

České vysoké učení technické v Praze
Fakulta stavební

Studentská vědecká odborná činnost
Akademický rok 2011/2012

POROVNÁNÍ METOD VYUŽITELNÝCH PRO
STANOVENÍ DYNAMICKÉ VISKOZITY
ASFALTOVÝCH POJIV

Jméno a příjmení studenta, ročník, obor: Kristýna Miláčková, 1.ročník magisterského st., K
Vedoucí práce: Ing. Jan Valentin, Ph.D.
Katedra: Silniční stavby K136



ABSTRAKT

Cílem této práce je seznámení s problematikou v oblasti dynamické viskozity asfaltových pojiv a především porovnání dvou vybraných metod jejího měření. Úvodní teoretická část práce se věnuje podstatě viskózního chování, možnostem měření a jejímu praktickému využití. Praktická část práce se zabývá popisem vybraných metod měření dynamické viskozity, jejich vzájemnému porovnání a stanovení závislosti. V rámci získaných výsledků byla provedena také další vyhodnocení, a to porovnání z hlediska stárnutí a vlivu vybraných aditiv na viskozitu asfaltových pojiv.

Klíčová slova: asfaltové pojivo, dynamická viskozita, komplexní smykový modul, dynamický smykový reometr (DSR), rotační viskozimetr

ABSTRACT

The goal of this thesis is to introduce the problem of dynamic viscosity of asphalt binder and to compare two selected methods dealing with measurement of dynamic viscosity. The introduction of the theoretical part of this thesis deals with the nature of viscosity behavior, possibilities of mensuration and its practical use. The practical part of this thesis deals with description of the selected methods for measuring the dynamic viscosity, their mutual comparison and determination of their dependence. Comparisons of aging and impact of selected additives on viscosity of asphalt binder were evaluated from observed results.

Keywords: bituminous binders, dynamic viscosity, complex shear modulus, dynamic shear reometr (DSR), rotation viscosimetr



OBSAH

ABSTRAKT	2
1. ÚVOD.....	4
2. VISKOZITA ASFALTOVÝCH POJIV	5
2.1 Chování asfaltových pojiv.....	5
2.2 Fyzikální podstata viskozity	5
2.3 Měřicí přístroje	6
2.3.1 Rotační viskozimetr.....	6
2.3.2 Dynamický smykový reometr	6
2.4 Grafické vyjádření viskozity	7
2.5 Stanovení dynamické viskozity dle ČSN EN 13302	7
3. PRAKTICKÉ VYUŽITÍ METOD MĚŘENÍ VISKOZITY U ASFALTOVÝCH POJIV	9
4. VLASTNÍ MĚŘENÍ	10
4.1 Rotační viskozimetr.....	10
4.2 Dynamický smykový reometr	11
4.3 Porovnání dynamické viskozity z hlediska stupně stárnutí.....	12
4.4.Porovnání vlivu aditiv na viskozitu asfaltových pojiv	12
4.5 Porovnání obou sledovaných metod měření viskozity	14
5. ZÁVĚR	16
LITERATURA A SEZNAMY	17



1. ÚVOD

Reologické chování a vymezení odpovídajících funkčních vlastností patří beze sporu mezi důležité charakteristiky asfaltových pojiv a směsí. Důvodem je typický viskoelastický charakter tohoto materiálu. Vědecká disciplína analýzy a popisu reologických vlastností je v oblasti studia a specifikace asfaltových pojiv a směsí jedna z nejmladších. Její počátky jsou spojeny s postupným zaváděním experimentálních postupů zaměřených na vymezení deformačního chování pomocí různých modulů, jakož i s metodami a analýzou únavového chování. Masivnější rozšíření praktického využívání funkčních charakteristik založených na sledování reologických zákonitostí je spojeno s americkým výzkumným programem SHRP (Strategic Highway Research Program) z přelomu osmdesátých a devadesátých let minulého století, během kterého byla navržena většina dnes používaných zkoušek a příslušných přístrojů.

Reologie popisuje asfaltová pojiva na základě proměnných vlivů a změn chování v důsledku teploty, velikosti a intenzity zatížení a stárnutí materiálu v závislosti na čase. Usnadňuje pochopení a vymezení užitečného chování založeného na funkčních vlastnostech. Viskozita asfaltového pojiva, která byla zvolena pro prezentaci části experimentálních měření prováděných v rámci zpracování diplomové práce, popisuje kromě kvality zpracovatelnosti také odolnost asfaltového pojiva a směsi proti trvalým deformacím. V této problematice nicméně hraje minimálně stejně důležitou úlohu křivka zrnitosti vlastní asfaltové směsi, jakož i množství a typ použitého asfaltového pojiva. Jelikož asfaltová pojiva se chovají pružně i viskózně, je potřeba popsat jejich chování v závislosti na teplotě, což reprezentuje vhodně dynamická viskozita nebo charakteristiky založené na komplexním smykovém modulu.

Ačkoli jsou prováděna i další měření, zejména se zaměřením na deformační chování asfaltového pojiva ve zvoleném intervalu teplot, je tato práce zaměřena pouze na dynamickou viskozitu asfaltových pojiv a porovnání metod jejího měření s využitím rotačního viskozimetru a dynamického smykového reometru pomocí dnes nejčastěji používané geometrie pro asfaltová pojiva „destička – destička“. Pro vlastní experimentální činnost byla použita asfaltová silniční pojiva 50/70 a 70/100 v souladu s ČSN EN 12591, jejich různé modifikace pro vybrané účely (zejména s ohledem k viskozitě použití přísad pro výrobu tzv. nízkoviskózních asfaltových pojiv) a rozdílná stadia stárnutí s využitím standardních metod dnes zavedených v praxi. Cílem je porovnání obou zvolených metod stanovení dynamické viskozity, určení vztahu mezi nimi a popsání charakteru viskózního chování vybraných asfaltových pojiv v závislosti na stádiu stárnutí a použitého aditiva.

2. VISKOZITA ASFALTOVÝCH POJIV

2.1 Chování asfaltových pojiv

Asfaltová pojiva jsou charakteristická chováním, které je závislé na teplotě a velikosti zatížení. Řadí se tak mezi viskoelastické látky. U těchto pojiv platí princip tzv. superpozice, tedy matematicko-fyzikální vzájemná ekvivalence času a teploty. Chování se na základě uvedeného charakteru asfaltového pojiva dělí do tří skupin podle působící teploty:

- 1) při vysokých teplotách (či trvalém zatížení) se asfaltové pojivo chová jako viskózní kapalina a určující funkci ve směsi zajišťuje vždy kamenivo a především navržená kostra, která je určena křivkou zrnitosti;
- 2) při nízkých teplotách (či opakujícím se zatížení) se asfaltové pojivo chová pružně, ovšem jen do překročení meze únosnosti, která se projevuje tvorbou smršťovacích trhlin;
- 3) při středních teplotách se chování, které lze považovat za nejčastější stav, pohybuje mezi výše popsanými extrémy.

2.2 Fyzikální podstata viskozity

Dynamická viskozita je definována, jako poměr mezi smykovým napětím τ a smykovým stupněm (stříhovým spádem) $\dot{\gamma}$ v klasické mechanice kapalin, která vychází prvořadně z Newtonovské teorie kapalin:

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} [Pa \cdot s]$$

Kdy základní vztah vychází z Newtonova zákona:

$$\tau = \eta \times \frac{dv}{dy}$$

$$\frac{dv}{dy} \dots \text{rychlost smykové deformace}$$

$$\eta \dots \text{dynamická viskozita}$$

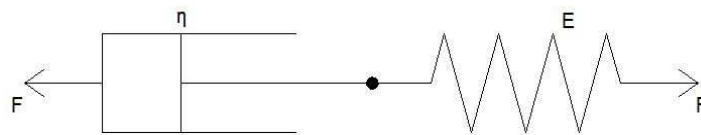
Viskozita vyjadřuje vlastnosti kapalné nebo plynné látky, u kterých se snažíme vymezit nevratné změny tvaru či objemu vlivem působení vnější síly. Mezi dynamickou viskozitou η a kinematickou viskozitou ν existuje vztah závislý na hustotě látky ρ :

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} [mm^2/s]$$

Pro praktické využití jsou důležité také další faktory jako materiálové vlastnosti, teplota, čas a stříhová rychlost. Současně je také důležité, zda bylo teploty, při níž je viskozita určována, dosaženo od nižší nebo od vyšší teploty. Typ přechodu, jak prokázal v minulosti již ARAND, má poměrně důležitý vliv na zjištěné charakteristiky viskozity. Dynamická i kinematická viskozita se určuje pomocí nejrůznějších typů viskozimetrů založených na rozdílných principech a geometriích měření. V případě asfaltových pojiv se přitom nejčastěji uplatňují rotační vřetenové viskozimetry.



Dynamická viskozita je konstantní látkový parametr, který udává poměr tečného napětí u newtonovských kapalin. U kapalin neneutonských se zavádí zdánlivá viskozita a již není konstantou, nýbrž proměnou závislou na smykovém napětí $\eta_a = \frac{\tau}{\dot{\gamma}}$. U viskoelastických látek, na rozdíl od látek viskózních, závisí napětí na celém předchozím průběhu deformace. Typické pro jejich chování je, že po skončení toku nedosáhne okamžitě nulového tečného napětí, ale je patrné postupné snižování tohoto napětí, což se například projevuje i možností stanovit tzv. viskozitu při nulovém stříhovém spádu. Viskoelastickou látku v případě asfaltového pojiva z hlediska modelování a popisu reologického chování v této souvislosti nejčastěji nahrazuje Maxwellovým reologickým modelem, který je založen na sériovém řazení Hookovy pružiny (průžná látka) a Newtonova pístu (viskózní kapalina).



Obrázek 1: Maxwellův model

2.3 Měřicí přístroje

Pro měření viskozity tekutin se používají různé druhy viskozimetrů, ovšem jen některé jsou vhodné pro použití asfaltových pojiv. Nejpřesnější je kapilární viskozimetr, který je ovšem vhodný pouze pro čiré Newtonské látky. Pro měření viskozity asfaltových pojiv se nejčastěji používá rotační viskozimetr nebo dynamický smykový reometr. Nejrozšířenější je pak Brookfieldův viskozimetr, který využívá pro měření vřeteno, jež je ponořeno do vytemperovaného vzorku. Pro měření při nízkých rychlostech smykových deformací (10^{-2} až 10^2 s⁻¹) je vhodný rotační viskozimetr. Naopak pro měření v rozmezí středních až vysokých rychlostí smykových deformací je vhodné použít viskozimetr kapilární.

2.3.1 Rotační viskozimetr

Tyto měřicí přístroje jsou založeny na relativním měření s možností kontroly napětí nebo smykové rychlosti. Přímou lze měřit úhlovou rychlost, počet otáček za čas a odpor kapaliny proti smykovému namáhání.

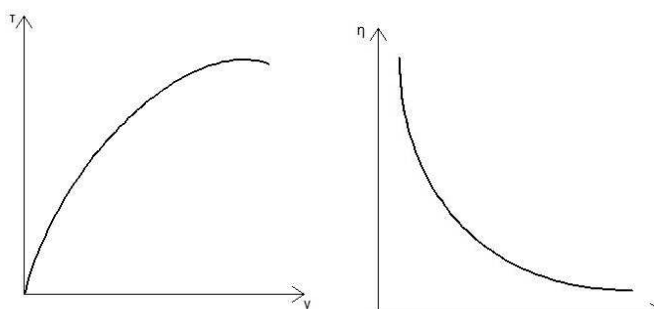
2.3.2 Dynamický smykový reometr

Dynamický smykový reometr (dále DSR) se používá pro přetvárné a únavové charakteristiky složitější látek, u kterých je důležité sledovat reologické změny (plasty, polymery, barvy, pasty apod.). V případě asfaltových pojiv se v minulosti měření dynamické viskozity prováděla nejprve s využitím geometrie CP40, tzn. destička-kužel s průměrem 40 mm. Pohyblivý kužel byl ve své špičce umístěn cca 1 mm nad pevnou destičkou a vnesenou rotací se prováděla měření viskozity

vzorku mezi oběma prvky. V současnosti se měření provádí pomocí pevné a oscilující destičky, mezi kterými je umístěn vzorek. Tato geometrie je dnes standardně zavedena pro sledování komplexního modulu tuhosti a poddajnosti materiálu. Vzdálenost destiček a jejich průměr je dán podle stádia stárnutí vzorku. Pro nezestárlé a krátkodobě zestárlé vzorky je mezera vždy 1 mm a pro dlouhodobě zestárlá pojiva potom 2 mm. Stejně tak se volí rozměr destiček, které v prvním případě mají průměr 25 mm a v druhém 8 mm. V tomto případě je vzorek namáhán oscilací, nicméně geometrie destička destička umožňuje i rotační pohyb, v obou případech navíc v modu s řízenou deformací nebo s řízeným napětím. Zatížení rotací odpovídá harmonicky proměnné (sinusové) funkci namáhání, která nejlépe a nejvěrohodněji odpovídá simulaci zatížení ve vozovce od jedoucích vozidel. Zvolenou frekvencí lze ovlivnit, zda se jedná o přejezdy rychleji nebo pomaleji jedoucích vozidel.

2.4 Grafické vyjádření viskozity

Viskozita se vyjadřuje graficky základními dvěma křivkami, které jsou: *Toková křivka* znázorňuje závislost napětí na smyku. *Viskózní křivka* vyjadřuje závislost viskozity na smyku. Viskozitu znázorňuje na základě výpočtu.



Obrázek 2: toková křivka (vlevo), viskózní křivka (vpravo)

2.5 Stanovení dynamické viskozity dle ČSN EN 13302

Podstatou měření dynamické viskozity je v podstatě získání míry odporu vzorku proti vnesenému napětí při zvolené úhlové rychlosti. Na vzorek v tomto případě působí definované torzní napětí. Získáme tak relativní odpor vřeteně k otáčení. Pro získání reprezentativních výsledků je u asfaltových pojiv vždy nezbytné provést měření při různých zkušebních teplotách. Tato podmínka je klíčová především u polymery modifikovaných asfaltových pojiv nebo v případech, kdy asfaltová pojiva jsou zlepšena či upravena různými přísadami. U silničních pojiv lze v souladu s poznatky a doporučeními amerického programu SHRP provést měření pro teplotu 135°C, která se považuje jako vhodný reprezentant pro určení úrovně zpracovatelnosti daného vzorku.

Norma předepisuje jako měřicí zařízení rotační vřetenový viskozimetr a udává rozmezí pro smykovou rychlost (1 až 10^4 s⁻¹) a dynamickou viskozitu (10^{-2}



až 10^3 Pas) při teplotách v rozsahu od 40°C do 200°C. Zařízení k regulaci teploty musí být schopno ji regulovat s přesností $\pm 0,5^\circ\text{C}$.

Tabulka 1: typické zkušební teploty pro jednotlivé typy asfaltových pojiv

pojivo	emulze	ředěné a fluxované	nemodifikované	polymery modifikované
typická zkušební teplota	40°C	60 až 90°C	90 až 180°C	90 až 180°C

Postup zkoušky se pro jednotlivé typy asfaltových pojiv mírně liší. Pro modifikovaná a nemodifikovaná asfaltová pojiva je dán následovný. Nejprve se připraví analytický vzorek pojiva, který se umístí do sušárny, s ohledem k zamezení nadměrné oxidace se zakryje a zahřívá se nejdéle 105 min. Zkušební zařízení se předejde na požadovanou teplotu, nekalibruje se a provede se vyrovnání. Účelné je použití speciálního boxu pro ohřev a temperaci vzorků, což je typické pro viskozimetry Brookfield, které z tohoto důvodu jsou v současnosti preferovaným zkušebním zařízením tohoto typu pro asfaltová pojiva. Stejně tak je potřeba předejít i měřící vřeteno. Následně se provede samotné měření a výsledná dynamická viskozita se vyjádří jako aritmetický průměr ze dvou měření.

3. PRAKTICKÉ VYUŽITÍ METOD MĚŘENÍ VISKOZITY U ASFALTOVÝCH POJIV

Interpretace reologických vlastností asfaltových pojiv je poměrně složitá a závislá na vhodném výběru matematického modelu. V celkovém měřítku problematiky asfaltových směsí je přímý užitek reologických měření dosud poměrně malý, přesto lze jeho pomocí předpovědět určité fenomény chování.

Základní využití je zaměřeno na *zpracovatelnost* materiálu, do čehož spadá jak čerpání tak i míchání materiálu a je proto potřeba zajistit dostatečně tekutý (dostatečně viskózní) charakter asfaltového pojiva. Aby se tyto podmínky daly zajistit, je potřeba získat údaje o vhodných teplotách, při kterých jsou možné míchání, výroba, pokládka a následně i hutnění asfaltové směsi. O to důležitější je stanovení teplot u modifikovaných asfaltových pojiv.

Odolnost asfalt proti vzniku trvalých deformací lze částečně ověřit i na reologických vlastnostech asfaltových pojiv. Stále jsou rozpory, zda je lepší popis trvalých deformací postavit na viskozitě nebo komplexním modulu. Nicméně je známo, že trvalé deformace jsou způsobeny postupnými přejezdy náprav a rozhodující tak je protažení, které zůstává i po odstranění zátěže.

Viskozita sice umožňuje popis odolnosti asfaltu proti trvalým deformacím, ovšem stejně tak problematiku trvalých deformací ovlivňují i další parametry jako čára zrnitosti, mezerovitost, množství pojiva a míra zhutnění asfaltové směsi. Tendence k vzniku a šíření trvalých deformací (známé jako vyjeté koleje) je úzce spjatá i se směrnici (tečnou) křivky viskozity, jelikož ta ovlivňuje křivku dotvarování asfaltové směsi. Stejně tak je prokázána i závislost komplexního smykového modulu pojiva a komplexního dynamického modulu asfaltové směsi.

4. VLASTNÍ MĚŘENÍ

Měření viskozity bylo provedeno na rotačním viskozimetru Brookfield a na dynamickém smykovém reometru ThermoHaake s hlavním cílem porovnat obě metody.

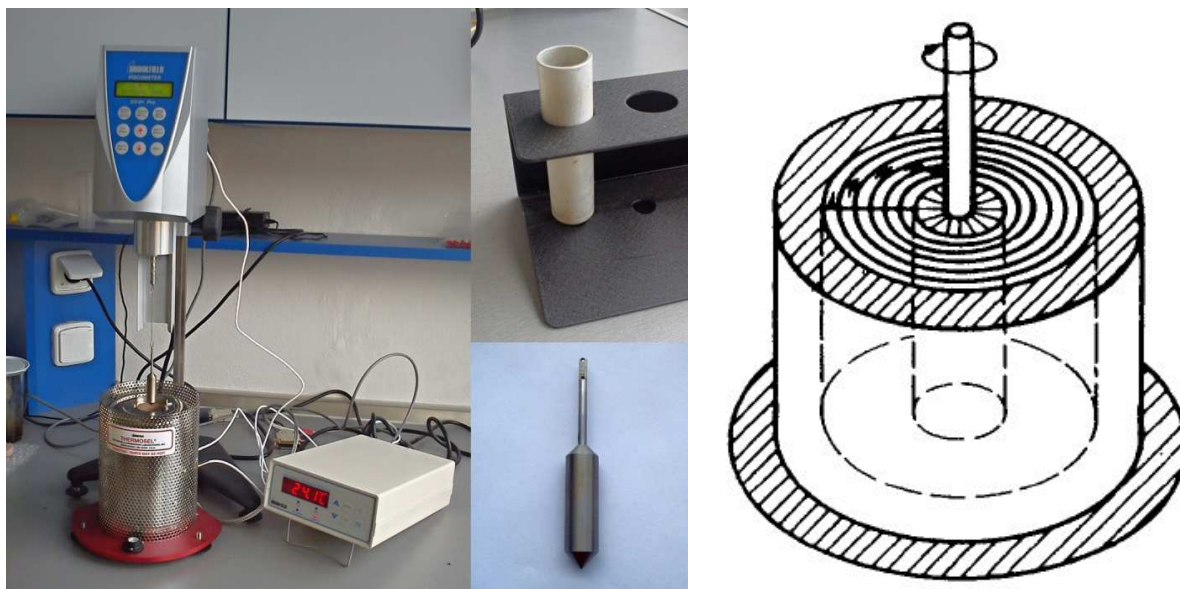
4.1 Rotační viskozimetr

Byl použit přístroj od společnosti *Brookfield DV-II+Pro* pro měření viskozity kapaliny při daných deformačních parametrech. Současně byl použit software *Rheocalc* pro sběr s dat a jejich analýzu.

Přístroj je postaven na principu rotace vřetena ponořeného do vzorku za pomoci kalibrované pružiny. Viskózní vlastnosti kapaliny se měří stupněm reflexe pružiny, která se měří rotačním převodníkem. Obecně lze říci, že čím je kroucí moment pružiny větší, tím větší je i rozsah měření. Dynamická viskozita je udávána v mPas, smykové napětí v N/m^2 , deformační gradient v s^{-1} a kroucí moment je vyjádřen v procentech. Použité vřeteno má označení SC4-27.

Měření dynamické viskozity bylo provedeno na vzorcích asfaltového pojiva 50/70 a 70/100 s různými aditivami a různými stupni stárnutí.

Podmínky zkoušky byly nastaveny v teplotním intervalu od 100°C do 160°C s krokem změny teploty po 10°C . Současně bylo měření provedeno pro tři zvolené smykové spády a to $0,1 \text{ s}^{-1}$; 1 s^{-1} a 10 s^{-1} . Pro smykový spád 10 s^{-1} byla viskozita měřena v upraveném teplotním intervalu $130\text{-}160^\circ\text{C}$ a to z důvodu zajištění měřitelné oblasti, která odpovídala možnostem použitého vřetene a rozsahu měření viskozimetru.



Obrázek 3: viskozimetr, nádobka na vzorek a vřeteno (vlevo), princip namáhání vzorku na viskozimetru (vpravo)

4.2 Dynamický smykový reometr

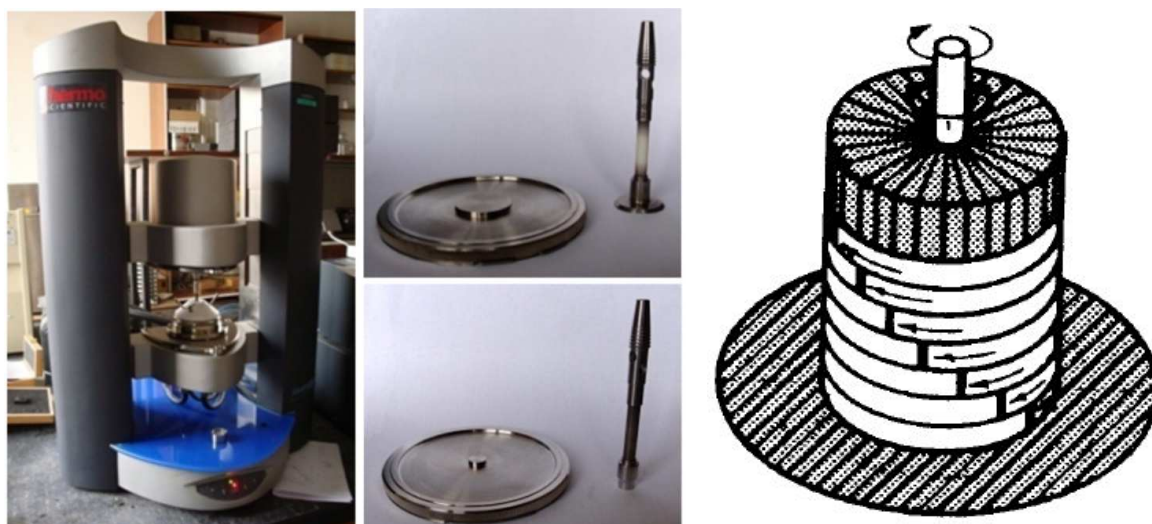
Byl použit přístroj od výrobce ThermoHaake s označením *Mars II*.

Měřicí systém dynamického smykového reometru je založen na dvou oscilujících destičkách, mezi kterými je rovnoměrně umístěn vzorek. Působením pevného točivého momentu se destičky pohybují. Rotace ovšem není konstantní, ale odpovídá harmonicky proměnné (sinusové) funkci namáhání.

Měření dynamické viskozity na dynamickém smykovém reometru bylo také provedeno na vzorcích asfaltového pojiva 50/70 a 70/100 s různými aditivami a různými stupni stárnutí.

Podmínky zkoušky byly nastaveny v teplotním intervalu od 90°C do 135°C s krokem po 10 až 15°C. Současně bylo měření provedeno pro dva smykové spády a to 0,1s⁻¹ a 1s⁻¹.

Na přístroji byly přednastaveny měřicí podmínky pomocí smykového spádu a teplotního rozsahu.



Obrázek 4: dynamický smykový reometr DSR (vlevo), princip namáhání vzorku na dynamickém smykovém reometru (vpravo)

Kromě dynamické viskozity lze zkouškou na DSR získat také hodnoty komplexního smykového modulu G^* , za který je označován podíl maximálních hodnot smykového napětí a relativního smykového přetvoření. Veličina G^* je mírou celkové odolnosti materiálu proti přetvoření. Skládá se z elastické složky (reálné) a viskózní složky (ztrátová).



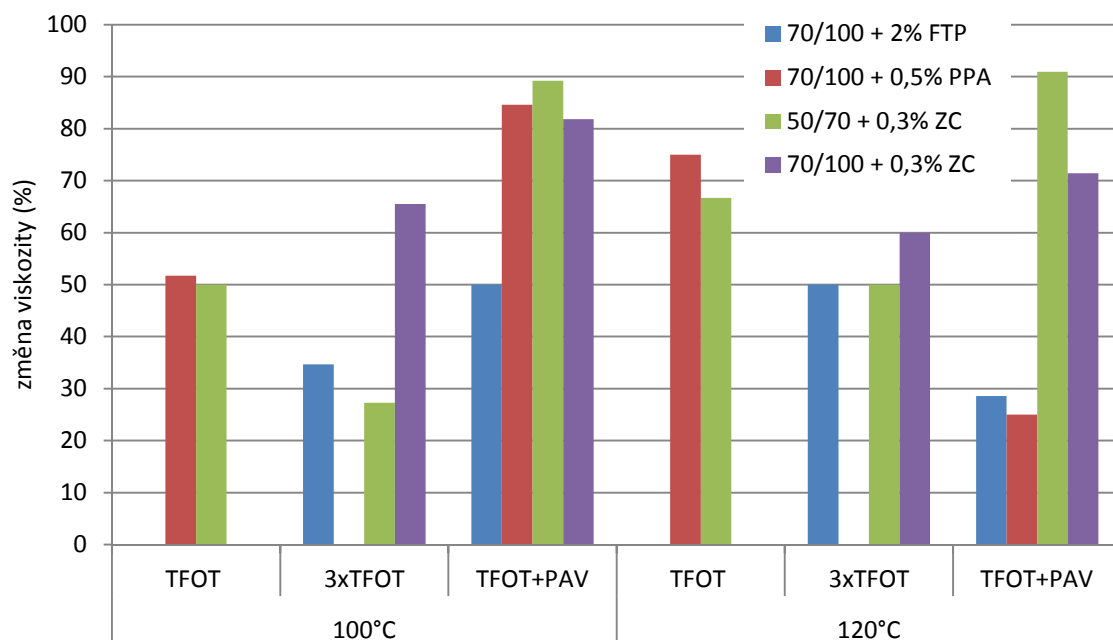
Obrázek 5: složky komplexního modulu



4.3 Porovnání dynamické viskozity z hlediska stupně stárnutí

K porovnání vývoje dynamické viskozity podle stupně stárnutí byla použita zkouška na viskozimetru s nastaveným rozsahem teplot 90-160°C. Měření probíhalo pro více smykových spádů, v porovnání je věnována pozornost smykovému spádu $0,1s^{-1}$ a $1,0s^{-1}$. Byly vybrány vzorky se základním asfaltovým pojivem 50/70 a 70/100 a různými přísadami. Jako zkoušky stárnutí byly vybrány krátkodobá TFOT, dlouhodobá TFOT+PAV a 3xTFOT. Metody jsou popsány např. v [6] a simulují účinek teploty a působení slunečního záření.

Výsledky (příloha 2 a 3) porovnávající vliv stárnutí na vývoj viskozity asfaltového pojiva jasně vypovídají o degradaci pojiva a ve většině případů také o zhoršení viskozity. Této tendence dosahují výsledky pro smykový spád $1,0s^{-1}$ i $0,1s^{-1}$. Tato skutečnost je dána zvyšováním bodu měknutí, který posouvá viskózní oblast pojiva a je dána změnou poměru mezi maltény a asfaltény v pojivu. Tato změna v chemické struktuře pojiva, která je dána procesy stárnutí, je zpravidla nevratná.



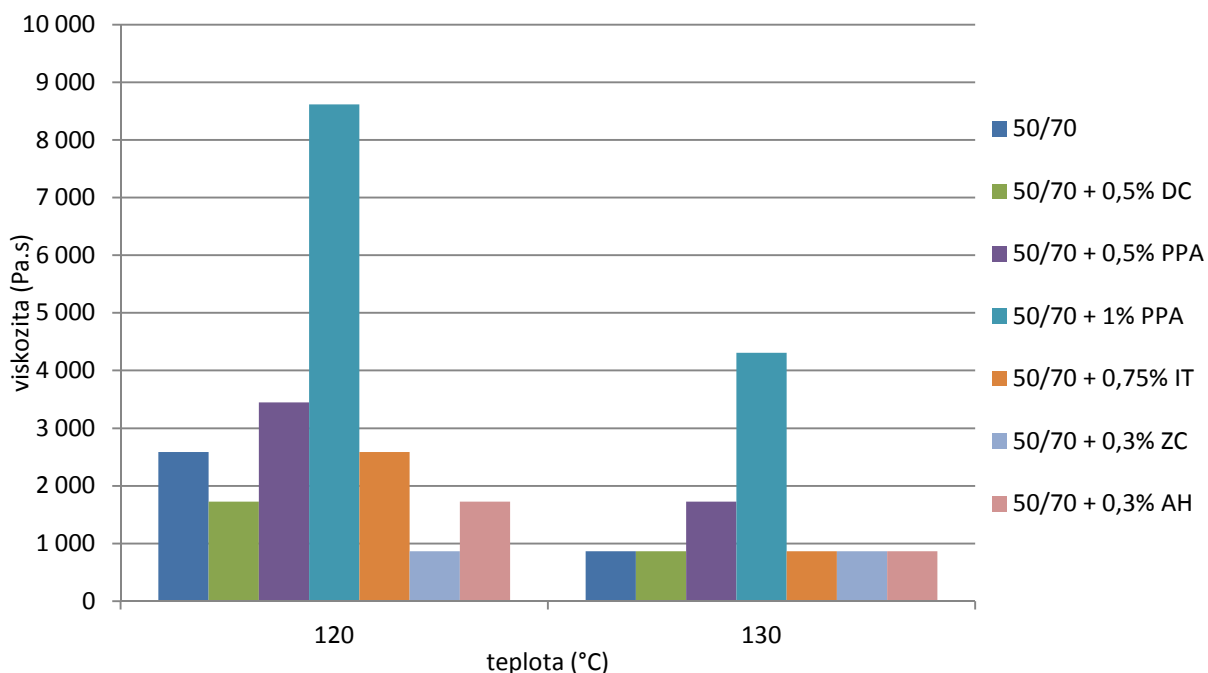
Graf 1: procentuální změna viskozity s ohledem na stádium stárnutí při smykovém spádu $0,1s^{-1}$

4.4. Porovnání vlivu aditiv na viskozitu asfaltových pojiv

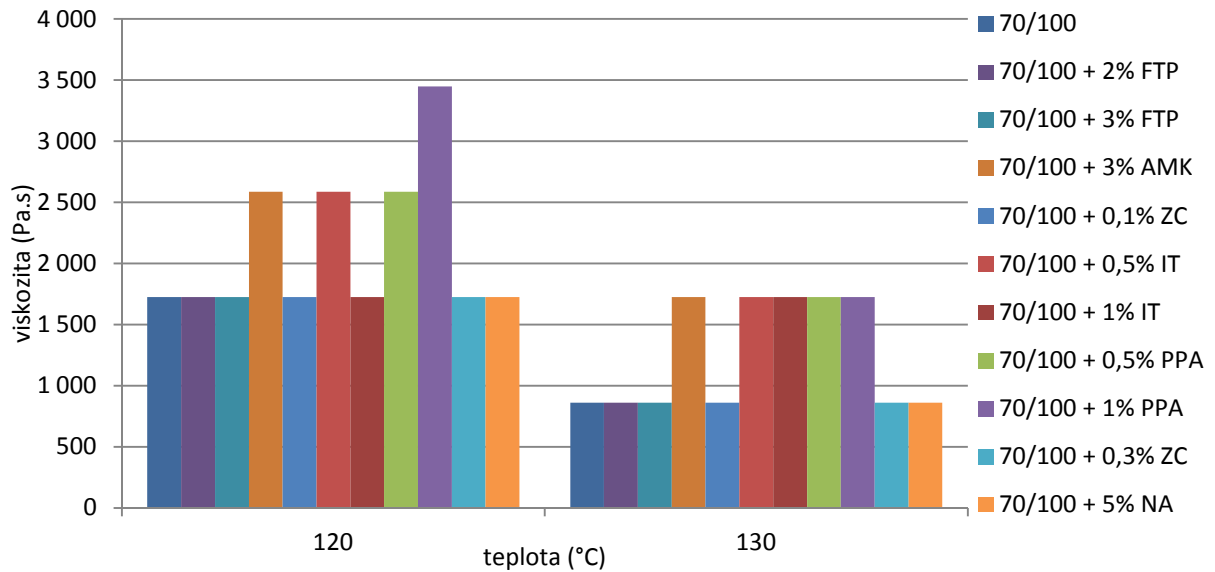
Druhou oblastí posuzování viskozity a její změny u asfaltových pojiv bylo sledování vlivu vybraných aditiv, která se v současnosti používají pro různé účely úpravy či zlepšení chování asfaltového pojiva. V rámci prezentované práce byl vybrán jeden zástupce přísady zlepšující přilnavost asfaltového pojiva ke kamenivu (AdHere X-light), modifikační přísada kyseliny polyfosforečné (PPA), která se v posledních letech používá jako částečná náhrada tradičních polymerů (zejména SBS), jakož i několik přísad využívaných pro výrobu tzv. nízkoviskózních asfaltových pojiv FT parafín, amid mastných kyselin, tensid a nanochemické přísady Zycosoil



a Densicryl. V neposlední řadě byl mezi sledovanou pojiva zařazen i asfalt 70/100 s příměsí albánského přírodního asfaltu (označeno NA). Použitá aditiva u sledovaných a funkčně upravených asfaltových pojiv ovlivňují jejich chování, tedy i viskozitu a lze tak poměrně významně ovlivnit zpracovatelnost. Zejména v případě přísad pro přípravu nízkoviskózních asfaltových pojiv je toto základní cíl rozvoje této skupiny pojiv a jejich využití pro výrobu tzv. nízkoteplotních asfaltových směsí. Některé přísady mají v tomto směru vliv spíše kladný, některé nicméně vykazovaly i negativní trendy. Na následujících grafech jsou vidět změny viskozity u zkoušených vzorků s ohledem právě na použitá aditiva. Výsledky jsou rozděleny podle základního použitého pojiva 50/70 a 70/100 a současně podle smykového spádu při měření. Pro smykový spád $0,1s^{-1}$ ukazují naměřené výsledky na nerovnoměrnější průběh oproti smykovému spádu $1,0s^{-1}$. Tento poznatek je pravděpodobně dán menšími rotačními pohyby a rychlejším ustálením tokových dějů ve vlastním pojivu. Asfaltová pojiva 50/70 naznačují horší viskozitu až do teploty $140^{\circ}C$, pro vyšší teploty se viskozita zlepšuje a s ohledem na všechna použitá aditiva se blíží nule. V tomto směru nejlepších výsledků dosahuje pojivo $50/70+0,3\%ZC$ a $50/70+0,5\%DC$ a to pro všechny smykové spády. Asfaltová pojiva 70/100 mají o poznání plynulejší průběh křivky i pro smykový spád $0,1s^{-1}$. Tato skutečnost je pravděpodobně dána vyšší gradací pojiva (nižším bodem měknutím) a tudíž dřívějším dosažením viskózního stavu pojiva. Výsledná viskozita při smykovém spádu $0,1s^{-1}$ v teplotním intervalu od $130^{\circ}C$ vychází nejlépe pro pojivo $70/100+0,3\%ZC$. Při nižších teplotách vykazuje nejlepší viskozitu pojivo $70/100+3\%FTP$. Při smykovém spádu 0,1 a $1,0 s^{-1}$ dosahují pojiva se všemi zkoušenými aditivami velmi podobných výsledků blízcím se nule.



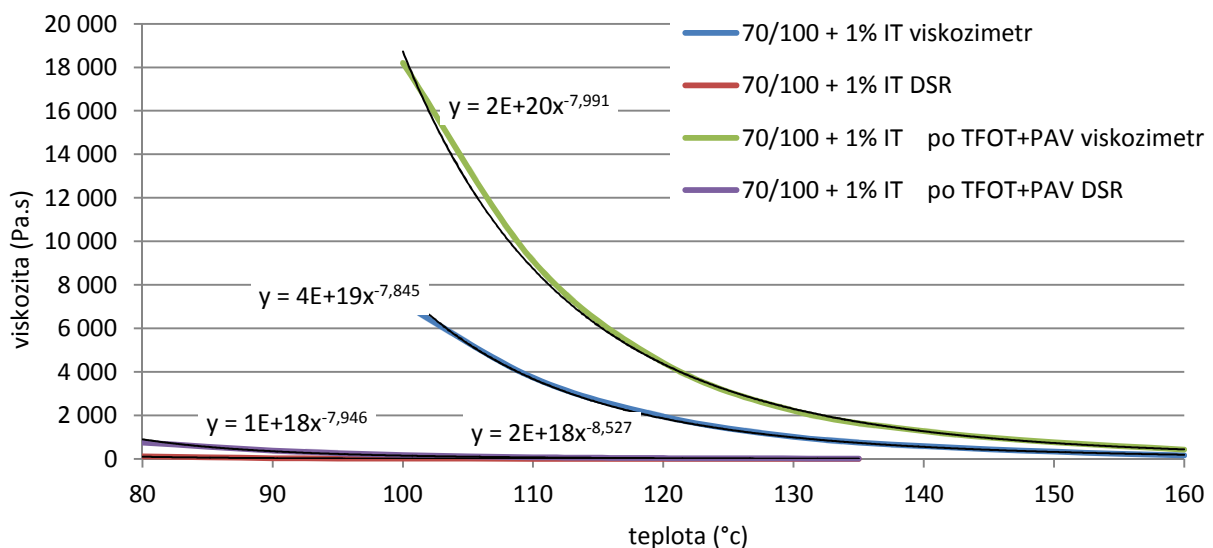
Graf 2: vliv aditiv při teplotách 120 a $130^{\circ}C$ při smykové spádu $0,1s^{-1}$



Graf 3: vliv aditiv při teplotách 120 a 130°C při smykové spádu $1,0s^{-1}$

4.5 Porovnání obou sledovaných metod měření viskozity

Porovnání výsledků z obou měření ukazuje, že nelze přesně popsat vztah mezi zvolenými metodami a že pravděpodobně nebude možné stanovit vhodnou korelaci obou metod. Pomocí zvolených regresních křivek (trendových křivek), jsou stanoveny regresní parametry a a b pro jednotlivé vzorky, kdy jejich poměrem uvažovaného jako relativní srovnávací ukazatel nebylo dosaženo stálého výsledku. Na základě dosažených poznatků lze tak pouze obecně konstatovat, že dynamická viskozita se zvyšující teplotou klesá, ale nelze usuzovat výsledek jednoho typu měření z druhého. Tuto skutečnost pravděpodobně ovlivňuje několik faktorů – geometrie měření, princip stanovení viskozity u obou popisovaných metod, způsob nastavení okrajových podmínek. Ukazuje se, že pravděpodobně lepší korelovatelnosti bude dosaženo mezi dynamickou viskozitou stanovenou na dynamickém smykovém reometru v režimu rotačního měření a komplexní dynamickou viskozitou stanovenou na stejném zařízení v oscilačním režimu.



Graf 4: regresní křivka pro vzorek 70/100+1%IT



Pro regresní křivku byla použita mocninná funkce $y=b \times x^a$, která byla vyhodnocena jako nejvhodnější a to z hlediska dosažených korelačních koeficientů. Parametr a v této funkci popisuje strmost růstu křivky viskozity, parametr b odpovídá hodnotě viskozity, které by materiál teoreticky dosáhl při teplotě 1°C, to s ohledem k absolutní velikosti hodnoty odpovídá skutečnosti tuhé látky při této teplotě.

Tabulka 2: Parametry a a b regresních křivek pro viskozitu při smykovém spádu $0,1s^{-1}$

pojivo	viskozimetr		DSR		b1/b2	a1/a2
	a	b	a	b		
70/100 new	-41,98	2E+88	-7,84	5E+16	4E+71	5,355
70/100 + 1% IT	-6,964	2E+18	-8,27	4E+17	5	0,842
70/100 + 1% IT po TFOT+PAV	-41,33	7E+87	-9,245	9E+20	8E+66	4,471
70/100 + 0,3% ZC po TFOT+PAV	-25,33	2E+56	-6,159	2E+14	1E+42	4,113
70/100 + 2% FTP po 3xTFOT	-25,9	2E+57	-9,83	1E+22	2E+35	2,635
70/100 + 3% AMK po TFOT	-38,51	9E+82	-12,13	2E+26	5E+56	3,175
70/100 + 3% AMK po TFOT+PAV	-26,66	9E+58	-9,705	1E+22	9E+36	2,747
50/70 new	-34,7	5E+74	-6,378	6E+13	8E+60	5,441
50/70 + 1%PPA po TFOT+PAV	-11,55	8E+28	-10,22	7E+23	1E+05	1,13
50/70+0,3%ZC po TFOT+PAV	-7,517	5E+19	-6,159	2E+14	3E+05	1,22
50/70+0,3%ZC po 3xTFOT	-34,7	5E+74	-7,553	2E+17	3E+57	4,594
50/70 + 0,5% PPA po TFOT	-7,477	2E+19	-8,486	4E+18	5	0,881

Tabulka 3: Parametry a a b regresních křivek pro viskozitu při smykovém spádu $1,0s^{-1}$

pojivo	viskozimetr		DSR		b1/b2	a1/a2
	a	b	a	b		
70/100 new	-2,068	9577,7	-2,352	98,918	96,82	0,879
70/100 + 3% AMK po TFOT	-10,72	6E+25	-12,4	5E+26	0,12	0,865
70/100 + 3% AMK po TFOT+PAV	-9,918	2E+24	-9,957	3E+22	66,67	0,996
70/100 + 2% FTP po 3xTFOT	-9,344	1E+23	-1E+01	4E+22	2,5	0,93
70/100 + 1% IT	-7,845	4E+19	-8,527	2E+18	20	0,92
70/100 + 1% IT po TFOT+PAV	-7,991	2E+20	-7,946	1E+18	200	1,006
70/100 + 0,3% ZC po 3x TFOT	-8,49	2E+21	-9,307	1E+23	0,02	0,912
70/100 + 0,3% ZC po TFOT+PAV	-9,307	1E+23	-9,259	7E+20	142,9	1,005
50/70 + 0,5% PPA po TFOT	-5,403	321995	-2,821	933,87	344,8	1,915



5. ZÁVĚR

Cílem prezentované práce, která představuje část zpracovávaného tématu diplomové práce, bylo zjistit, zda stanovení dynamické viskozity dvěma různými zkušebními metodami, tedy měření pomocí rotačního viskozimetru a dynamického smykového reometru, jsou porovnatelná. Současně se v práci vycházelo z poznatků bakalářské práce, kde byly provedeny soubory měření asfaltových pojiv různého stadia stárnutí a byla hledána závislost mezi jednotlivými metodami a to ve vazbě na komplexní smykový reometr [6]. Z výsledků je zřejmé, že jednoznačný vztah z dosud provedených souborů měření s volbou obdobných okrajových podmínek a volitelných parametrů měření nelze definovat. Měření potvrdila, že obecně dynamická viskozita asfaltového pojiva s vyšší teplotou klesá, ovšem nelze odvozovat výsledky jedné metody od druhé. Měření prokázala, že vycházejí v řádech odlišně.

Další zkoumanou vlastností byl vliv aditiv v rámci zlepšení zpracovatelnosti, kde bylo zjištěno, že nejpříznivěji ovlivňuje viskozitu pojiv 50/70 i 70/100 při nižších teplotách (kolem 120-130°C) nanochemická přísada *zycosoil* v poměru 0,3 %-hm. asfaltového pojiva. Dále viskozitu pojiva 50/70 zlepšuje přísada *densicryl* v poměru 0,5 %-hm. asfaltového pojiva. Tyto přísady se obecně v praxi dávkuje společně do asfaltového pojiva a směsi, a tudíž potenciál snížení pracovních teplot by měl být na základě zjištěných měření dokonce vyšší. V případě pojiva 70/100 se jedná o tradiční ztekucovací přísadu *FT parafínu* v poměru 3 %-hm. asfaltového pojiva, jak se již řadu let standardně aplikuje v praxi silničních technologií.

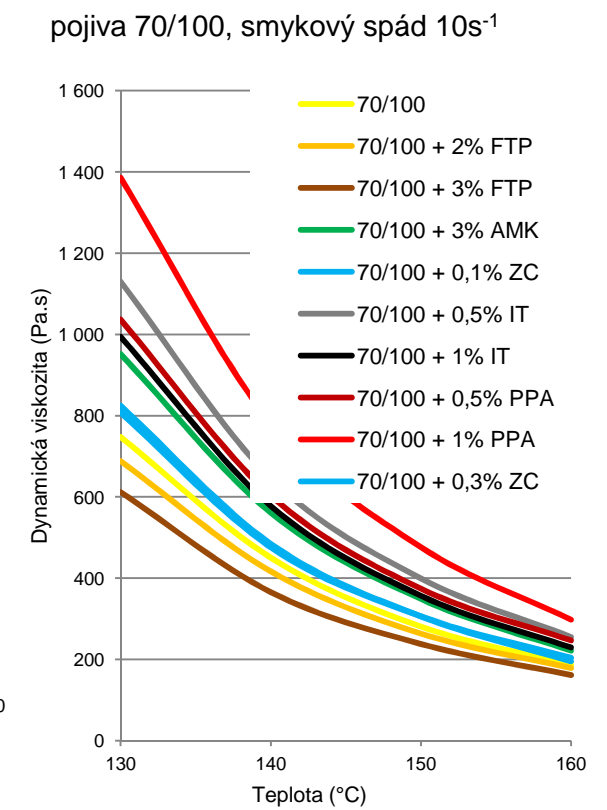
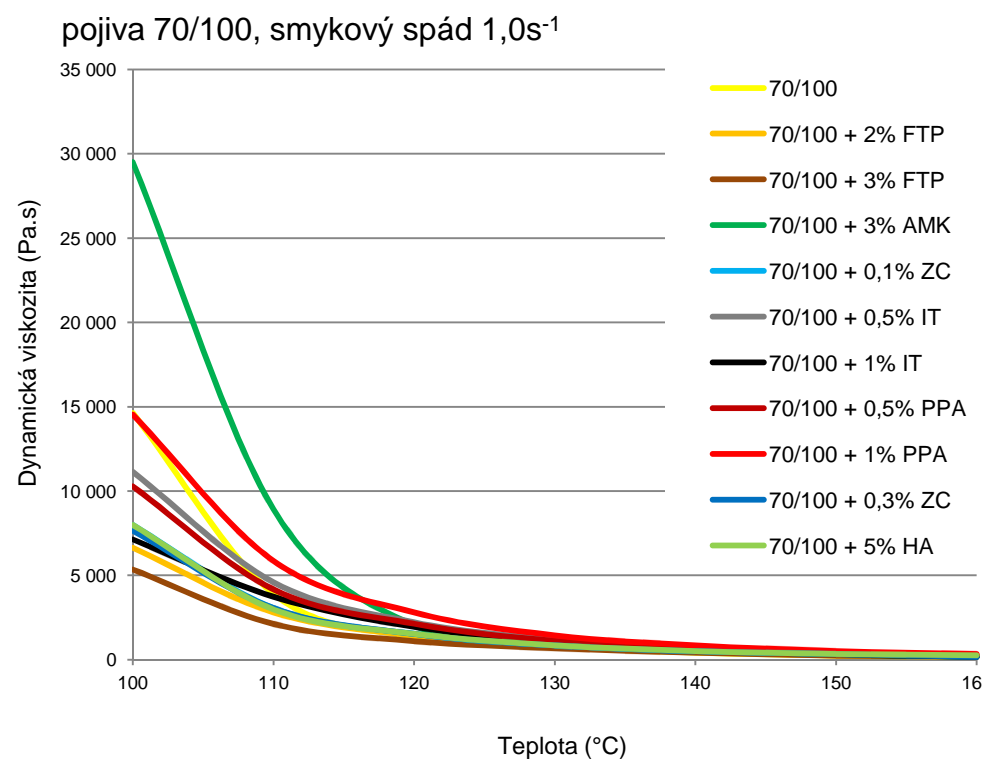
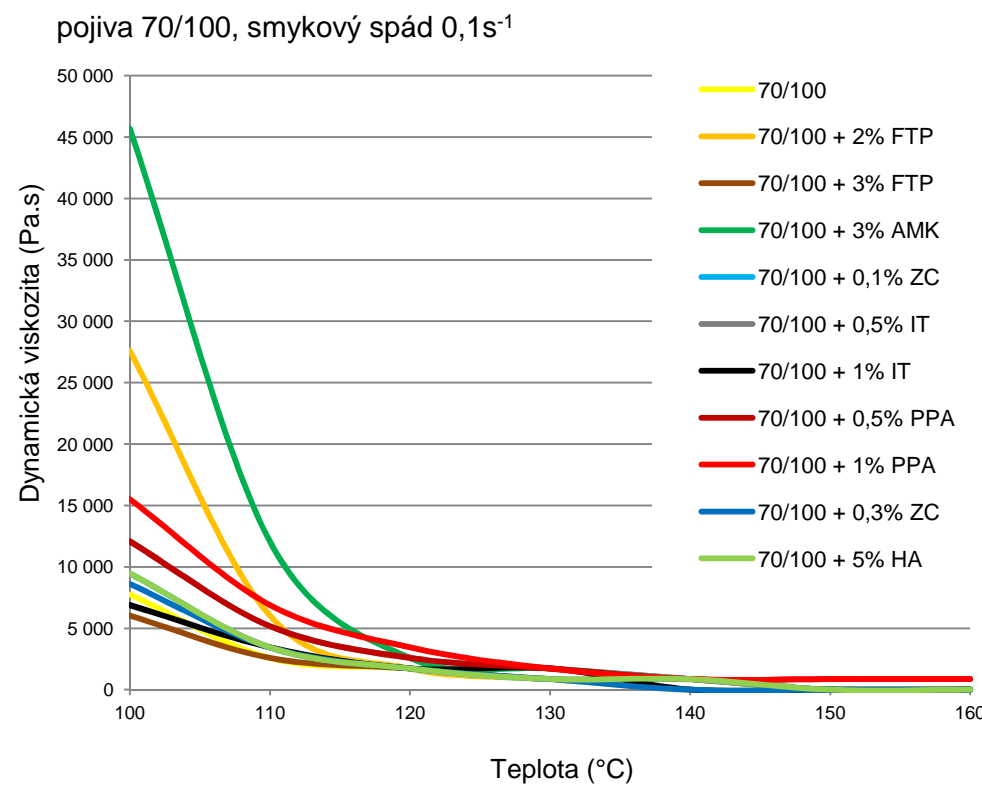
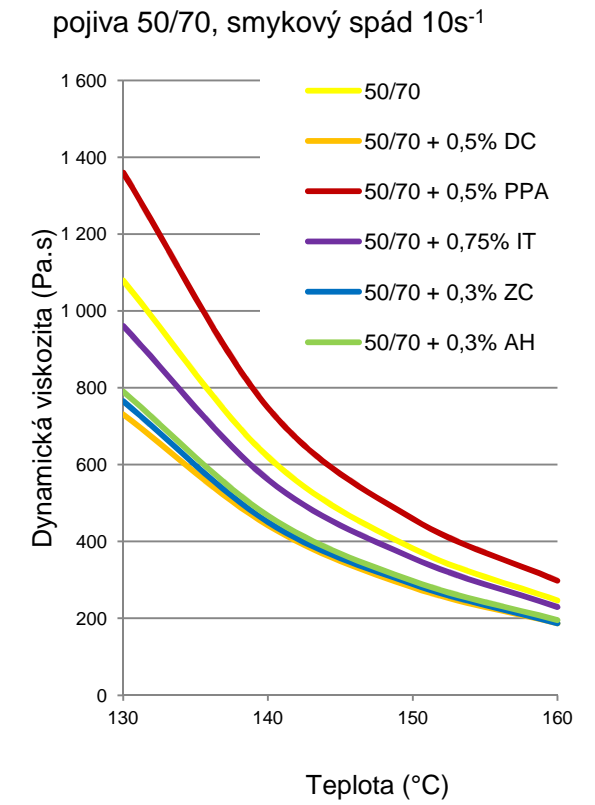
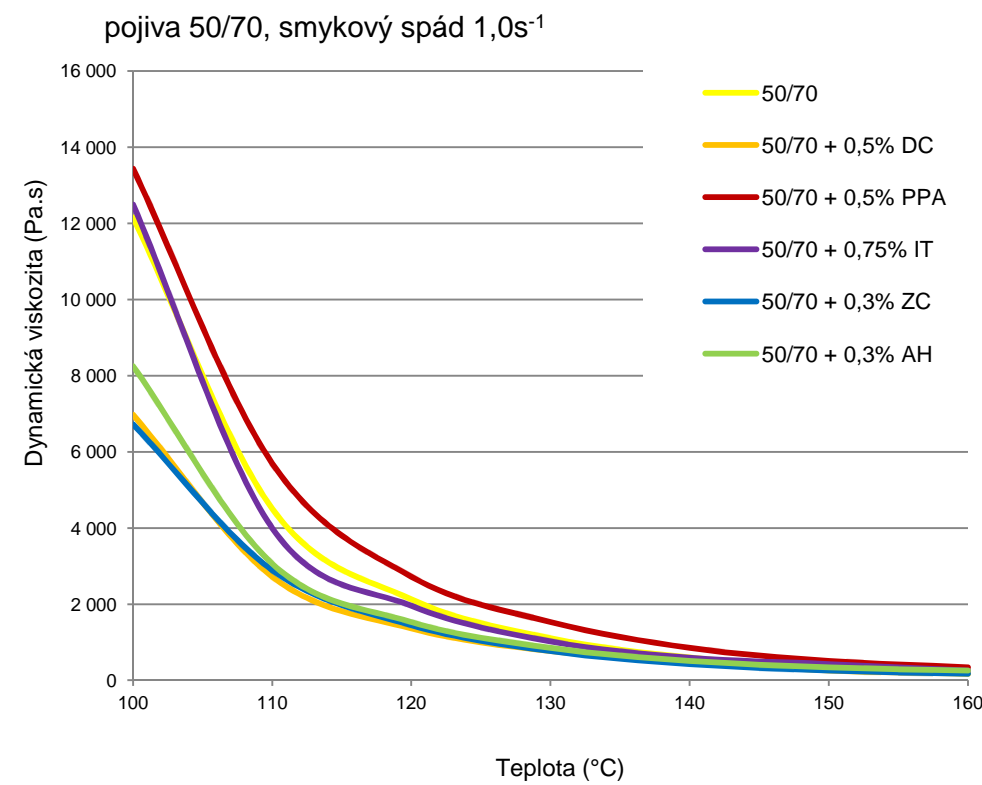
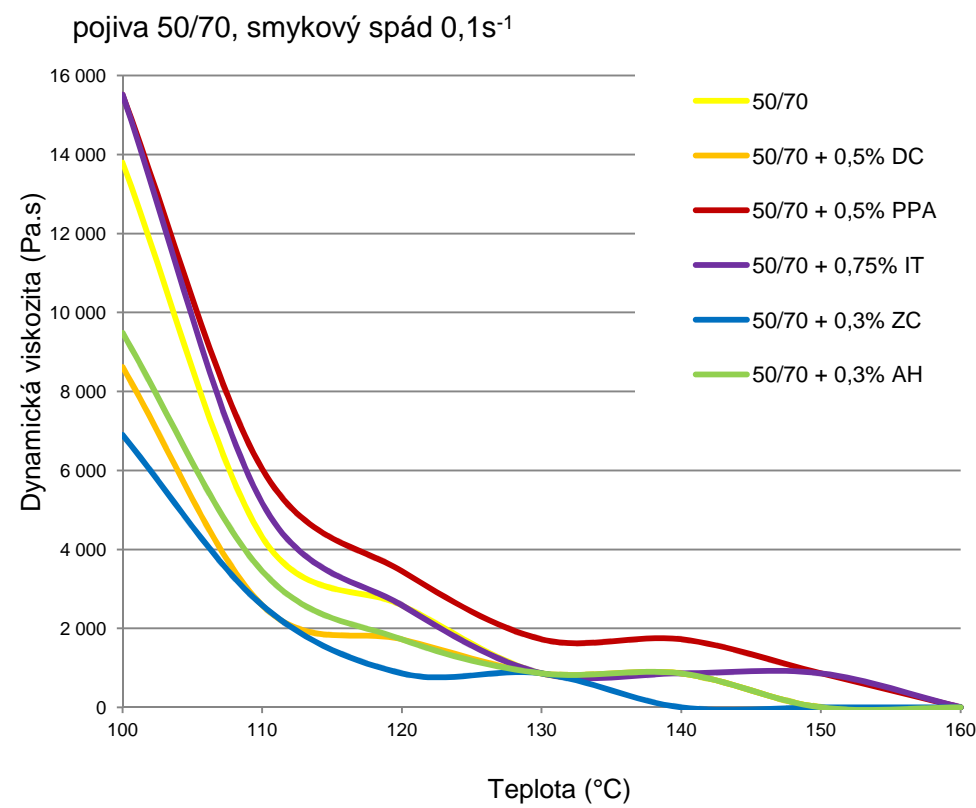
Výsledky porovnávající vliv stárnutí na vývoj viskozity asfaltového pojiva jasně vypovídají o degradaci pojiva a ve většině případů také o zhoršení hodnot viskozity, tedy o nárůstu absolutních hodnot v intervalu sledovaných teplot. V tomto ohledu viskozita může posloužit jako další kritérium pro prokázání vlivu stárnutí na změny chování asfaltového pojiva. Výsledky velmi dobře dokládají změny v chemické struktuře pojiva, k nimž nevratně vlivem stárnutí dochází (změny v zastoupení malténů a asfalténů).

Viskozita při smykovém spádu $0,1\text{s}^{-1}$ je mírně vyšší než u smykového spádu $1,0\text{s}^{-1}$ pro jednotlivé teploty. Měření na DSR u některých vzorků neprokázaly, v porovnání s výsledky na viskozimetru, stejné tendence nárůstu viskozity při vzrůstající teplotě. K tomuto jevu došlo především při přechodu z nižšího smykového stupně ($1,0\text{s}^{-1}$) na vyšší ($10,0\text{s}^{-1}$).

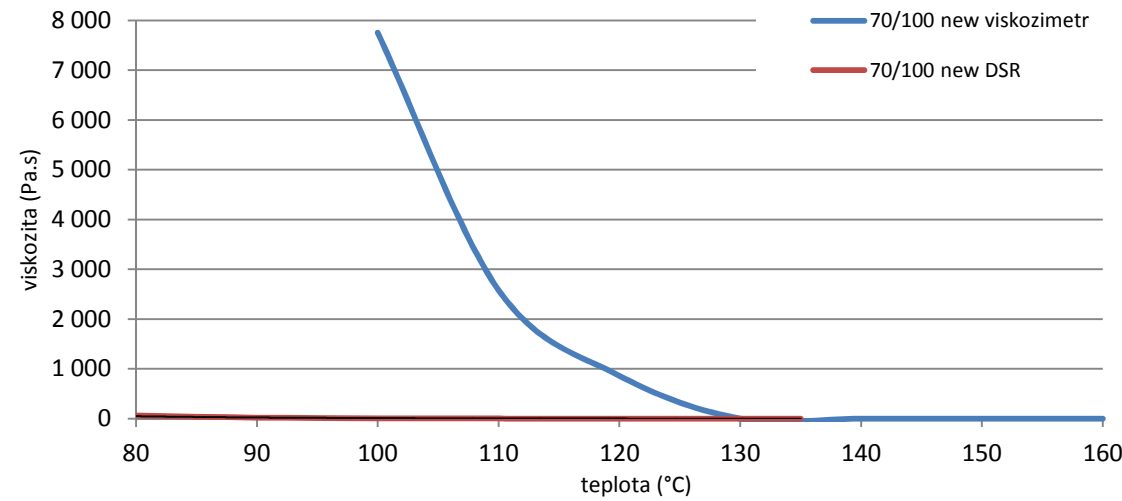


LITERATURA A SEZNAMY

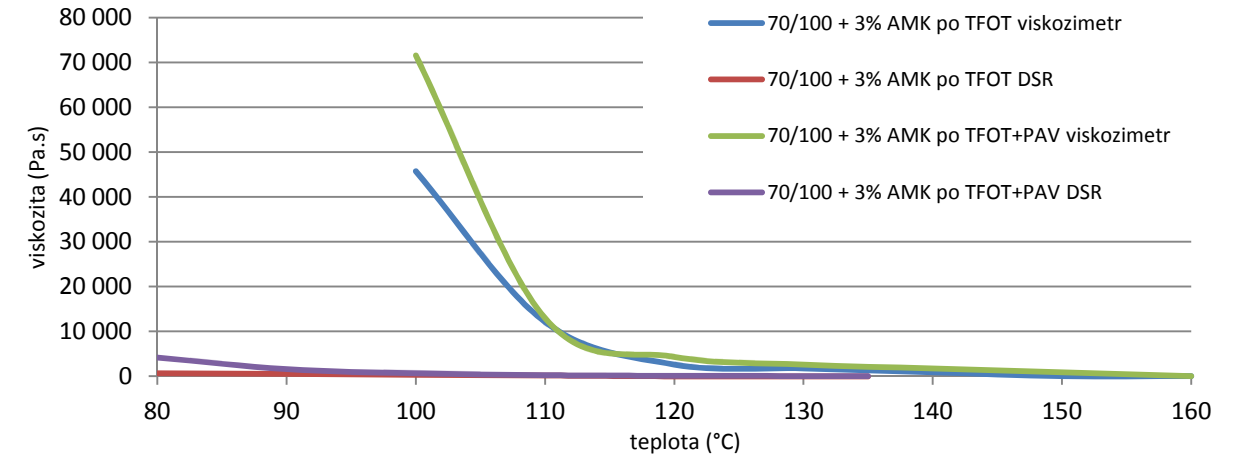
- [1] VALENTIN, Jan. *Užitné vlastnosti a reologie asfaltových pojiv a směsí: charakteristiky, nové zkušební metody, vývojové trendy*. Praha : Katedra silničních staveb (ČVUT, fakulta stavební), 2003. 224 s.
- [2] BROOKFIELD ENGINEERING LABORATORIES, INC. *BROOKFIELD DV-II+Pro: Návod k obsluze*.
- [3] ČSN EN 13302. *Asfalty a asfaltová pojiva - stanovení dynamické viskozity*. Praha : Český normalizační institut, Říjen 2010. 16 s.
- [4] ŽALMAN, Lubomír. Dynamická viskozita asfaltových pojiv a přísad. In *Sborník ASFALTOVÉ VOZOVKY 2011*. 1.vydání. Praha : PRAGOPROJEKT, a.s., 2011. s. 4.
- [5] OELKERS, Carsten. NORDLABOR GMBH FÜR BAUTECHNISCHE PRÜFUNGEN. *BP-Rheologie-Seminar 2002: Das dynamische Scherrheometr (DSR)*. Pinneberg, 2002.
- [6] MILÁČKOVÁ, Kristýna. *Porovnání metodik krátkodobého a dlouhodobého stárnutí u vybraných asfaltových pojiv*. Praha, 2011. 91 s. Bakalářská práce. ČVUT v Praze. Vedoucí práce Ing. Jan Valentin, Ph.D. Oponent práce Ing. Petr bureš.
- [7] GESTRATA. *Asphalt Handbuch*. 3.Auflage. Wien : Werbe GesmbH, 2002. 574 s.



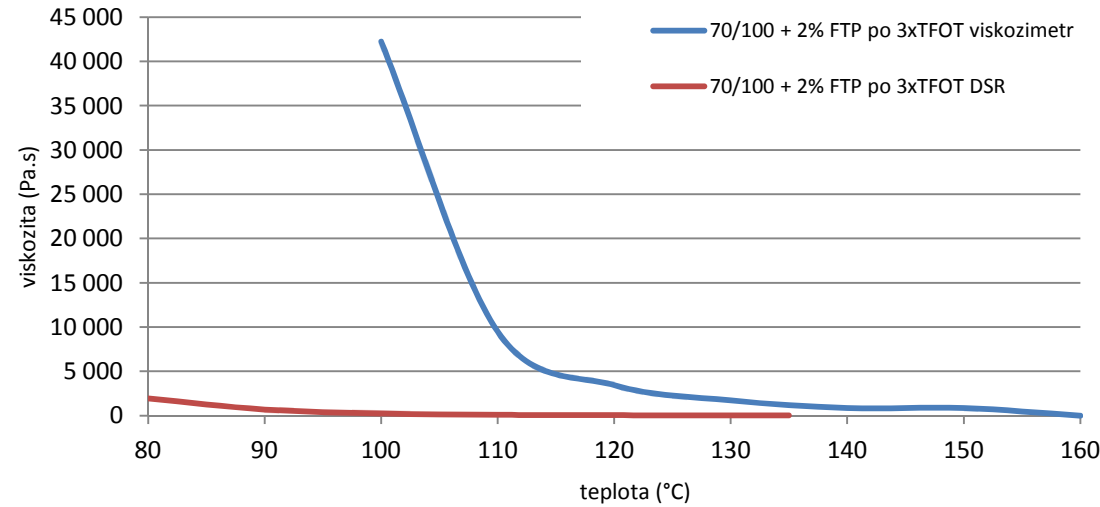
		80	90	100	110	120	130	135	140	150	160
70/100 new	viskozimetr			7 759	2 586	862	0		0	0	0
	DSR	63,42	22,8	9,558	4,302	2,175		1,121			



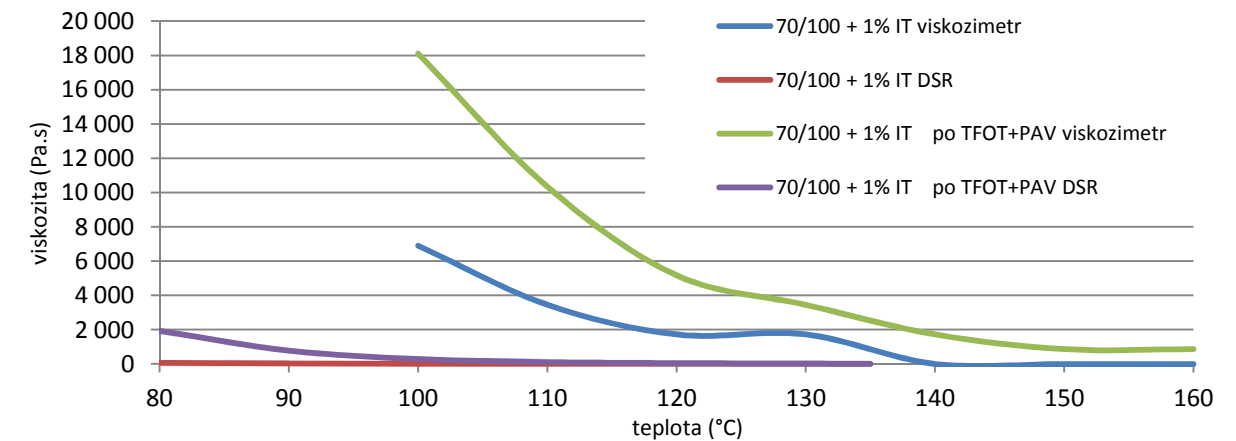
		80	90	100	110	120	130	135	140	150	160
70/100 + 3% AMK po TFOT	viskozimetr			45 690	12 069	2 586	1 724		862	0	0
	DSR	640,90	488,90	326,20	172,40	11,81		1,07			
70/100 + 3% AMK po TFOT+PAV	viskozimetr			71 552	12 931	4 310	2 586		1 724	862	0
	DSR	4150	1579	633,4	243,3	106,3		24,51			



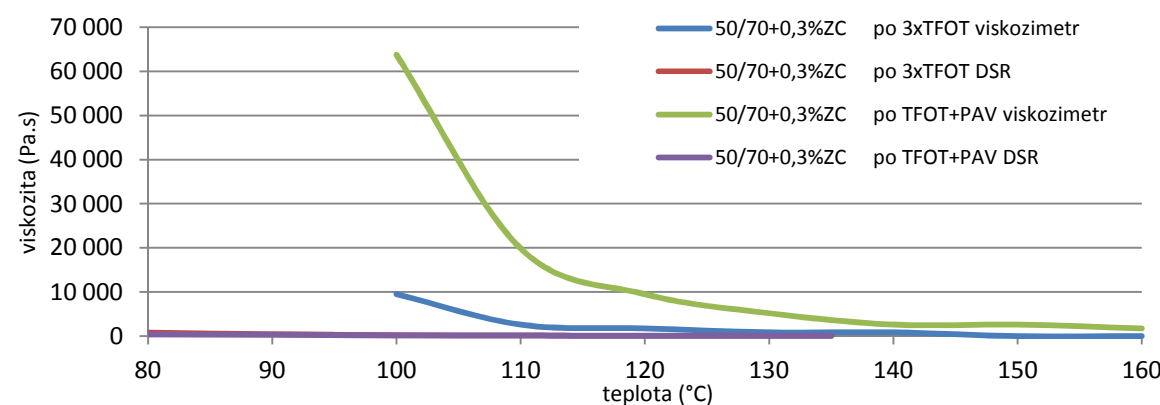
		80	90	100	110	120	130	135	140	150	160
70/100 + 2% FTP po 3xTFOT	viskozimetr			42 241	9 483	3 448	1 724		862	862	0
	DSR	1943	684,9	230,1	79,69	34,09		12,78			



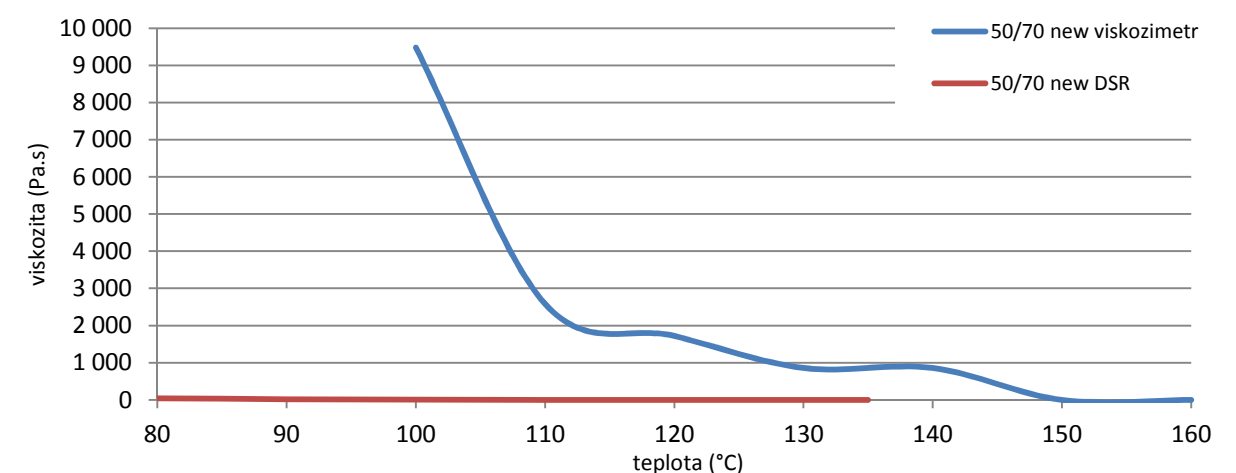
		80	90	100	110	120	130	135	140	150	160
70/100 + 1% IT po TFOT+PAV	viskozimetr			6 897	3 448	1 724	1 724		0	0	0
	DSR	67,71	27,27	11,10	4,87	2,50		0,91			
70/100 + 1% IT po TFOT+PAV	viskozimetr			18 103	10 345	5 172	3 448		1 724	862	862
	DSR	1935	780,40	293,60	117,00	55,77		15,22			



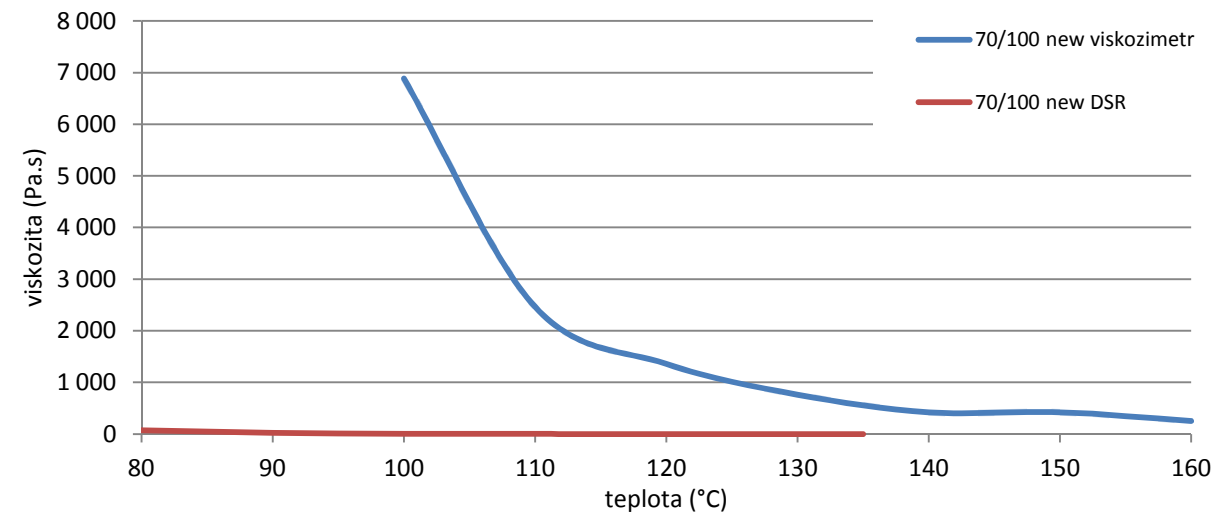
		80	90	100	110	120	130	135	140	150	160
50/70+0,3%ZC po 3xTFOT	viskozimetr			9 483	2 586	1 724	862		862	0	0
	DSR	752,40	377,40	161,30	68,60	37,62		15,95			
50/70+0,3%ZC po TFOT+PAV	viskozimetr			63 793	19 828	9 483	5 172		2 586	2 586	1 724
	DSR	353	243,9	123,7	63,91	34,12		15,79			



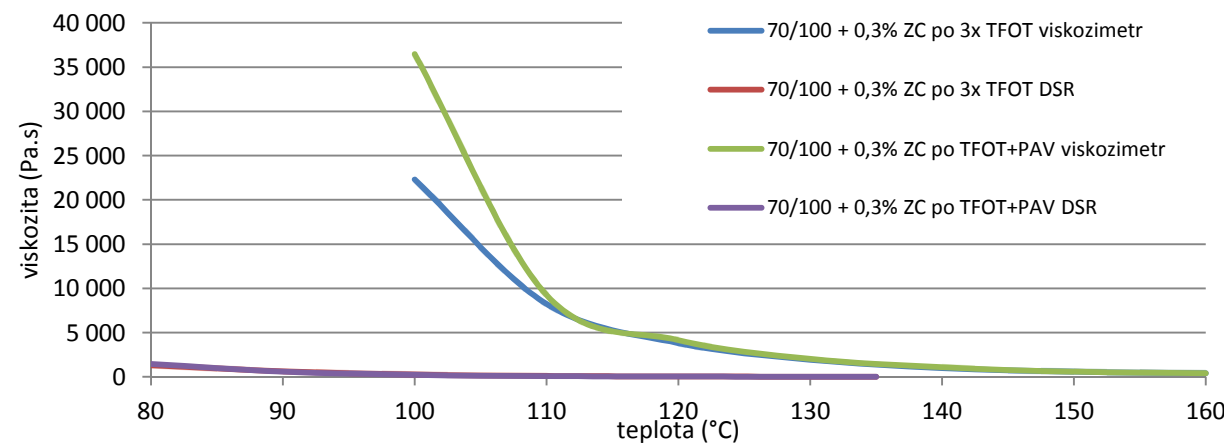
		80	90	100	110	120	130	135	140	150	160
50/70 new	viskozimetr			9 483	2 586	1 724	862		862	0	0
	DSR	44,65	21,90	10,58	5,37	3,21		1,69			



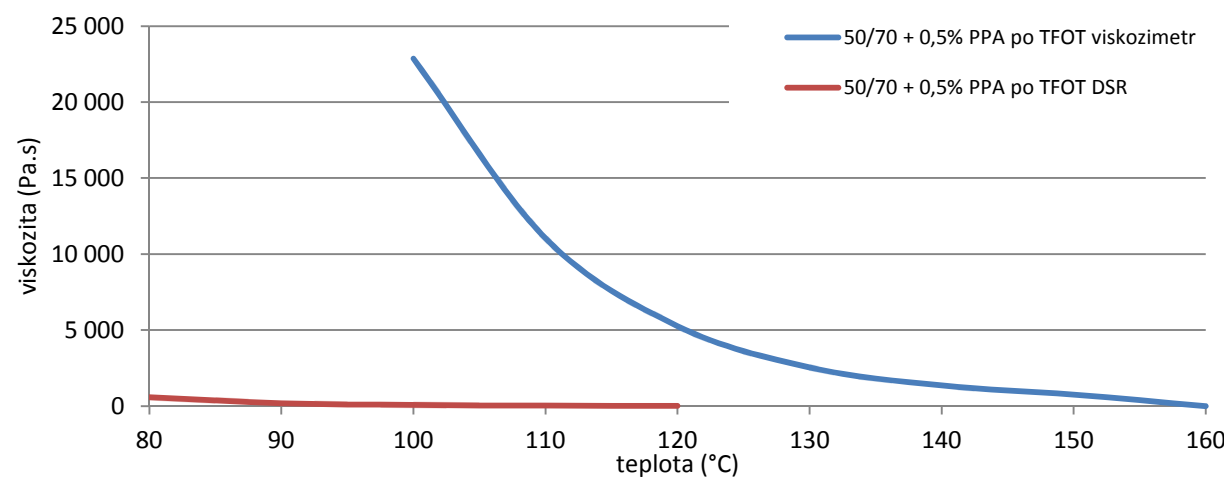
		80	90	100	110	120	130	135	140	150	160
70/100 new	viskozimetr			6 888	2 466	1 361	765		425	255	85
	DSR	73,23	24,79	9,973	4,497	2,24		0,98			



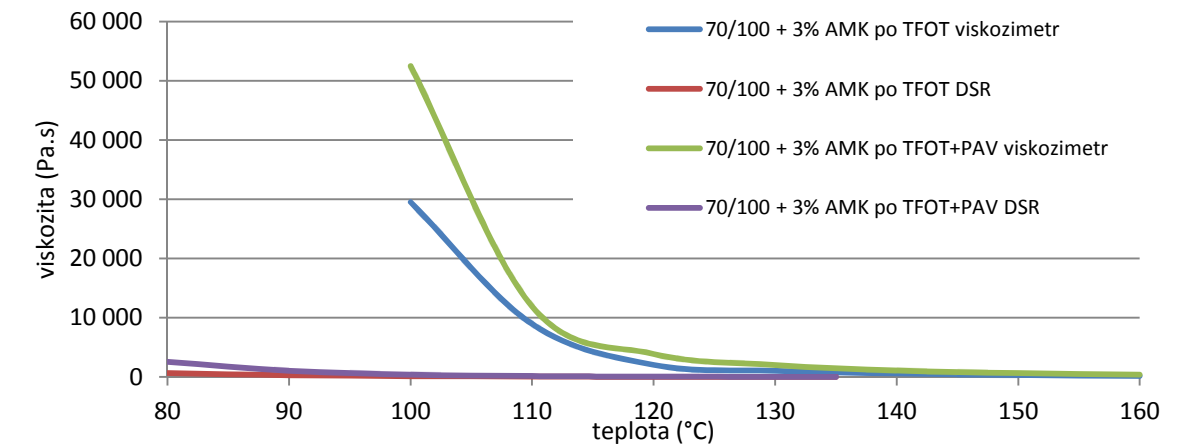
		80	90	100	110	120	130	135	140	150	160
70/100 + 0,3% ZC po 3x TFOT	viskozimetr			22 279	8 248	3 827	1 956		1 020	595	425
	DSR	1297	614,70	256,50	109,80	48,06		15,47			
70/100 + 0,3% ZC po TFOT+PAV	viskozimetr			36 480	9 269	4 167	2 041		1 105	595	425
	DSR	1466	599,60	225,70	90,54	39,03		12,00			



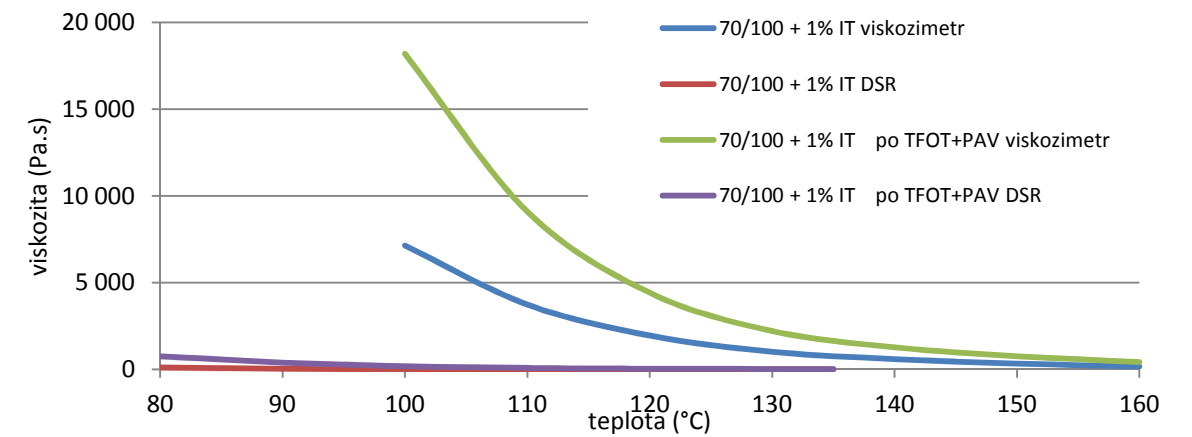
		80	90	100	110	120	130	135	140	150	160
50/70 + 0,5% PPA po TFOT	viskozimetr			22 874	11 054	5 272	2 551		1 361	765	0
	DSR	588,00	188,60	67,43	24,91	9,66		3,20			



		80	90	100	110	120	130	135	140	150	160
70/100 + 3% AMK po TFOT	viskozimetr			29 507	8 929	2 041	1 020		595	340	170
	DSR	692,10	304,70	137,90	57,11	6,90		1,08			
70/100 + 3% AMK po TFOT+PAV	viskozimetr			52 466	11 905	3 912	2 041		1 105	680	425
	DSR	2568	1047	397,6	158	62,88		13,42			



		80	90	100	110	120	130	135	140	150	160
70/100 + 1% IT po TFOT+PAV	viskozimetr			7 143	3 741	1 956	1 020		595	340	170
	DSR	116,40	36,74	14,44	6,33	3,08		1,37			
70/100 + 1% IT po TFOT+PAV	viskozimetr			18 197	9 099	4 422	2 211		1 276	765	425
	DSR	754,90	388,40	175,30	77,76	35,59		12,54			



		80	90	100	110	120	130	135	140	150	160
70/100 + 0,3% ZC po 3xTFOT	viskozimetr			81 633	19 898	7 738	3 656		1 871	1 020	595
	DSR	1971,0	734,8	323,5	144,8	64,59		21,39			
70/100 + 0,3% ZC po TFOT+PAV	viskozimetr			55 357	17 772	7 993	3 912		2 041	1 190	765
	DSR	2468,0	1059,0	432,8	174,7	72,48		22,49			

