

Procedura badawcza – Badanie zmęczenia lepkości asfaltowego w reometrze DSR

Przygotowanie reometru

Uwaga: procedura została opracowana w laboratorium Nynas, Antwerpia, stosując reometr dynamicznego ścinania Paar Physica MCR 500, w przypadku zastosowania innych reometrów DSR pewne poprawki mogą być potrzebne lub przydatne

Badanie zmęczenia lepkości wykonuje się wyłącznie z zastosowaniem płytek o średnicy 8 mm oraz, oprócz kilku wyjątków, ze szczeliną między nimi 2 mm.

Ustawienie zerowej szczeliny między płytkami następuje w temperaturze badania zmęczenia. Z doświadczeń wynika, że temperatura ta powinna być wystarczająco niska ze względu na warunki badania.

Przygotowanie i umieszczenie próbki

W przypadku geometrii 8 mm wskazane jest przygotowanie próbek w silikonowych formach (czasami formy są nieco większe od wymaganych i mają wymiary 8,5 i 2,5 mm).

Po pierwsze próbka zostaje zhomogenizowana w suszarce. Dla asfaltów zwykłych temperatura 160°C będzie wystarczająca, dla asfaltów modyfikowanych zaleca się 180°C. Czas rozgrzewania jest ograniczony w zależności od wielkości próbki, dla 0,5 litrowej puszkii 1,5 godziny jest dostateczny, dla próbki 100 ml 0,5 godziny. Próbkii powinny zostać wymieszane przed umieszczeniem w formie (w tym wypadku próbkę należy mieszać ręcznie).

Po wymieszanii próbki wlewa się ją do formy. Formy należy pozostawić w temperaturze pokojowej (18-24°C) do czasu ostudzenia próbki.

Próbkę umieszcza się w reometrze w ciągu 60 min po uformowaniu. Temperatura płytek reometru podczas umieszczania próbki powinna być wystarczająco wysoka, żeby zapewnić dobrą przyczepność lepkości do płytek, w tym wypadku zalecana temperatura to 60°C dla asfaltów zwykłych i modyfikowanych. W każdym wypadku próbka powinna być wystarczająco płynna, aby mieć dobrą przyczepność do obu płytek. Szczelinę (wysokość próbki) zmniejsza się do 2,05mm. Wszystkie czynności powinny być skończone w ciągu 10 min. Jeżeli możliwy jest pomiar naprężenia normalnego, to należy je sprawdzić.

Próbka jest chłodzona do temperatury badania z gradientem 2°C/min. Następnie próbka jest przycinana gorącą szpatułką (usuwany jest nadmiar próbki poza płytkami reometru). Szczelinę (wysokość próbki) zmniejsza się do dokładnie 2 mm.

Badanie zmęczenia

Badanie wstępne

Przed właściwym badaniem zmęczenia próbka powinna być poddana badaniu wstępnemu, którego celem jest sprawdzenie poprawności przygotowania i umieszczenia próbki oraz przejścia przez pierwszą fazę zmęczenia materiału, w

której następuje wzrost temperatury. W badaniu wstępnym próbka w temperaturze właściwego badania zmęczenia poddana jest obciążeniu z możliwie małą częstotliwością i odkształceniem w ciągu 30 min, z pomiarem modułu co 3 minuty.

Podczas badania wstępnego należy rejestrować historię termiczną (zmiany temperatury) oraz moduł i kąt przesunięcia fazowego.

Tryb badania

Wymaganym (zalecanym) trybem badania jest tryb kontrolowanego odkształcenia. Jednakże, jeżeli laboratorium może wykonać badanie z kontrolowanym naprężeniem, to zaleca się wykonanie badania w obu trybach (z przyczyn praktycznych, jeżeli próbka „pęknie” w trybie kontrolowanego naprężenia i badania się nie zakończy, to może to uszkodzić reometr, jeżeli to się stanie w trybie kontrolowanego odkształcenia, to zastosowane naprężenie zmniejsza się odpowiednio w trakcie badania i nie występuje ryzyko uszkodzenia reometru).

Częstotliwość

Zalecana jest wysoka częstotliwość, zwykle 10 Hz, ponieważ w tym samym czasie badania liczba cykli obciążenia jest większa.

Poziom odkształcenia

Zaleca się wykonanie badania z trzema poziomami odkształcenia, najwyższy poziom odkształcenia wynosi 0,015 – 0,02, pośredni poziom odkształcenia wynosi 0,008, najniższy poziom odkształcenia wynosi 0,006 – 0,004. Właściwy poziom zależy od trwałości zmęczeniowej próbki. Czas jednego badania nie powinien przekraczać 1,5 dnia (w wypadku próbek nowych materiałów mogą być potrzebne badania próbne).

Zaleca się, aby badanie zmęczenia było wykonywane do chwili, gdy moduł sztywności lepiszczu wyniesie 20% wartości początkowej. Z powodu różnic w zachowaniu zmęczeniowym asfaltów zwykłych i modyfikowanych zalecane jest uzyskanie wyników badań, które pozwolą na analizę wyników metodą konwencjonalną oraz metodą energii rozproszonej.

Zalecane są trzy powtórzenia przy każdym poziomie odkształcenia.

Temperatura badania

Zaleca się wykonanie testu w temperaturze, w której wartość $G \cdot \sin \delta$ w 10Hz mieści się w przedziale 30 – 60 MPa (uważa się, że przy małej sztywności lepiszczu może być obserwowany efekt krawędziowy – odspojenie krawędzi badanej próbki od płytek reometru, a przy dużej sztywności efekt podatności aparatu – zbyt małej sztywności reometru w stosunku do sztywności badanej próbki).

W przeprowadzonym badaniu międzylaboratoryjnym powinny być zastosowane następujące warunki:

Temperatura 10°C

Częstotliwość 10Hz

Poziom odkształcenia (dla wszystkich lepiszczu)

- 0,025 jako najwyższy
- 0,018 jako średni
- 0,008 jako najniższy.

Uwaga: należy zwrócić uwagę na poziom odkształcenia, ponieważ niektóre reometry nie rejestrują maksymalnego odkształcenia, lecz odkształcenie w 0,75 maksimum promienia. W tym wypadku zalecany poziom odkształcenia jest nieco inny: 0,0188, 0,0135, 0,006.