Rys. 8. Temperatury krytyczne badanych lepiszczy przed i po spienieniu

Na podstawie analizy wyników badań przedstawionych na Rys. 8 można stwierdzić, że temperatury krytyczne lepiszczy z dodatkiem wosku syntetycznego  $WS_{LC}$  są większe niż dla lepiszcza niepoddanego modyfikacji. Efekt ten najprawdopodobniej wywołany jest oddziaływaniem wosku syntetycznego na strukturę lepiszcza [39]. Natomiast zastosowanie środka powierzchniowo czynnego PAS wpływa korzystnie na obniżenie temperatur krytycznych dla danego rodzaju lepiszcza. Już przy zawartości 0,2% PAS w lepiszczu (przed i po spienianiu) jego temperatury krytyczne są bardziej korzystne niż dla asfaltu 50/70. Wraz ze wzrostem ilości PAS następuje utrwalenie tej tendencji. Po procesie spieniania obserwuje się podobną tendencję oddziaływania wosku syntetycznego i środka powierzchniowo czynnego na temperaturę krytyczną lepiszcza jak przed spienianiem.

#### 4. WNIOSKI

Na podstawie wykonanych badań wpływu dodatku wosku syntetycznego  $WS_{LC}$  oraz środka powierzchniowo czynnego PAS na właściwości asfaltu 50/70 oraz jego charakterystyki niskotemperaturowe (przed i po spienieniu, z uwzględnieniem starzenia technologicznego RTFOT i eksploatacyjnego PAV) można sformułować następujące wnioski:

1. Wosk syntetyczny  $WS_{LC}$  bardziej intensywnie wpływa na poprawę wskaźnika ekspansji  $ER$  oraz czasu połowicznego rozpadu  $t_{1/2}$  asfaltu spienionego 50/70. Natomiast dodatek PAS nie odgrywa takiej znaczącej roli w procesie spieniania lepiszcza jak wosk syntetyczny.
2. Zastosowanie dodatku wosku syntetycznego  $WS_{LC}$  wpływa w sposób znaczący na penetrację w 25°C, temperaturę mięknięcia oraz temperaturę Fraassa asfaltu spienionego 50/70. Takie oddziaływanie wosku syntetycznego jest spowodowane najprawdopodobniej jego usztywniającą rolą w lepiszczu. Natomiast dodatek PAS wpływa w sposób mniej intensywny na analizowane charakterystyki asfaltu spienionego, przy czym jego oddziaływanie na temperaturę mięknięcia oraz Fraassa po spienieniu lepiszcza jest korzystniejsze niż wosku syntetycznego  $WS_{LC}$ .

Analysis of the results shown in Fig. 8 indicates that critical temperatures of binders with added synthetic wax are higher than those of unmodified neat bitumen. This effect is most probably caused by the influence of synthetic wax on the structure of the binder [39]. In contrast, addition of surface-active agent has an advantageous effect, as it decreases the critical temperatures. Even at the surface-active agent content of 0.2%, critical temperatures of the binder (both before and after foaming) are more advantageous than in the case of neat 50/70 bitumen. This tendency remains valid as the content of surface-active agent increases. The observed influence of synthetic wax and surface-active agent on critical temperatures of binders after foaming is similar to that observed before foaming.

#### 4. CONCLUSIONS

Based on the results of tests focused on the effect of the addition of synthetic wax  $WS_{LC}$  and surface-active agent SAA on the properties of 50/70 bitumen (before and after foaming, including the effect of short-term RTFOT aging and long-term PAV aging), the following conclusions may be formulated:

1. Synthetic wax  $WS_{LC}$  has a more pronounced advantageous effect on expansion ratio  $ER$  and half-life time  $t_{1/2}$  of foamed bitumen 50/70. Addition of surface-active agent does not play an equally important role in the foaming process.
2. Addition of synthetic wax  $WS_{LC}$  considerably affects penetration at 25°C, softening point and Fraass breaking point of foamed 50/70 bitumen. Such influence of synthetic wax is most probably associated with the stiffening effect it has on binder. While the influence of surface-active agent on the analyzed binder characteristics is less intensive, it has an advantageous effect on softening point and Fraass breaking point after foaming.
3. RTFOT and PAV aging results in deterioration of the analyzed characteristics of the 50/70 bitumen, tested both before and after foaming. While the tendencies of influence of synthetic wax and surface-active agent on penetration at 25°C, softening point and Fraass breaking point after aging remain the same as before aging, synthetic wax has a more advantageous effect than surface-active agent.



3. Starzenie RTFOT i PAV powoduje pogorszenie analizowanych charakterystyk asfaltu 50/70, badanych zarówno przed jak i po jego spienianiu. Tendencja oddziaływania dodatku wosku syntetycznego  $WS_{LC}$  i środka powierzchniowo czynnego PAS na penetrację w 25°C, temperaturę mięknięcia i Fraassa asfaltu 50/70 pozostaje taka sama jak przed starzeniem, przy czym wosk syntetyczny  $WS_{LC}$  oddziałuje bardziej korzystnie niż środek powierzchniowo czynny PAS.
4. Na podstawie analizy wpływu wosku syntetycznego  $WS_{LC}$  oraz PAS na analizowane właściwości asfaltu 50/70 przed i po spienieniu można wnioskować, że stosując oba dodatki razem w określonej zawartości można w odpowiedni sposób modelować charakterystyki spieniania lepiszczy oraz wpływać na ich właściwości po starzeniu technologicznym RTFOT i eksploatacyjnym PAV, jak również na charakterystyki niskotemperaturowe.
5. Wosk syntetyczny  $WS_{LC}$  wpływa w sposób niekorzystny na moduł sztywności  $S_m$  i szybkość pełzania  $m$  lepiszcza w zakresie temperatur badania (−16°C, −22°C, −30°C). Natomiast środek powierzchniowo czynny PAS wykazuje bardziej korzystną tendencję oddziaływania na analizowane charakterystyki niskotemperaturowe lepiszcza.
4. Analysis of the influence of synthetic wax and surface-active agent on the investigated properties of the 50/70 bitumen before and after foaming suggests that using the two additives in combination at adequate quantities may enable one to adjust the foaming parameters of bitumen and model its low-temperature characteristics as well as properties after short- and long-term aging.
5. Synthetic wax  $WS_{LC}$  has a disadvantageous effect on stiffness modulus  $S_m$  and creep slope  $m$ -value of the binder in the analyzed temperature range (−16°C, −22°C, −30°C). Influence of surface-active agent on the analyzed low-temperature characteristics displays more advantageous tendencies.

## ACKNOWLEDGEMENTS

Research works were financed under the program of the Polish National Center for Research and Development as part of the project LIDER XIII no. 0068/L-13/2022.

## INFORMACJE DODATKOWE

Prace badawcze zostały sfinansowane w ramach programu Narodowego Centrum Badań i Rozwoju podczas realizacji projektu LIDER XIII nr 0068/L-13/2022.

## BIBLIOGRAFIA / REFERENCES

- [1] Piłat J., Radziszewski P.: Nawierzchnie Asfaltowe. Wydawnictwa Komunikacji i Łączności, Warszawa, 2010
- [2] Stefańczyk B., Mieczkowski P.: Mieszanki Mineralno-Asfaltowe: Wykonawstwo i Badania. Wydawnictwa Komunikacji i Łączności, Warszawa, 2008
- [3] Silva H.M.R.D., Oliveira J.R.M., Peralta J., Zoorob S.E.: Optimization of warm mix asphalt using different blends of binders and synthetic paraffin wax contents. *Construction and Building Materials*, **24**, 9, 2010, 1621-1631, DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2010.02.030
- [4] Leng Z., Gamez A., Al-Qadi I.L.: Mechanical property characterization of warm-mix asphalt prepared with chemical additives. *Journal of Materials in Civil Engineering*, **26**, 2, 2014, 304-311, DOI: 10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0000810
- [5] Sanchez-Alonso E., Vega-Zamanillo A., Castro-Fresno D., DelRio-Prat M.: Evaluation of compactability and mechanical properties of bituminous mixes with warm additives. *Construction and Building Materials*, **25**, 2011, 2304-2311, DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2010.11.024
- [6] Zaumanis M., Mallick R.B., Frank R.: Use of Rejuvenators for Production of Sustainable High Content Rap Hot Mix Asphalt. In: *Proceedings of the 28th International Baltic Road Conference*, Vilnius, Lithuania, 26–28 August 2013, Baltic Road Association, Vilnius, 2013, 1–10
- [7] Malinowski S., Woszek A., Wróbel M., Kwaśniewska A., Gładyszewski G., Skultecke J., Vaitkus A., Franus W.: Anti-ageing and rheological performance of bitumen modified with polyaniline nanofibers. *Construction and Building Materials*, **437**, 2024, ID article: 136810, DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2024.136810

- [8] Iwański M., Chomicz-Kowalska A., Maciejewski K., Iwański M.M., Radziszewski P., Liphardt A., Król J.B., Sarnowski M., Kowalski K.J., Pokorski P.: Effects of Laboratory Ageing on the FTIR Measurements of Water-Foamed Bio-Fluxed Asphalt Binders. *Materials*, **16**, 2, 2023, ID article: 513, DOI: 10.3390/ma16020513
- [9] Nizamuddin S., Baloch H.A., Jamal M., Madapusi S., Giustozzi F.: Performance of waste plastic bio-oil as a rejuvenator for asphalt binder. *Science of The Total Environment*, **828**, 2022, ID article: 154489, DOI: 10.1016/j.scitotenv.2022.154489
- [10] Zhang Z., Fang Y., Yang J., Li X.: A comprehensive review of bio-oil, bio-binder and bio-asphalt materials: Their source, composition, preparation and performance. *Journal of Traffic and Transportation Engineering*, **9**, 2, 2022, 151-166, DOI: 10.1016/j.jtte.2022.01.003
- [11] Malinowski S., Wróbel M., Bandura L., Woszek A., Franus W.: Use of New Green Bitumen Modifier for Asphalt Mixtures Recycling. *Materials*, **15**, 17, 2022, ID article: 6070, DOI: 10.3390/ma15176070
- [12] Al-Omari A.A., Khedaywi T.S., Khasawneh M.A.: Laboratory characterization of asphalt binders modified with waste vegetable oil using SuperPave specifications. *International Journal of Pavement Research and Technology*, **11**, 1, 2018, 68–76, DOI: 10.1016/j.ijprt.2017.09.004
- [13] Lei Z., Bahia H., Yi-Qiu T.: Effect of bio-based and refined waste oil modifiers on low temperature performance of asphalt binders. *Construction and Building Materials*, **86**, 2015, 95–100, DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2015.03.106
- [14] Mainieri J.J.G., Singhvi P., Ozer H., Sharma B.K., Al-Qadi I.L.: Linear and nonlinear viscoelastic parameters of asphalt binders modified with softening agents. *Road Materials and Pavement Design*, **24**, 9, 2023, 2225-2244, DOI: 10.1080/14680629.2022.2131603
- [15] Rasman M., Hassan N.A., Hainin, M.R., Jaya R.P., Haryati Y., Shukry N.A.M., Abdullah M.E., Kamaruddin N.H.M.: Engineering properties of bitumen modified with bio-oil. *MATEC Web of Conferences*, **250**, 2018, ID article: 02003, DOI: 10.1051/mateconf/201825002003
- [16] Tian R., Luo H., Huang X., Zheng Y., Zhu L., Liu F.: Correlation Analysis between Mechanical Properties and Fractions Composition of Oil-Rejuvenated Asphalt. *Materials*, **15**, 5, 2022, ID article: 1889, DOI: 10.3390/ma15051889
- [17] Ochoa-Ambriz L., Pérez-Rea M.D.L.L., Hernández-Padrón G., Limón-Covarrubias P., Galaviz-González J.R., Avalos-Cueva D.: Rheological Evaluation of Softened Binders Blended with Aged Asphalt Selected with a High-Temperature Mixing Chart. *Materials*, **15**, 5, 2022, ID article: 1775, DOI: 10.3390/ma15051775
- [18] Jenkins K.J., de Groot J.L.A., Vande Ven M.F.C., Molenaar A.: Half-warm foamed bitumen treatment, a new process. *Proceedings of the 7th Conference on Asphalt Pavements for Southern Africa*, Victoria Falls, 1999, 27-32
- [19] Mallick R.B., Hendrix G.: Use of foamed asphalt in recycling incinerator ash for construction of stabilized base course. *Resources, Conservation and Recycling*, **42**, 3, 2004, 239–248, DOI: 10.1016/j.resconrec.2004.04.007
- [20] Iwański M., Mazurek G., Buczyński P., Iwański M.M.: Effects of hydraulic binder composition on the rheological characteristics of recycled mixtures with foamed bitumen for full depth reclamation, *Construction and Building Materials*, **330**, 2022, ID article 127274, DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2022.127274
- [21] Wirtgen Cold Recycling Technology, Wirtgen GmbH, Windhagen, 2012
- [22] Saleh M.: Characterization of foam bitumen quality and the mechanical properties of foam stabilized mixes. *10th International Conference on Asphalt Pavements (ICAP 2006)*, Quebec City, 2006
- [23] Iwański M., Mazurek G., Chomicz-Kowalska A., Buczyński P., Cholewińska M., Iwański M.M., Maciejewski K., Ramiączek P.: Influence of mixed hydraulic binder on the properties of recycled asphalt mixtures with foamed bitumen. *Roads and Bridges – Drogi i Mosty*, **22**, 1, 2023, 81-110, DOI: 10.7409/rabdim.023.005
- [24] Mazurek G., Buczyński P., Iwański M., Horodecka R.: Influence of a three-component hydraulic binder on the properties of recycled base course with foamed bitumen and bituminous emulsion: a field investigation. *Roads and Bridges – Drogi i Mosty*, **21**, 4, 2022, DOI: 10.7409/rabdim.022.018
- [25] Vaitkus A., Čygas D., Laurinavičius A., Perveneckas Z.: Analysis and Evaluation of Possibilities for The Use of Warm Mix Asphalt in Lithuania. *The Baltic Journal of Road and Bridge Engineering*, **4**, 2, 2009, 280-86, DOI: 10.3846/1822-427X.2009.4.80-86
- [26] Van De Ven M.F.C., Jenkins K.J., Voskuilen J.L.M., Van De Beemt R.: Development of (half-) warm foamed bitumen mixes. *International Journal of Pavement Engineering*, **8**, 2, 2007, 163-175, DOI: 10.1080/10298430601149635
- [27] Jenkins K.J.: Mix Design Considerations for Cold and Half-Warm Bituminous Mixes with Emphasis on Foamed Bitumen. Ph.D Thesis, Department of Civil Engineering, Faculty of Engineering, University of Stellenbosch, Stellenbosch, South Africa, 2000
- [28] Pilat J., Król J., Błażewski K., Kowalski K., Sarnowski M.: Badania sztywności pełzania asfaltów w reometrze zginańnej belki (BBR). *Drogownictwo*, **65**, 3, 2010, 75-80

- [29] Cheraghian G., Cannone Falchetto A., You Z., Chen S., Kim Y.S., Westerhoff J., Moon K.H., Wistuba M.P.: Warm mix asphalt technology: An up to date review, *Journal of Cleaner Production*, **268**, 2020, 122128, DOI: 10.1016/j.jclepro.2020.122128
- [30] Nithinchay J., Dhandapani B.P., Mullapudi R.S.: Application of warm mix technology – design and performance characteristics: Review and way forward. *Construction and Building Materials*, **414**, 2024, 134915, DOI: 10.1016/j.conbuildmat.2024.134915
- [31] Mrugala J., Iwański M.: Resistance to permanent deformation of asphalt concrete with F-T wax modified foamed bitumen. *Procedia Engineering*, **108**, 2015, 459-466, DOI: 10.1016/j.proeng.2015.06.171
- [32] Mohd Hasan M.R., Guo T., Wang H., Mohamed Jaafar Z.F., You Z.: Experimental assessments of methanol-based foaming agent in latex modified foamed binders and warm asphalt mixtures, *Journal of Road Engineering*, **2**, 1, 2022, 84–97, DOI: 10.1016/j.jreng.2022.03.002
- [33] Iwański M., Chomicz-Kowalska A., Maciejewski K., Iwański M.M., Radziszewski P., Liphardt A., Król J.B., Sarnowski M., Kowalski K.J., Pokorski P.: Warm mix asphalt binder utilizing water-foaming and fluxing using bio-derived agent. *Materials*, **15**, 24, 2022, ID article: 8873, DOI: 10.3390/ma15248873
- [34] Iwański M.M., Chomicz-Kowalska A., Maciejewski K.: Effect of Surface Active Agent (SAA) on 50/70 Bitumen Foaming Characteristics. *Materials*, **12**, 21, 2019, ID article: 3514, DOI: 10.3390/ma12213514
- [35] SASOBIT LC Lower-carbon asphalt additive. Sasol Chemicals Performance Solutions, Hamburg, Germany, <https://sasobit.com/en/sasobit-lc>, available: 15.09.2024
- [36] Środek adhezyjny do asfaltów drogowych WETFIX BE. <https://www.izbudujemy.pl/produkty/18048/Srodek-adhezyjny-do-asfaltow-drogowych-WETFIX-BE>, available: 15.09.2024
- [37] Montgomery D.C.: Design and analysis of experiments (Eighth edition). John Wiley & Sons, 2013
- [38] Lazić Ž.R.: Design of experiments in chemical engineering: a practical guide. Wiley-VCH, Weinheim, 2004
- [39] Iwański M., Mazurek G.: Structuring role of F-T synthetic wax in bitumen. *Bulletin of the Polish Academy of Sciences: Technical Science*. **62**, 3, 2014, 525-534, DOI: 10.2478/bpasts-2014-0057