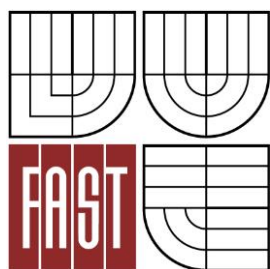




VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



FAKULTA STAVEBNÍ
ÚSTAV POZEMNÍCH KOMUNIKACÍ

FACULTY OF CIVIL ENGINEERING
INSTITUTE OF ROAD STRUCTURES

REOLOGICKÉ VLASTNOSTI ASFALTOVÝCH POJIV

RHEOLOGICAL PROPERTIES OF BINDERS

DIPLOMOVÁ PRÁCE
MASTER'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

BC. PETR HOTAŘ

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR

prof. Ing. JAN KUDRNA, CSc.

BRNO 2014



VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ FAKULTA STAVEBNÍ

Studijní program	N3607 Stavební inženýrství
Typ studijního programu	Navazující magisterský studijní program s prezenční formou studia
Studijní obor	3607T009 Konstrukce a dopravní stavby
Pracoviště	Ústav pozemních komunikací

ZADÁNÍ DIPLOMOVÉ PRÁCE

Diplomant	Bc. Petr Hotař
Název	Reologické vlastnosti asfaltových poživ
Vedoucí diplomové práce	prof. Ing. Jan Kudrna, CSc.
Datum zadání diplomové práce	31. 3. 2013
Datum odevzdání diplomové práce	17. 1. 2014
V Brně dne 31. 3. 2013	

.....
doc. Dr. Ing. Michal Varaus
Vedoucí ústavu

.....
prof. Ing. Rostislav Drochytka, CSc., MBA
Děkan Fakulty stavební VUT

Podklady a literatura

Dostupná literatura z internetu

ČSN EN 14770

ČSN EN 12607-1

ČSN EN 1426

ČSN EN 1427

Valentin, J.: Užité vlastnosti a reologie asfaltových pojiv a směsí, 2003

Zásady pro vypracování

Cílem práce je určení laboratorních vlastností několika asfaltových pojiv pomocí zkoušek v dynamickém smykovém reometru a určení vlivu oxidativního stárnutí metodou RTFOT na tyto vlastnosti. Dále budou na pojivech stanoveny empirické zkoušky – penetrace jehlou, bod měknutí před a po stárnutí.

Předepsané přílohy

.....
prof. Ing. Jan Kudrna, CSc.
Vedoucí diplomové práce

Abstrakt

V diplomové práci je provedeno srovnání reologických vlastností čtyř silničních asfaltů a dvou polymerem modifikovaných asfaltů (komplexní smykový modul a fázový úhel a dynamická viskozita). Dále byly na pojivech určeny empirické zkoušky (penetrace jehlou a bod měknutí). Vliv stárnutí asfaltových pojiv byl modelován zkouškou RTFOT a modifikovanou zkouškou RTFOT (3 x RTFOT).

Klíčová slova

silniční asfalt, polymerem modifikovaný asfalt, stárnutí, penetrace jehlou, bod měknutí, reologie, DSR, smykový modul, fázový úhel, dynamická viskozita, RTFOT

Abstract

The comparison of rheological properties (complex shear modulus and phase angle and dynamic viscosity) of four paving bitumens and two polymer modified bitumens is performed in this diploma thesis. Furthermore, the empirical tests (needle penetration and softening point) were determined on these binders. Effect of asphalt binders aging was modeled using RTFOT test and modified RTFOT test (3 x RTFOT).

Keywords

paving bitumen, polymer modified bitumen, ageing, needle penetration, softening point, rheology, DSR, shear modulus, face angle, dynamic viscosity, RTFOT

Bibliografická citace VŠKP

Bc. Petr Hotař *Reologické vlastnosti asfaltových poživ.* Brno, 2014. 73 str., 19 str. příloh. Diplomová práce. Vysoké učení technické v Brně, Fakulta stavební, Ústav pozemních komunikací. Vedoucí práce prof. Ing. Jan Kudrna, CSc.

Prohlášení:

Prohlašuji, že jsem diplomovou práci zpracoval samostatně a že jsem uvedl všechny použité informační zdroje.

V Brně dne 17.1.2014

.....
podpis autora
Bc. Petr Hotař

Poděkování

Touto cestou bych rád poděkoval vedoucímu diplomové práce prof. Ing. Janu Kudrnovi CSc., Ing. Ondřeji Daškovi a Ing. Pavlu Coufalíkovi za ochotu, pomoc a cenné rady, které mi poskytli během vypracování této diplomové práce. Dále bych rád poděkoval všem zaměstnancům laboratoře ústavu pozemních komunikací VUT v Brně.

V neposlední řadě bych rád poděkoval celé své rodině, která mě po dobu mého studia podporovala.

OBSAH

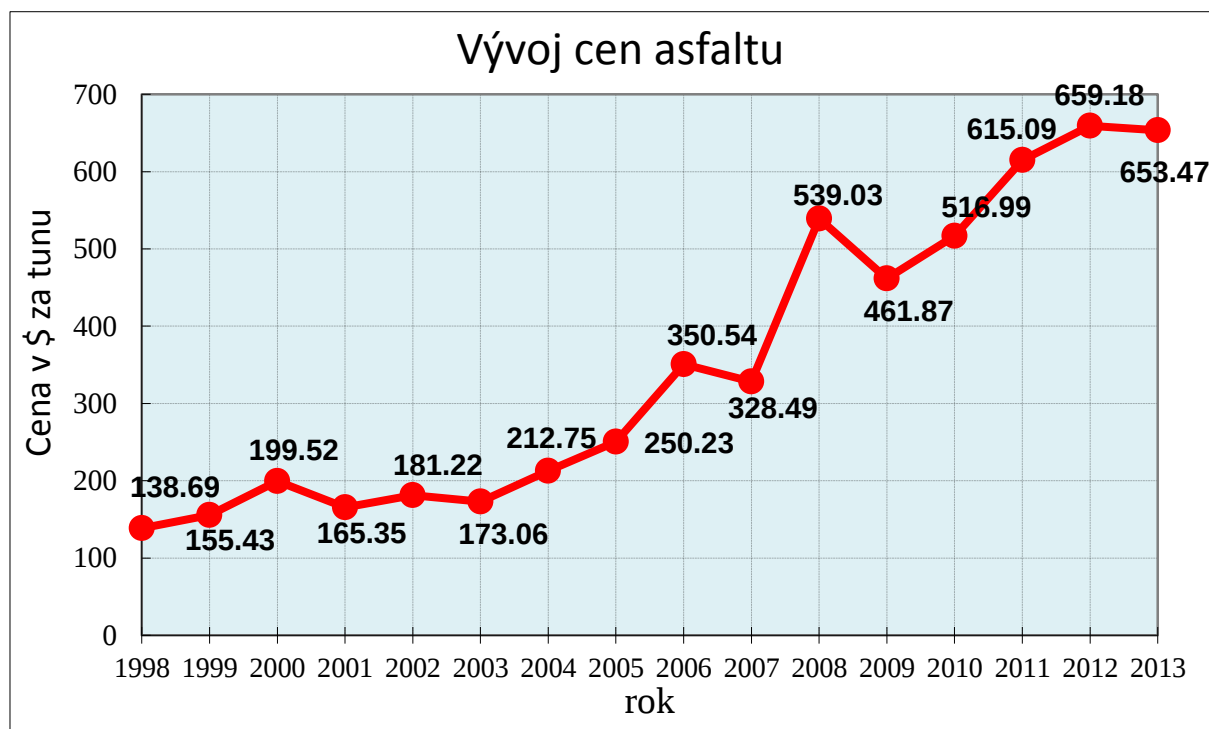
1. Úvod	10
1.1. Cíle diplomové práce.....	11
2. REOLOGICKÉ VLASTNOSTI ASFALTOVÝCH POJIV	12
2.1. Reologie.....	12
2.2. Charakter asfaltových pojiv	12
2.3. Viskozita asfaltu	14
2.4. Komplexní smykový modul	16
2.5. Stárnutí asfaltu	17
2.5.1. Druhy stárnutí.....	17
3. METODIKA ŘEŠENÍ.....	19
4. POUŽITÉ ZKUŠEBNÍ METODY	20
4.1. Penetrace.....	20
4.2. Postup zkoušky	20
4.3. Stanovení bodu měknutí	20
4.4. Krátkodobé stárnutí (RTFOT)	21
4.5. Dlouhodobé stárnutí (3xRTFOT)	22
4.6. Rotační reometr	22
4.6.1. Příprava a skladování vzorků	23
4.6.2. Dynamická viskozita	24
4.6.3. Dynamicko-mechanická analýza reologických vlastností	26
4.6.4. Dynamicko-mechanická analýza v teplotním rozsahu 10 °C až 40 °C.....	27
4.6.5. Dynamicko-mechanická analýza v teplotním rozsahu 40 °C až 70 °C.....	28
5. POUŽITÉ MATERIÁLY.....	28
6. Výsledky zkoušek.....	29
6.1. Stárnutí RTFOT	29
6.2. Penetrace a bod měknutí.....	29
6.3. Dynamická viskozita	33
6.3.1. Silniční asfalty.....	33
6.3.2. Polymerem modifikovaná pojiva	37
6.3.3. Porovnání změny viskozity	39
6.4. Komplexní smykový modul a fázový úhel.....	39

6.4.1.	Hlavní křivky smykového modulu	39
6.4.2.	Hlavní křivky fázového úhlu	45
6.4.3.	Blackovy diagramy	49
6.4.4.	Isochrony	53
6.4.5.	Porovnání změn smykového modulu a fázového úhlu	57
7.	VZÁJEMNÉ ZÁVISLOSTI VÝSLEDKŮ	58
8.	ZÁVĚR.....	66
9.	Seznam použité literatury	68
10.	Seznam příloh	73

1. ÚVOD

V posledních několika letech roste jak zatížení od těžkých nákladních vozidel, tak samotná intenzita na dopravních komunikacích. Zároveň na trzích neustále rostou ceny asfaltu a můžeme předpokládat, že tento trend bude i nadále pokračovat. V dnešní době tyto okolnosti vytvářejí stále větší požadavky na efektivnost a životnost asfaltových směsí a pojiv, aby bylo možné z dlouhodobějšího hlediska udržet celkové náklady na komunikace v přijatelných mezích.

Z tohoto důvodu vyplývají rostoucí nároky na asfaltová pojiva, která se modifikují přidáním vhodných polymerů především plastomerů a elastomerů. Jinou možností je přidání drcené pryže z ojetých pneumatik do silničního asfaltu. Díky těmto přísadám se zlepšují mechanicko - fyzikální vlastnosti pojiv. S rozvojem těchto asfaltů v silničním stavitelství dochází také k rozvoji a vytváření nových zkušebních metod jako je například reologie.



Graf č. 1 Vývoj ceny asfaltu na Americké burze [1]

Důležitou vlastností asfaltových směsí je jejich životnost, po kterou plní svoji funkci. Lze předpokládat, že v následujících letech budou vyvíjeny zvýšené požadavky, právě na tuto vlastnost asfaltových pojiv a to z důvodů jak prodloužení životnosti tak možnosti opětovného použití zestárlého asfaltu při recyklaci. Degradaci neboli stárnutím asfaltu se jako první začali vážněji zabývat ve spojených státech roku 1987 v programu „Strategic Highway Research Program“, který měl za cíl zlepšit trvanlivost, výkonnost a bezpečnost amerických vozovek.

Tyto výzkumné práce se týkaly asfaltových pojiv a asfaltobetonových směsí, které vycházely z předpokladu, že empirickými zkouškami jako je bod měknutí, penetrace nebo bod lámavosti lze asfalty charakterizovat či třídit, ale že nepřesně vypovídají o vlastnostech asfaltových pojiv jako viskoelastických materiálů. Na základě provedeného výzkumu byly zavedeny nové funkční zkoušky. Tyto zkoušky se nazývají „funkčními“ z toho důvodu, že charakterizují viskoelastické chování asfaltu a lépe předpovídají chování pojiv v asfaltových směsích, zejména v kritických podmínkách vzniku poruch - vyjetých kolejí, nízkoteplotních trhlin a únavových trhlin asfaltových vozovek. [2]

1.1. Cíle diplomové práce

Cílem diplomové práce je určení empirických laboratorních vlastností vybraných silničních asfaltů a polymerem modifikovaného asfaltu a tyto zkoušky srovnat s výsledky reologických zkoušek určených pomocí dynamického smykového reometru (DSR), který zastupuje funkční zkoušky. Dalším cílem práce bylo stanovení vlivu oxidativního stárnutí metodou RTFOT na výsledky laboratorních zkoušek jednotlivých pojiv.

1. Dle zadání byly provedeny zkoušky dle platných českých norem:
 - a) Stanovení penetrace jehlou dle ČSN EN 1426
 - b) Stanovení bodu měknutí metodou kroužek a kulička dle ČSN EN 1427
 - c) Stanovení dynamické viskozity geometrií kužel – deska v dynamickém smykovém reometru
 - d) Stanovení komplexních smykových modulů a fázových úhlů při vybraných teplotách a frekvencích dle ČSN EN 14770 [11]
2. Dále bude popsán vliv oxidačního stárnutí metodou tepelné stálosti v tenké pohyblivé vrstvě (RTFOT) podle ČSN EN 12607-1 na výše uvedené vlastnosti.
3. Určení vlivu prodlouženého oxidačního stárnutí RTFOT (rakouská metoda trojnásobného RTFOT).
4. Výsledky zkoušek budou vyhodnoceny, srovnány a budou zjišťovány vzájemné korelace mezi výsledky jednotlivých zkoušek.

Zadání práce směřuje k ověření možnosti zastoupit empirické zkoušky asfaltů používaných v provozovaných vozovkách, kde jsou vystaveny jevům stárnutí, zkouškami funkčními, které jsou méně pracné (potřebují méně asfaltu a příprava vzorku je snadná), automatizované a přesnější. Zadání diplomové práce navazuje na výzkumný projekt, jehož cílem je posoudit vliv stárnutí asfaltů na vlastnosti asfaltových vrstev a jejich dobu životnosti.

2. REOLOGICKÉ VLASTNOSTI ASFALTOVÝCH POJIV

2.1. Reologie

Termínem reologie v roce 1929 profesor Bingham označil vědu zabývající se zkoumáním deformací a tečení materiálů, které neodpovídají klasickým zákonům viskozity a elasticity. V 17. století byly tyto zákony definovány Isaacem Newtonem resp. Robertem Hookem. Některé látky mají vlastnosti kapalin i pevných látek, podle toho za jakých podmínek je zkoumáme. Z toho důvodu se v průběhu 19. století ukázalo, že je ve fyzice zapotřebí nového oboru, který by umožnil zkoumání těchto nových převážně syntetických materiálů.

Můžeme tedy říci, že reologie je vědní disciplína, která se věnuje zkoumání a modelování deformačních vlastností látek, které jsou vystaveny vlivům vnějších sil. Zejména závislosti deformace a napětí. Pojem reologie vychází z řeckého panta rhei (všechno plyne). Oproti klasickým empirickým zkouškám tedy dovolují reologické zkoušky popisovat vlastnosti látek v závislosti na zatížení, teplotních intervalech, dobách či frekvencích a při různě velkých zatíženích v čase. To umožňuje zkoumat dynamický vývoj látek v čase, což je největší výhoda reologických zkoušek. Tuto přednost reologických zkoušek využijeme především u viskoelastických, pseudoplastických a pro nás nejdůležitější skupinou viskoelastických látek, do kterých řadíme asfaltová pojiva. Díky tomu můžeme u asfaltových pojiv definovat a popsat celou škálu v praxi se vyskytujících zatížení a vlivů. [12] [3]

2.2. Charakter asfaltových pojiv

Asfalty jsou termoplastické, viskoelastické hmoty, u kterých je jejich chování závislé na teplotě, rychlosti a velikosti zatížení.

V nízkých teplotách nebo při vysokých frekvencích zatížení (rychle poježdějící nákladní automobily) se asfalt chová jako pružný a pevný materiál. Jako pružné těleso si můžeme například představit gumový pásek, který se při zatížení deformuje a po odlehčení se vrací do původního tvaru. Pokud ovšem nedojde k překročení meze únosnosti a porušení materiálu, což u asfaltů znamená tvorbu smršťovacích trhlin.

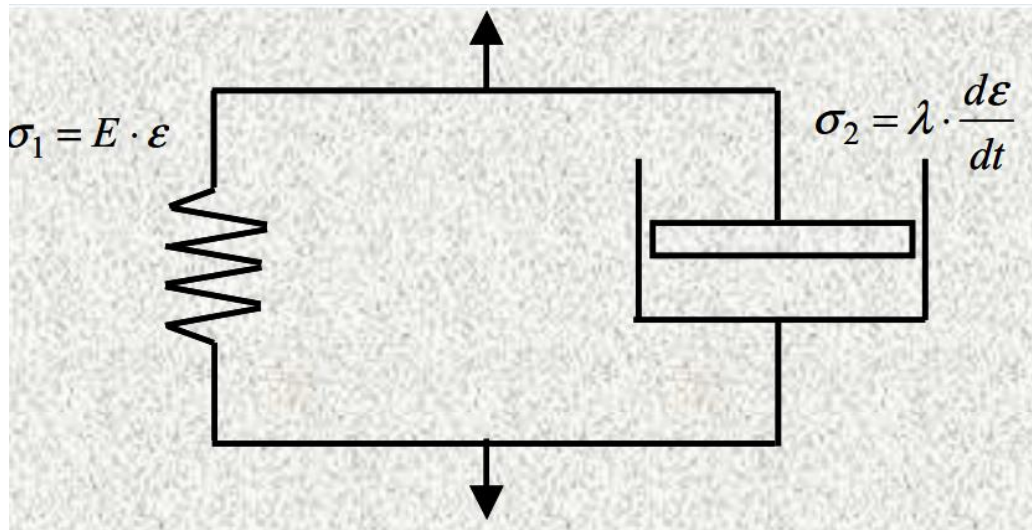
Další rozdílné chování můžeme sledovat při vysokých teplotách nebo při trvalém zatížení (parkující vozidla). Za těchto podmínek se asfalt chová jako viskózní kapalina. Při těchto podmínkách ve vrstvách způsobuje triaxiální napětí, které může způsobit vzájemné posunutí ve směsi. Z toho vyplývá, že hlavní složkou, která přenáší zatížení při výše

uvedených podmínkách, se stává kamenitá složka směsi. Pokud se jedná o asfaltovou směs, můžeme říci, že vlastnosti Newtonovské kapaliny nabývá při teplotách vyšších než 60 °C.

Pro newtonovské kapaliny tedy platí zákon viskozity, který říká, že viskozita je přímo úměrná vnitřnímu tření kapaliny. Viskozita, jako veličina, nám charakterizuje, jak moc kapalina teče. Newtonovské kapaliny jsou například voda, vzduch a platí lineární závislost mezi třecí silou a relativní rychlostí. U ne-newtonovských kapalin se však setkáváme se složitější závislostí, která bude popsána níže.

Po většinu roku se však teplota vozovky drží mezi oběma těmito extrémy tedy velmi chladného a teplého počasí. V tomto případě se asfaltové pojivo i směs chová viskózně i pružně. Z tohoto důvodu je asfaltové pojivo považováno za poměrně složitý materiál a popis jeho vlastností je velmi náročný. Při rozehrátí se asfalt chová jako „olej“, díky tomu je možné obalení kameniva a následné zhutnění směsi. Po ochlazení nastává změna a asfalt se chová jako „lepidlo“ zajišťující soudržnost směsi. V tomto okamžiku se již chová viskoelasticky a jeho vlastnosti jsou závislé na teplotě a velikosti zatížení.

Graficky lze toto chování popsat modelem „pružina – tlumič“, kde tlumič slouží pro popis viskózní charakteristiky a pružina vyjadřuje elastické chování. Tento model je zachycen na obrázku 1. [3] [4]



Obr. č. 1 Model pružina – tlumič [4]

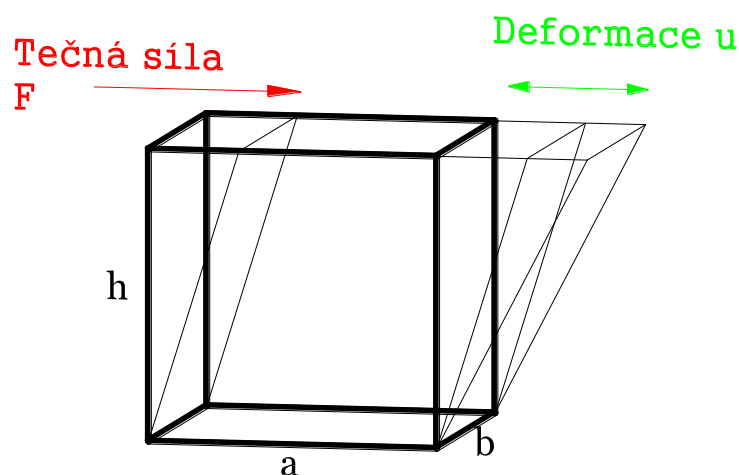
Asfaltové pojivo jakož to látka, která vykazuje viskózní i elastickou složku chování, je také náchylná na porušení. Vzniká-li v látce dostatečně velké přetvoření, může dojít k porušení struktury materiálu (to nastává, pokud elastický charakter přechází ve viskózní), v této souvislosti se provádí analýza tečení látek. Tečení lze definovat jako pomalou deformaci materiálů obvykle při konstantním napětí. V takovém případě je u viskoelastických látek původně elastické chování postupně ovlivňováno viskoelastickými efekty. [3] [4]

2.3. Viskozita asfaltu

Viskozita je základní veličinou v reologii, která charakterizuje tokové chování a určuje míru vnitřního odporu látky vůči vnějšímu zatížení neboli odporu proti tečení. Základními veličinami je smykové napětí τ a smykové přetvoření γ . Smykové napětí je dáno poměrem síly F a plochy A , na kterou působí síla. Smykové přetvoření lze popsat na kvádru, jehož spodní podstava je pevně přikotvena k podložce. Při působení boční síly v rovině horní podstavy tohoto kvádru dojde za předpokladu ideálního pevného tělesa k elastické deformaci (smyku) a kvádr se podle známé definice Hookova zákona vychýlí do nové pozice dle vztahu:

$$\gamma = \frac{\delta u}{h}$$

Kde: γ smykové přetvoření, bezrozměrné
 δu deformace, v m
 h výška zkušebního tělesa, v m



Obr. č. 2 Znáznornění smykového přetvoření a napětí

Pomocí smykového přetvoření můžeme u ideálních kapalin vypočítat smykový gradient (někdy označovaný jako smyková rychlost, rychlost smykového přetvoření, smykový stupeň nebo stříhový spád). Tento gradient je konstantní míra při působení smykového napětí k průběžné deformaci. Vypočítá se pomocí diferenciální rovnice jako změna smykového přetvoření v čase:

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt}$$

Kde: $\dot{\gamma}$ smyková rychlost, [1/s]
 $d\gamma$ derivace smykového přetvoření, [-]
 dt derivace dle času, [s]

Vlastní dynamická viskozita je pak definována jako poměr mezi smykovým napětím τ a smykovým gradientem $\dot{\gamma}$, která vychází prvořadně z Newtonovské teorie kapalin:

$$\eta = \tau \cdot \dot{\gamma} = \frac{\tau}{\dot{\gamma}}$$

Kde: η dynamická viskozita, [Pa/s]
 τ smykové napětí, [Pa]
 $\dot{\gamma}$ smyková rychlost, [1/s]
 γ smykového přetvoření, [-]

V tomto vztahu smykové napětí prakticky vyjadřuje velikost krouticího momentu a ze smykového přetvoření lze vyjádřit počet otáček za časovou jednotku.

Jak již bylo naznačeno výše, viskozita vyjadřuje vlastnosti kapalné nebo plynné látky, u kterých se snažíme vymezit nevratné změny tvaru či objemu vlivem působení vnější síly. Rozlišujeme viskozitu dynamickou η a kinematickou viskozitu ν , které jsou vzájemně provázané prostřednictvím hustoty látky ρ :

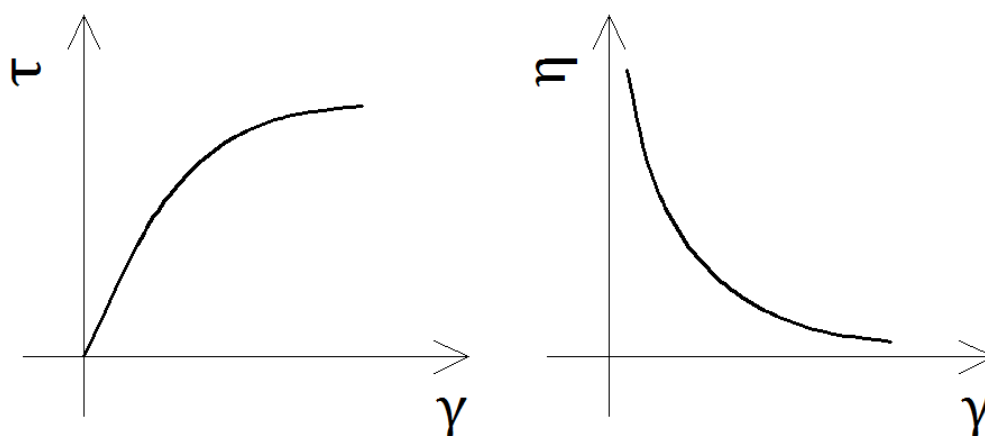
$$\nu = \frac{\eta}{\rho} \left[mm^2/s \right]$$

V oblasti této části stavební mechaniky nás zajímá především dynamická viskozita, která se v Newtonovské rovnici proudění chápe jako poměrová konstanta v Pa·s (N*s/m²). Fyzikální chování kapaliny při působení vnějších sil závisí na:

- fyzikálně-chemických vlastnostech
- teplotě, čase a tlaku
- smykové rychlosti
- u suspenzí též na elektrickém poli [8]

Při zkoumání vlastností asfaltu nás zajímají jen čtyři ze šesti uvedených veličin, a sice materiálové vlastnosti, teplota, čas a smyková rychlost. Existují však vážné domněnky, že viskozita asfaltu není závislá jen na teplotě samotného vzorku, nýbrž je ovlivněna i skutečností, zda bylo této teploty dosaženo z vyšší nebo naopak nižší teplotní úrovně. Dynamická viskozita se u asfaltů pohybuje při teplotě 20 °C okolo 10⁸ mPa·s.

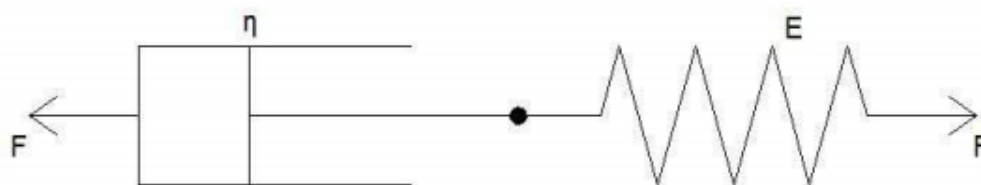
Podle závislosti η na uvedených veličinách můžeme vlastnosti vyjádřit viskózní křivkou, která znázorňuje viskozitu a také tokovou křivkou, která znázorňuje závislost napětí a smyku. [3] [9]



Obr. č. 3 Toková a viskózní křivka

V případě Newtonovských kapalin stačí pro stanovení tokové křivky změřit hodnoty γ a τ ve dvou bodech. U ne-newtonských kapalin musíme tokovou křivku měřit na celém intervalu γ .

U viskoelastických látek (asfaltů), na rozdíl od látek viskózních (vody), 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. Viskoelastickou látku v případě asfaltového pojiva z hlediska modelování a popisu reologického chování v této souvislosti nejčastěji nahrazuje Maxwellovým reologickým modelem (viz obrázek 3), který je založen na sériovém řazení Hookovy pružiny (pružná látka) a Newtonova pístu (viskózní kapalina).[4]

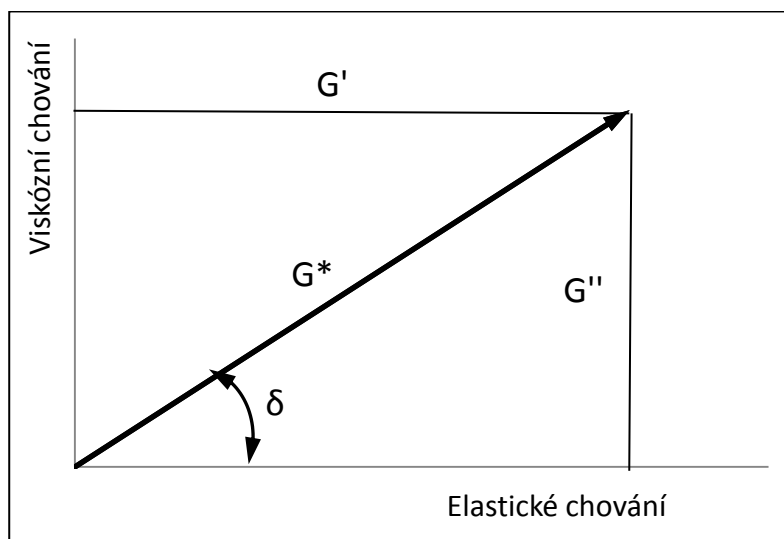


Obr. č. 4 Maxwellův model

2.4. Komplexní smykový modul

Viskózní a elastické chování asfaltových pojiv se dá popsat prostřednictvím komplexního smykového modulu G^* a fázového úhlu δ a to při různých teplotách a frekvencích. Komplexní smykový modul G^* nám popisuje odpor asfaltového pojiva proti deformaci při vystavení opakovaným pulzům smykového napětí. Veličina G^* se skládá

z elastické složky G' , která je vratná a je také označována jako reálná část komplexního modulu. Druhou složkou je viskózní (nevratná) složka G'' , označována jako ztrátový modul.



Obr. č. 5 Složky komplexního modulu

Hodnoty G^* a δ jsou silně závislé na teplotě a frekvenci, při daných podmínkách tvoří sdružené hodnoty, které lze znázornit jako vektor nebo komplexní číslo s elastickou a viskózní složkou. Pokud bude asfaltové pojivo namáháno nízkými frekvencemi nebo za vysokých teplot, bude komplexní modul nízký a fázový úhel větší, to znamená, že se pojivo chová jako kapalina. Se snižující teplotou nebo rostoucí frekvencí se asfalt stává tužší a elastičtější, z toho plyne, že hodnoty G^* porostou a fázový úhel se bude blížit k hodnotě 0.

2.5. Stárnutí asfaltu

Asfaltové pojivo je organická sloučenina a jako taková podléhá stárnutí a změně svých mechanických i chemických vlastností v čase. Pojivo stárne v důsledku působení okolního prostředí, jako je UV záření, oxidace vzduchem, opakovaným namáháním a podobně.

Ke stárnutí dochází ihned po výrobě při skladování, převozu a zpracování. Dlouhodobé stárnutí se uplatňuje při vlastním fungování v položené asfaltové směsi.

2.5.1. Druhy stárnutí

Stárnutí asfaltových pojiv v sobě zahrnuje více dějů, které ve své podstatě mají dohromady pramálo společného. Způsob stárnutí se liší jak ve zdroji, tak následně ve druhu změny vlastností asfaltového pojiva. Hlavní druhy stárnutí chápeme tyto tři: stárnutí odpařováním, stárnutí oxidací a stárnutí strukturní.

Odpařování – nedílnou součástí asfaltových pojiv jsou olejové látky, které se vlivem vysokých teplot zejména při zpracování asfaltu odpaří. Jedná se o nevratný děj. S vyšší

teplotou dochází ke snižování viskozity asfaltu a se zvyšováním plochy dochází ke zvyšování odparu těkavých olejnatých látek. Asfalty s vyšším podílem asfalténů a obsahem malténů s nižší penetrací mívají vyšší hmotnostní ztrátu vlivem odpařování, než asfalty s nižším obsahem asfalténů. Stárnutí vlivem odpařování má nejmenší podíl na celkových změnách vlastností pojiva. [5].

Oxidace – jak už z názvu vyplývá, jedná se o stárnutí vlivem kontaktu asfaltu se vzduchem. Jeho rychlost je závislá na teplotě. S každým zvýšením teploty o 10 °C dochází ke zdvojnásobení rychlosti reakce [5]. Oxidaci dále napomáhá i UV záření, díky kterému dochází ke zrychlení absorpce kyslíku. Pokud by k záření nedocházelo, oxidace by probíhala výrazně pomaleji. Díky oxidaci se zvyšuje tvrdost a křehkost asfaltu. Má tedy velký vliv na životnost a věnuje se jí vyšší pozornost.

Stárnutí strukturální – při tomto stárnutí dochází ke změně koloidních částí dispergované koloidní částice. To znamená, že se částice shlukují do větších, což má za následek menší měrný povrch. Následně dochází k uvolňování olejnatých složek a jejich vsakování do kameniva. Asfalt se tak stává tvrdší a křehčí, to má za následek vznik trhlin.

Výsledek těchto stárnutí má za následek zvýšení hodnoty bodu měknutí a snížení penetrace. V zásadě je můžeme rozdělit do dvou kategorií a to termálně oxidační, které probíhá při skladování a zpracování asfaltových pojiv. Dále pak na strukturálně-oxidační, probíhající za nižších teplot, za působení slunečního a UV záření na povrch hotového krytu vozovky. [5] [6]

3. METODIKA ŘEŠENÍ

Cílem diplomové práce je srovnání vlastností šesti vzorků asfaltových pojiv, k tomuto účelu byly zvoleny čtyři silniční asfalty (tři s gradací 50/70 a jeden s gradací 70/100), dále dva polymerem modifikované asfalty s různým stupněm modifikace (s gradací 45/80-50 a 25/55-65).

Z množství pojiva bylo odebráno množství určené ke stárnutí, aby bylo možné porovnat vlastnosti vlivu oxidačního stárnutí metodou tepelné stálosti v tenké pohybující se vrstvě (RTFOT) podle ČSN EN 12607-1 a vlivu prodlouženého oxidačního stárnutí 3x RTFOT.

Na takto připravených pojivech byly provedeny empirické zkoušky

- Penetrace jehlou dle ČSN EN 1426
- Bodu měknutí metodou kroužek a kulička dle ČSN EN 1427.

Protože empirické zkoušky nedokáží dostatečně popsat vlastnosti pojiv, byly provedeny tyto zkoušky pomocí dynamického smykového reometru:

- Stanovení dynamické viskozity pomocí rotoru tvaru kužele a statoru tvaru kruhové desky
- Stanovení komplexních smykových modulů a fázových úhlů ČSN EN 14770 pomocí rotoru a statoru tvaru kruhové desky

4. POUŽITÉ ZKUŠEBNÍ METODY

4.1. Penetrace

Stanovení penetrace jehlou bylo provedeno dle ČSN EN 1426 [15] s názvem Asfalty a asfaltová pojiva – Stanovení penetrace jehlou.

Penetrace vyjadřuje viskozitu vzorku vyjádřenou pomocí hloubky zatlačení normalizované penetrační jehly za předepsané teploty a zatížení a času. Teplota je předepsána 25 °C, zatížení je 100 g a působí po dobu 5 s. Jedna penetrační jednotka je zatlačení o 0,1 mm.

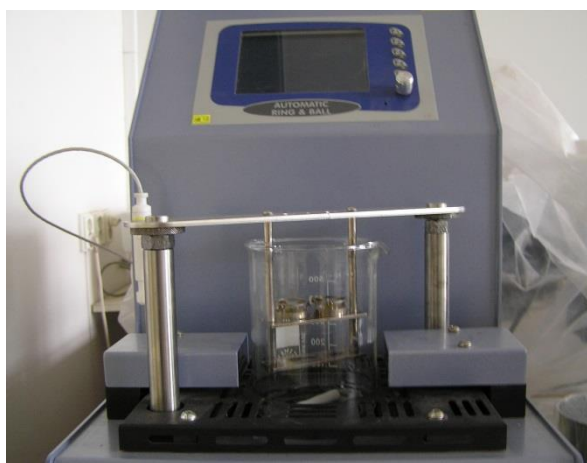
4.2. Postup zkoušky

Před samotnou zkouškou se připraví vzory pojiva do válcové nádoby o průměru 55 mm a hloubce 35 mm. Po přípravě a vychladnutí se vzorky umístí do vodní lázně o teplotě $(25 \pm 0,15)$ °C. Temperování vzorku probíhá po dobu jedné a půl hodiny. Očištěná jehla se umístí do penetrometru a nastaví se nulová hodnota nad povrchem vzorku. V této chvíli lze zahájit měření, u kterého se na stupnici sleduje hloubka vpichu jehly po 5 s.

Na jednom vzorku se zkouška provádí celkem třikrát. Výsledkem zkoušky je aritmetický průměr v desetinách milimetru zaokrouhlený na celé číslo.



Obr. č. 6 Zkouška penetrace



Obr. č. 7 Přístroj na zjištění bodu měknutí

4.3. Stanovení bodu měknutí

Stanovení bodu měknutí bylo provedeno dle ČSN EN 1427 [16] metodou kroužek a kulička. Podstatou zkoušky jsou dva vzorky kotoučovitého tvaru z asfaltového pojiva, které jsou osazeny v mosazných kroužcích a na které se osadí ocelová kulička. Ty se umístí do

vodní lázně se stojanem a jsou řízenou rychlostí zahřívány až do propadu kuličky o $(25,0 \pm 0,4)$ mm.

Průběh zkoušky je takový, že se předem připravené vzorky umístí do stojanu a spolu s osazenými kuličkami jsou vloženy do vodní lázně. Vodní lázeň se připraví z odvzdušněné destilované vody o počáteční teplotě $5\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$. Pomocí kleští se kuličky umístí do svých středících zařízení. Kapalina v lázni se následně míchá a ze spodu zahřívá tak, že teplota stoupá rychlostí 5 °C za minutu. Plynulost nárůstu teploty je důležitá k zajištění reprodukovatelnosti výsledků. U každého stanovení hodnoty bodu měknutí se zaznamená konečná teplota v okamžiku, kdy se asfalt obklopující kuličku dotkne základní desky měřicího přístroje. Zkoušku je nutné zopakovat, pokud rozdíl mezi dvěma teplotami je větší než 1 °C (pro bod měknutí pod 80 °C) nebo 2 °C (pro bod měknutí větší než 80 °C).

4.4. Krátkodobé stárnutí (RTFOT)

Stárnutí asfaltových pojiv bylo modelováno laboratorní metodou RTFOT (Rolling Thin Film Oven Test – Tepelná stálost v tenké pohybující se vrstvě). Všechny postupy, zařízení a pomůcky používané během stárnutí odpovídaly platné normě ČSN EN 12607-1.

Zkouška simuluje stárnutí pojiva, ke kterému dochází při obalování kameniva na obalovně. Při této metodě se pohybující se tenká vrstvička asfaltového pojiva zahřívá v sušárně při stanovené teplotě po danou dobu za konstantního přívodu vzduchu. Kombinovaný účinek tepla a vzduchu na asfaltové pojivo se stanoví změnou hmotnosti pojiva v našem případě i změnou jeho vlastností, zkouškou penetrace jehlou, bodu měknutí, viskozity a komplexního modulu. Všechny vlastnosti jsou měřeny před stárnutím a po stárnutí. [7]

Pro tuto zkoušku byla zapotřebí sušárna s dvojitou stěnou a elektrickým ohřevem. Dále speciální skleněné nádoby, ve kterých je vzorek po dobu zkoušky umístěn. Vážení se provádí na váze s přesností $\pm 1\text{ mg}$.

Průběh zkoušky byl následující. Pojivo se rozešlo v laboratorní sušárně na teplotu o 80 °C vyšší, než je předpokládaná hodnota bodu měknutí a přelilo se do měřicích nádob. Ke každé zkoušce bylo zapotřebí osmi nádob. Tyto nádoby se označily, zvážily a následně do nich bylo nalito přibližně $35\text{ g} \pm 0,5\text{ g}$ pojiva. Takto připravené vzorky se vložily do sušárny, kde se po dobu jedné hodiny temperovaly při teplotě $163\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$. Následně se nádoby jedna po druhé umístí vodorovně do rotujícího stojanu. Po spuštění zkoušky se stojan začne otáčet s frekvencí $15\text{ min}^{-1} \pm 0,5\text{ min}^{-1}$. Zároveň se spustí do trysky proud vzduchu nastavený $4,0\text{ l/min} \pm 0,2\text{ l/min}$. Umístění vzorku do stojanu musí proběhnout co možno v nejkratším čase,

protože pokud se do 15 minut od spuštění zkoušky teplota nedostane na požadovanou zkušební teplotu, prohlásí se pokus za neplatný a zkouška se musí opakovat. Celková doba stárnutí probíhá $75 \text{ min.} \pm 1 \text{ min.}$ Po skončení procesu se nádoby vyjmou a provede se jejich zvážení. Následně se pojivo za tekutého stavu přelege do předem připravených forem a nádob, které dále sloužily pro zkoušky bodu měknutí a zjištění penetrace.



Obr. č. 8 *Temperování vzorků pro RTFOT*



Obr. č. 9 *Zkouška stárnutí RTFOT*

4.5. Dlouhodobé stárnutí (3xRTFOT)

Zkouškou tepelné stálosti v tenké pohybující se vrstvě lze také simulovat změnu vlastností pojiva, které odpovídá jeho zestárnutí během své životnosti ve vrstvě vozovky. Průběh i vyhodnocování zkoušky je totožný jako ve výše uvedeném případě u RTFOT. Pouze s tou změnou, že se doba stárnutí vrstvy pojiva zvýší na trojnásobek. V našem případě na 225 minut. Tím samozřejmě dojde k masivnějšímu projevu oxidace a výraznějším změnám vlastností pojiva.

4.6. Rotační reometr

Obecně jsou reometry komplexní přístroje určené k charakterizaci reologického chování širokého spektra materiálů. Mnou použitý dynamický smykový reometr DSR (z anglického Dynamic Shear Rheometer) je rotační (oscilační) reometr, díky kterému můžeme zkoumat reologické vlastnosti asfaltových pojiv jak v ustáleném smykovém modulu, tak i v oscilačním modulu. Pro reologická měření této diplomové práce byl použit smykový reometr Kinexus od Britské firmy Malvern, který je umístěn v silniční laboratoři VUT v Brně. Reometr umožňuje mimo jiné měření komplexního smykového modulu a úhlu fázového posunu v širokém

rozsahu zkušebních frekvencí (1 μHz až 150 Hz) a teplot ($-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ až $200\text{ }^{\circ}\text{C}$) při zkoušce v oscilačním smyku. Přístroj je schopen vyvinout kroutící moment v rozsahu 0,05 μNm až 200 mNm při měření viskozity i při oscilačních zkouškách.

Tyto přístroje se bohužel krom jiného v dnešní době vyznačují vysokou cenou, ale i přes to se domnívám, že se postupem času začnou stávat běžnou součástí silničních laboratoří a to z důvodů, že náklady na výrobu a tím pádem i na pořizovací cenu reometru stále klesají. Navíc se výrobní náklady snižují jejich masovějším využíváním a sériovou výrobou.

Dynamický smykový reometr se skládá z pevného rámu, na kterém jsou umístěny dvě souosé části reometru. Pohyblivá část (rotor) a statická část (stator), mezi kterými je umístěn vzorek. Pohyblivá geometrie se upevňuje do vzduchového ložiska, které má takřka nulové tření a umožňuje velkou citlivost při měření. Z tohoto důvodu musí být vždy při používání reometru dostatek stlačeného vzduchu, který zajišťuje kompresor. Temperování a obecně teplotní regulace vzorku je prováděna z obou stran, aby nedocházelo k teplotním spádům po výšce vzorku. K tomuto účelu slouží teplotní jednotka Peltier s připojením chladicího zařízení Julabo.

Samotný reometr obsahuje skromný ovládací panel. Všechny příkazy a nastavení jednotlivých zkoušek se proto provádí přes připojený počítač a ovládací software R-space, který je dodáváný spolu s přístrojem.

4.6.1. Příprava a skladování vzorků

Pro zkoušky na dynamickém smykovém reometru se používají vzorky asfaltových pojiv ve tvaru malých disků, které se musí vytvořit z dodaného materiálu v plechovkách. Z důvodů dvou různých velikostí geometrií, které jsem používal, bylo zapotřebí vytvořit vzorky o velikostech průměrů 8 mm a 25 mm.

Rozehráté pojivo na teplotu, při které ho bylo možno odlévat (cca o $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ vyšší než je předpokládané hodnota bodu měknutí), nebo pojivo rozehráté po stárnutí RTFOT se nalévalo do předem připravených forem. Formy byly vytvořeny ze zalévací silikonové pasty vulkanizující po přidání katalyzátoru. Pasta a katalyzátor byly použity od firmy Lukopren s označením N 1522. Tento typ předem připravených forem, zaručoval bezpečné vyloupnutí disku bez jeho poškození a znehodnocení. Jednotlivé formy s disky byly skladovány v uzavřeném a temném prostředí z toho důvodu, aby vzorky nebyly znehodnoceny případnými prachovými částicemi a nečistotami na povrchu vzorku.



Obr. č. 10 Dynamický smykový reometr



Obr. č. 11 Měřící geometrie



Obr. č. 12 Vzorky asfaltu

4.6.2. Dynamická viskozita

Viskozita srovnávaných pojiv byla měřena v dynamickém smykovém reometru. Pro tuto zkoušku se používá kuželovitá rotující geometrie a to z toho důvodu, aby ve všech místech vzorku byla stejná smyková rychlost. Použitá měřící geometrie má průměr 40 mm, úhel stoupání je 4° a je označena CP4/40, spodní statická geometrie s označením PL65 má

průměr 65 mm. Tyto geometrie, jakožto všechny zkoušky v reometru nejsou vhodné pro měření materiálů s částicemi jako je například asfalt modifikovaný pryžovým granulátem.

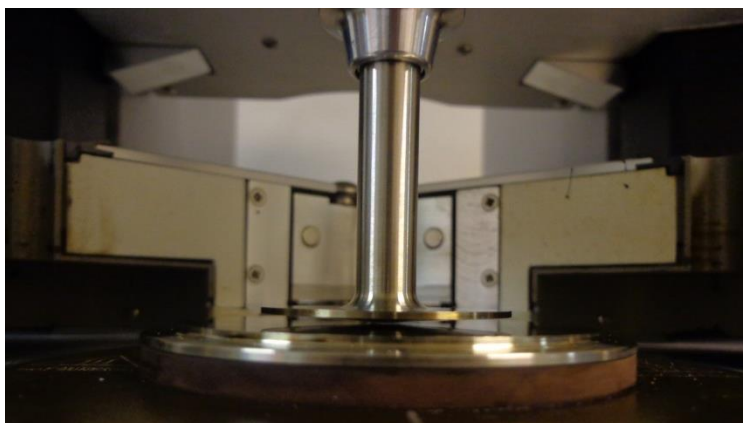
Postup při zkoušce je následující. Nejprve se spustí všechny přístroje v přesně daném pořadí od kompresoru, až po program R-space. Vloží se výše uvedené geometrie do reometru, nastaví se počáteční teplota, při které se bude vzorek temperovat před stlačením na požadovanou tloušťku. U měření dynamické viskozity byla počáteční teplota nastavena na 75 °C. V programu se dále nastaví tloušťka v ose geometrie na 0,15 mm, na kterou bude vzorek po vložení stlačen. Po dosažení požadované teploty se vloží samotný disk (vzorek) asfaltu a předem nahřátou špachtlí se provede seřiznutí přebytečného materiálu kolem zkušebních geometrií. Odstranění přebytečného materiálu se musí provést velice pečlivě, i sebemenší nepřesnosti vedou k získání zkreslených výsledků.

Reometr dále vzorek domáčkne na přesnou tloušťku, a po optické kontrole začíná samotný proces měření. Počáteční teplota je 75 °C a skokově po 15 °C se nastavuje až do teploty 165 °C. Druhou vnášenou veličinou je smyková rychlost $\dot{\gamma}$, která při každé teplotě roste od 1 s⁻¹ do 100 s⁻¹.

Před samotným spuštěním měřicího cyklu je zapotřebí pomocí programu R-space naprogramovat měřicí sekvence a tím definovat okrajové podmínky. Měřicí sekvence obsahuje údaje o teplotách a jednotlivých časech, po kterých buď probíhá měření, nebo temperování vzorku. Dále je při měření dynamické viskozity naprogramována smyková rychlost. Ta je dána jak rozsahem v s⁻¹ tak časovým intervalem, po který je její nárůst aplikován na vzorek.

Měření sleduje hodnotu viskozity za vzrůstající smykové rychlosti. U nízkých teplot převážně při 75 °C až 90 °C docházelo při vyšších smykových rychlostech k poklesu viskozity. Tento náhlý pokles byl způsoben vnitřním porušováním vzorku, měření bylo následně manuálně ukončeno a začalo se měřit na vyšší teplotě. Temperací na vyšší teplotu se stalo pojivo opět homogenní a bylo možno pokračovat ve zkoušce.

Měření viskozity bylo ukončeno na teplotě 165 °C, při které lze bez problémů zvednout horní geometrii a následně pomocí ubrousků a vhodného rozpouštědla odstranit pojivo po zkoušce.



Obr. č. 13 Měření viskozity

4.6.3. Dynamicko-mechanická analýza reologických vlastností

Pro dynamicko-mechanickou analýzu reologických vlastností viskoelastických materiálů, jako například asfaltových pojiv, se běžně používají oscilační zkoušky, které umožňují hodnotit viskózní a elastickou povahu materiálu při široké škále teplot a frekvencí zatěžování. V této zkoušce se tedy na rozdíl od měření dynamické viskozity, geometrie reometru nepohybuje v jednom směru kolem své osy, nýbrž osciluje na upevněném vzorku. Tímto způsobem se vnáší sinusové smykové přetvoření při různých teplotách. Měří se torzní moment, který lze přepočítat na smykové napětí a současně též zpoždění (fázový posun) mezi smykovým přetvořením a smykovým napětím, což je patrné z obrázku č. 10. Z naměřených hodnot se vypočítá smykový modul G^* a fázový úhel δ .

Hlavními veličinami při této zkoušce tedy jsou maximální vnesené smykové přetvoření $\gamma_{\max}$ a maximální smykové napětí $\tau_{\max}$. Tyto hodnoty se vypočítají z rovnic:

$$\tau_{\max} = \frac{2T}{\pi r^3} \quad \gamma_{\max} = \frac{\theta \cdot r}{h} \quad G^* = \frac{\tau_{\max}}{\gamma_{\max}}$$

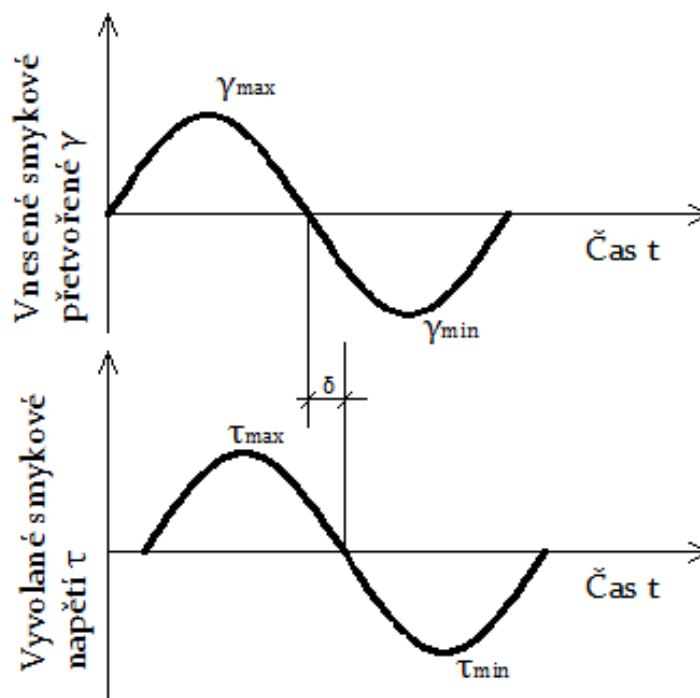
Kde $\tau_{\max}$ maximální točivý moment (Nm),

$\Gamma_{\max}$ maximální smykové přetvoření (%)

r poloměr vzorku, resp. základní desky (v našem případě 12,5 mm nebo 4 mm)

θ úhlové vybočení (rad)

h výška vzorku (1 mm)



Obr. č. 14 Průběh smykového přetvoření a vyvolaného smykového napětí

Před vlastním měřením je u této zkoušky nutné určit oblast lineárně viskoelastického chování pojiva. V této oblasti je velikost komplexního modulu G^* nezávislá na velikosti vneseného smykového přetvoření. Tato oblast byla zjištěna měřením, při kterém se za konstantní teploty měnila procentuální velikost smykového přetvoření, a sledoval se průběh komplexního modulu. V kapitole věnované výsledkům zkoušek jsou vždy uvedeny velikosti nastavených smykových přetvoření. Pomocí programu R-space se zvolené velikosti smykových přetvoření naprogramují do měřicí sekvence. Měřicí sekvence dále obsahuje další okrajové podmínky zkoušky, jako jsou zvolené teploty, jednotlivé časy temperování, tloušťka měřeného vzorku a frekvenční rozsah. Při zkouškách byla použita kompenzace tloušťky vzorku z důvodu změny jeho objemu s teplotou.

4.6.4. Dynamicko-mechanická analýza v teplotním rozsahu 10 °C až 40 °C

Z důvodů nižších teplot a tím i vyšší tuhosti pojiva při měření se u zkoušky používá geometrie s menším průměrem. Průměr rotoru i statoru je 8 mm, z toho vyplývá i použití menšího asfaltového disku o průměru 8 mm. Rozsah frekvencí při měření u jednotlivých teplot je od 0,1 Hz – 10 Hz. Tloušťka vzorku byla zvolena 2 mm.

Praktický postup u zkoušky je téměř totožný jako v případě měření viskozity s těmito rozdíly. Asfaltový disk se při umístění do reometru udržuje při teplotě 45 °C a následné měření probíhá po teplotních skocích o velikosti 5 °C. U této zkoušky je také důležité správné

umístění a oříznutí vzorku horkou špachtlí tak, aby pojivo, které tvoří po domáčknutí vydutý válec, nebylo spojeno s okraji geometrie. To by způsobilo znehodnocení výsledků.

4.6.5. Dynamicko-mechanická analýza v teplotním rozsahu 40 °C až 70 °C

U zjišťování smykového modulu a fázového úhlu v teplotním rozsahu 40 °C až 70 °C byly ve smykovém reometru použity ploché geometrie deska-deska o průměru 25 mm. Vzdálenost mezi horní a dolní destičkou byla pro zkoušku nastavena na 1 mm.

Vzorek se uloží do vytemperovaného přístroje na teplotu 75 °C. Po následném oříznutí a kontrole vzorku, probíhá samotné měření dynamicko-mechanických vlastností vzorku po teplotních skocích o hodnotě 5 °C. Změnu nastavení teploty u všech zkoušek provádí reometr automaticky, podle předem nastavených požadavků s přesností na setinu stupně. Při každé teplotě se vzorek zatěžuje v rozsahu od 10 Hz do 0,1 Hz.

Měření spolu s temperováním trvá cca dvě hodiny. Protože měření provádíme od vyšších teplot k nižším, z důvodu vyčištění a zvednutí geometrie po zkoušce, je nutno zvýšit teplotu pojiva nad bod měknutí, například na 100 °C. Mechanicky odstraníme pojivo hadříkem a zbytkové nečistoty očistíme vhodným rozpouštědlem. S takto připravenými geometriemi lze provádět měření na dalším druhu pojiva.

5. POUŽITÉ MATERIÁLY

K empirickým i funkčním zkouškám byly vybrány čtyři silniční asfalty a dva polymerem modifikované asfalty.

Silniční asfalty: Vzorky A, B, C, D

Označení	Gradace	Dodavatel
A - Litvínov	70/100	Česká rafinérská a.s.
B - Eurobit	50/70	překupník EUROBIT GROUP s.r.o.
C - Total	50/70	TOTAL ČESKÁ REPUBLIKA s.r.o.
D - OMV	50/70	OMV Česká republika, s.r.o.

Tab. č. 1 Silniční asfalty použité pro zkoušky

Polymerem modifikované asfalty: Vzorky E, F

Označení	Gradace	Dodavatel
E - Shell	45/80 - 50	Shell
F - Shell	25/55 - 65	Shell

Tab. č. 2 Polymerem modifikované asfalty použité pro zkoušky

6. VÝSLEDKY ZKOUŠEK

V následující kapitole budou popsány zkoušky, které byly na jednotlivých pojivech provedeny vždy třikrát. První sada na vzorcích neovlivněných stárnutím. Druhá sada po zestárnutí metodou RTFOT (75 minut) a třetí na pojivu zestárlém trojnásobným RTFOT (3 x RTFOT, 225 minut). Z důvodu přehlednosti jsou nejdříve uvedeny naměřené hodnoty a následně popsány a graficky znázorněny výsledky v časové posloupnosti dle stárnutí.

6.1. Stárnutí RTFOT

Před každým procesem stárnutí byly označené prázdné nádoby zváženy a následně odměřeno množství nalitého pojiva s přesností na tisícinu gramu. Po proběhnutí zestárnutí RTFOT se nádoby opět zvážily a zaznamenaly hodnoty hmotnosti. Z naměřených hmotností se vypočítala změna hmotnosti materiálu v gramech a procentech pro jednotlivé nádoby a následně byl vypočítán aritmetický průměr z těchto hodnot. Tento postup byl proveden i po dlouhodobém stárnutí. U polymerem modifikovaných asfaltů nebyl zkoumán vliv dlouhodobého stárnutí. Výsledky jsou zapsány v následující tabulce.

	Úbytek po RTFOT		Úbytek po 3 x RTFOT	
	[g]	[%]	[g]	[%]
A Litvínov	0.148	0.414	0.116	0.329
B Eurobit	0.151	0.427	0.110	0.308
C OMV	0.142	0.408	0.102	0.290
D Total	0.133	0.376	0.050	0.142
E Shell	0.118	0.338	-	-
F Shell	0.164	0.469	-	-

Tab. č. 3 Úbytek hmotnosti po stárnutí

Z tabulky je patrné, že po dlouhodobém stárnutí RTFOT je úbytek hmotnosti menší než po krátkodobém a to u všech vzorků. Tato skutečnost může být zapříčiněna tím, že u asfaltových pojiv krátkodobým stárnutím dojde k odpaření lehkých těkavých složek a dalším stárnutím na sebe asfalt váže molekuly kyslíku a ty opět navyšují jeho hmotnost.

6.2. Penetrace a bod měknutí

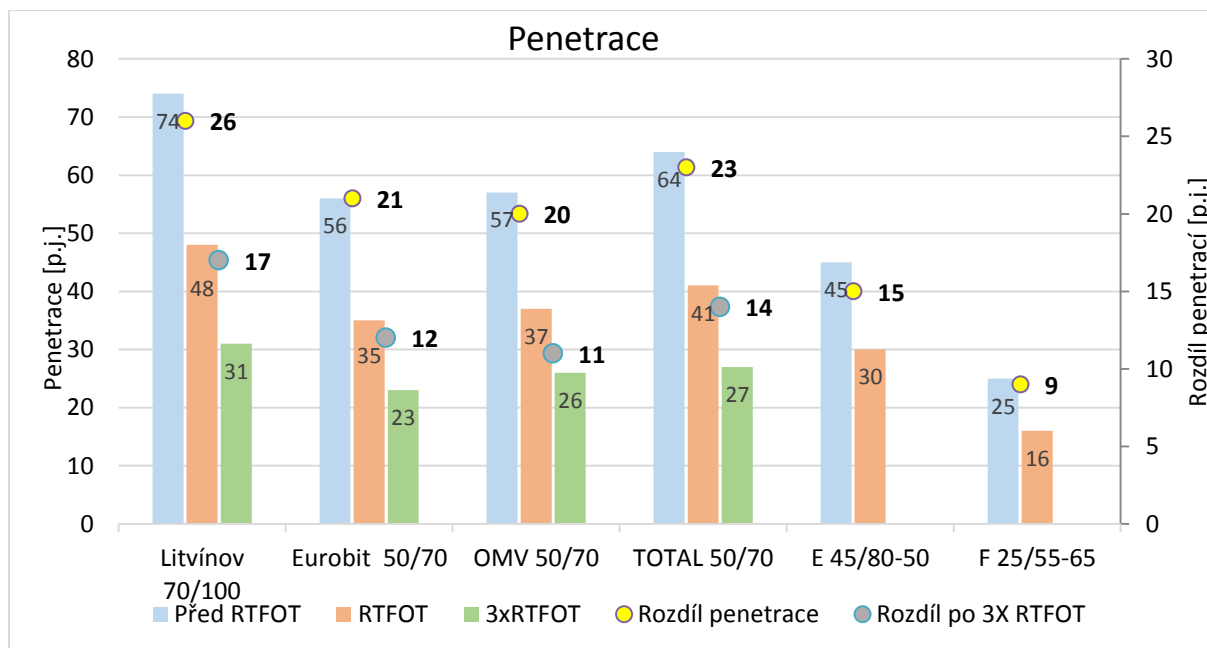
Výsledné hodnoty penetrace a bodu měknutí zkoušených pojiv jsou uvedeny v tabulce č. 4., včetně výsledků s vlivem stárnutí metodou RTFOT a dlouhodobého stárnutí 3 x RTFOT. Výsledek penetrace byl vyjádřen jako aritmetický průměr naměřených hodnot, které se dle ČSN EN 1426 nesměly lišit u pojiv A, B, C, D, E o více jak 0,2 mm a u pojiva F o 0,4mm. Bod měknutí jednotlivých pojiv je průměr ze dvou stanovení dle ČSN EN 1427.

Vzorek	-		1xRTFOT		3xRTFOT	
	Penetrace [0,1 mm]	KK [°C]	Penetrace [0,1 mm]	KK [°C]	Penetrace [0,1 mm]	KK [°C]
A Litvínov	74	46.7	48	49.3	31	55.9
B Eurobit	56	48.9	35	55.6	23	63.2
C OMV	57	47.4	37	52.9	26	59.1
D Total	64	46.7	41	51.1	27	55.6
E Shell	45	54.2	30	58.5	-	-
F Shell	25	78.2	16	81.3	-	-

Tab. č. 4 Hodnoty penetrace a bodu měknutí

Z výsledků penetrací lze vidět, že především polymerem modifikovaná pojiva jsou již před působením stárnutí na dolní hranici udávané penetrace výrobcem. Silniční asfalty měly určitou rezervu v rámci své gradace. Nejmenší rezervu měl asfalt Litvínov 70/100 a to 4 penetrační jednotky a největší rezervu měl asfalt Total 50/70, 14 penetračních jednotek. Krátkodobé i dlouhodobé stárnutí zapříčinilo dle očekávání snížení penetrace všech pojiv. Přičemž u silničních asfaltů byl tento pokles v rozmezí 20 až 26 penetračních jednotek. U modifikovaných asfaltů pak o 15 pj. a u nejtvrďšího asfaltu o 9 pj. , což je také nejnižší zaznamenaný vliv krátkodobého stárnutí na hodnotu penetrace zkoušených pojiv.

Na silničních asfaltech byly dále zjištěny hodnoty penetrace po dlouhodobém stárnutí, které dále degradovalo materiál a snížilo hodnotu penetrace v rozmezí od 11 pj. do 17 pj. Jednotlivé penetrace a jejich pokles je graficky znázorněn v následujícím grafu.

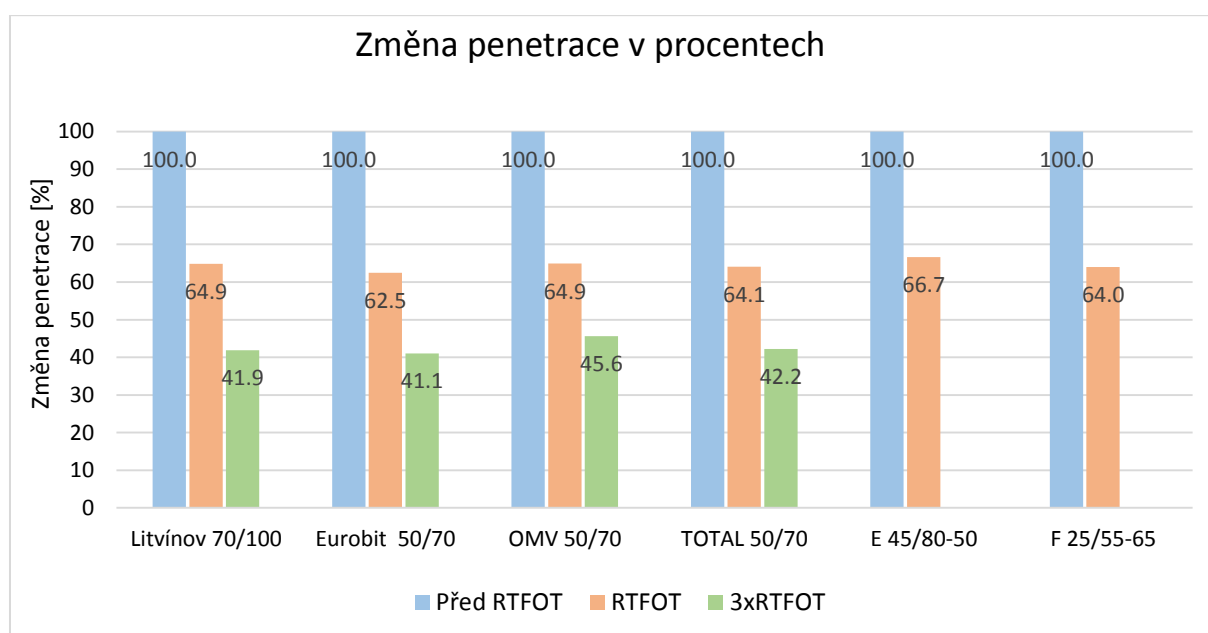


Graf č. 2 Změna penetrace po stárnutí pojiva RTFOT

Z důvodů rozdílných počátečních velikostí gradace je praktičtější znázornit změnu penetrace pomocí procentuálního zůstatku, což také požadují normy ČSN EN 12591 a ČSN EN 14023. Díky tomu můžeme lépe porovnat jednotlivá pojiva. Penetrace před stárnutím zvolíme jako 100 %, pomocí trojčlenky vyjádříme změnu v %.

Na následujícím grafu můžeme vidět, že nejmenší rozdíl penetrace po krátkodobém stárnutí vykazoval polymerem modifikovaný asfalt E Shell 45/80-50. U tohoto pojiva byla konečná hodnota 66,7 % z původní hodnoty penetrace. Největší procentuální úbytek byl u asfaltu Eurobit 50/70, který měl zbylou penetraci 62,5 %.

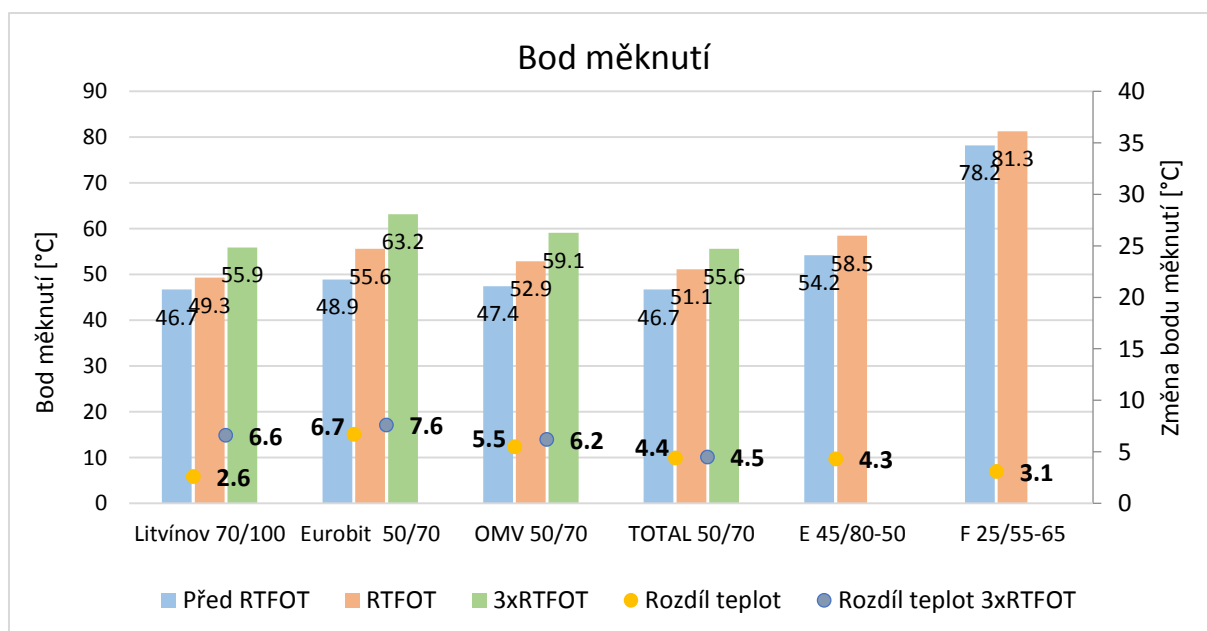
Dlouhodobým stárnutím se u silničních asfaltů dále snížila penetrace na zbylou hodnotu penetrace v rozmezí na 41,1 % až 45,6 %.



Graf č. 3 Změna penetrace po stárnutí pojiva RTFOT v procentech

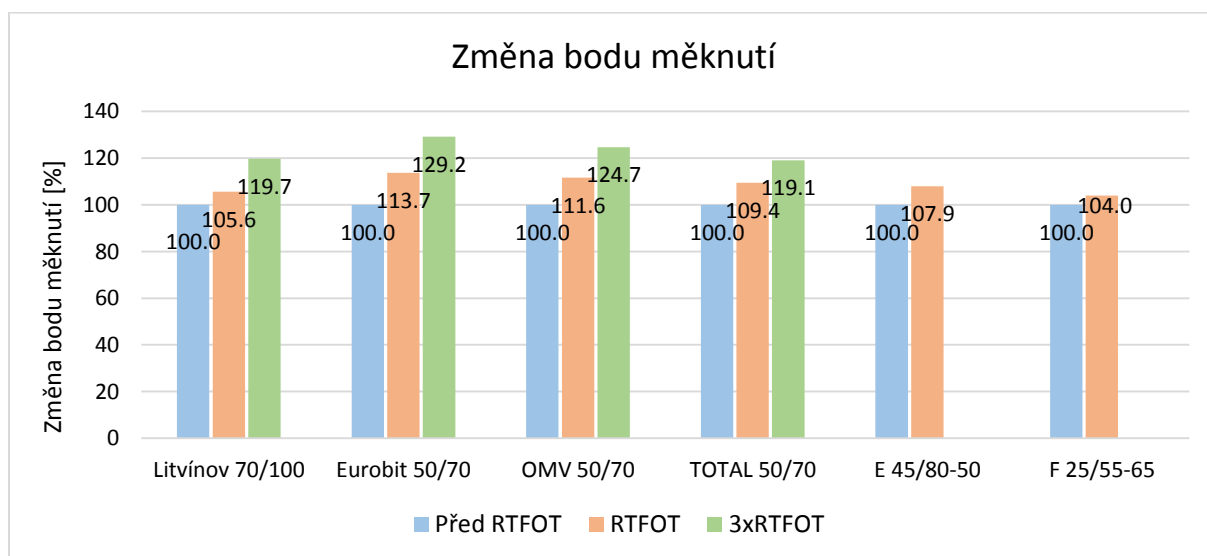
Na rozdíl od penetrace, teplota bodu měknutí vlivem stárnutí RTFOT narůstá. Bod měknutí po krátkodobém stárnutí vzrostl v rozmezí 2,6 °C až 6,7 °C, největší změna teploty bodu měknutí nastala u asfaltu B Eurobit 50/70. Jelikož povolené stárnutí po RTFOT podle ČSN EN 12591 je vyjádřeno zvýšením bodu měknutí o 11 °C, asfalt bez problémů vyhovuje požadavku normy.

Po dlouhodobém stárnutí na silničních asfaltech byt teplotní nárůst od 4,5 °C do 7,6 °C. Největší nárůst byl pozorován opět u asfaltu B Eurobit 50/70. Dokonce i zvýšení bodu měknutí po dlouhodobém stárnutí splňuje požadavek normy ČSN EN 12591 uvedený pro krátkodobé stárnutí, z čehož plyne, že požadavek je poměrně měkký ve srovnání s požadavkem zbylé penetrace, či s požadavkem na změnu hmotnosti.



Graf č. 4 Změna bodu měknutí po stárnutí pojiva RTFOT

Stejně jako u penetrací byl teplotní nárůst hodnoty bodu měknutí vyjádřen pomocí procentuální změny vůči počáteční teplotě. Nejmenší změnu z tohoto hlediska vykazovaly polymerem modifikované asfalty. Výraznější změnu bodu měknutí pak mají silniční asfalty, ze kterých největší rozdíly vykazuje asfalt Eurobit 50/70 a to jak po krátkodobém, tak dlouhodobém stárnutí.



Graf č. 5 Změna bodu měknutí po stárnutí pojiva RTFOT v procentech

Ze základních zkoušek můžeme vyvodit několik poznatků. Rozdíl termické degradace pojiva po krátkodobém stárnutí vzhledem k penetraci, tedy chování pojiva při teplotě 25 °C je u všech pojiv podobné. Rozdíl chování mezi silničními a polymerem modifikovanými pojivy je lépe patrný při vyšších teplotách, tedy u zkoušky bodu měknutí, ze které lze usuzovat, že polymerem modifikované asfalty budou postupem vlivem stárnutí méně tvrdnout a navyšovat svoji viskozitu.

Výše uvedené výsledky změny hmotnosti, zbylé penetrace a zvýšení bodu měknutí po krátkodobém stárnutí metodou RTFOT splňují požadavky normy ČSN EN 12591. Pro pojiva s gradací 70/100 a bodem měknutí v rozsahu 43 °C až 51 °C je v normě uveden požadavek na maximální změnu hmotnosti 0,8 % a zbylou penetraci minimálně 46 %. Pojivo A (Litvínov 70/100) tyto požadavky splňuje. Ostatní silniční asfalty s gradací 50/70 a rozsahem bodu měknutí mezi 46 až 54 °C splňovaly požadovanou změnu hmotnosti než maximálně povolených 0,5 % a také zbylá penetrace byla větší než minimálních 50 %. Všechny srovnávané asfalty také mají menší zvýšení bodu měknutí, než mezních 11 °C a tomuto kritériu vyhovují.

Polymerem modifikované asfalty splnily požadavky normy ČSN EN 14023 tím, že zbylá penetrace byla větší než 60 % a zvýšení bodu měknutí menší než 8 °C a u tvrdšího asfaltu s penetrací 25/55 nižší než 10 °C.

Požadavek omezující vlastnosti pojiv po dlouhodobém stárnutí není zatím stanoven, uvedené hodnoty tedy nelze absolutně porovnávat, pouze relativně.

Největší změny vlivem stárnutí lze předpokládat u asfaltu Eurobit 50/70, který má jak největší procentuální změnu penetrace, tak nejvýraznější nárůst bodu měknutí. V následujících kapitolách budou popsány vlastnosti vybraných pojiv pomocí dynamické viskozity, a komplexního smykového modulu a fázového úhlu.

6.3. Dynamická viskozita

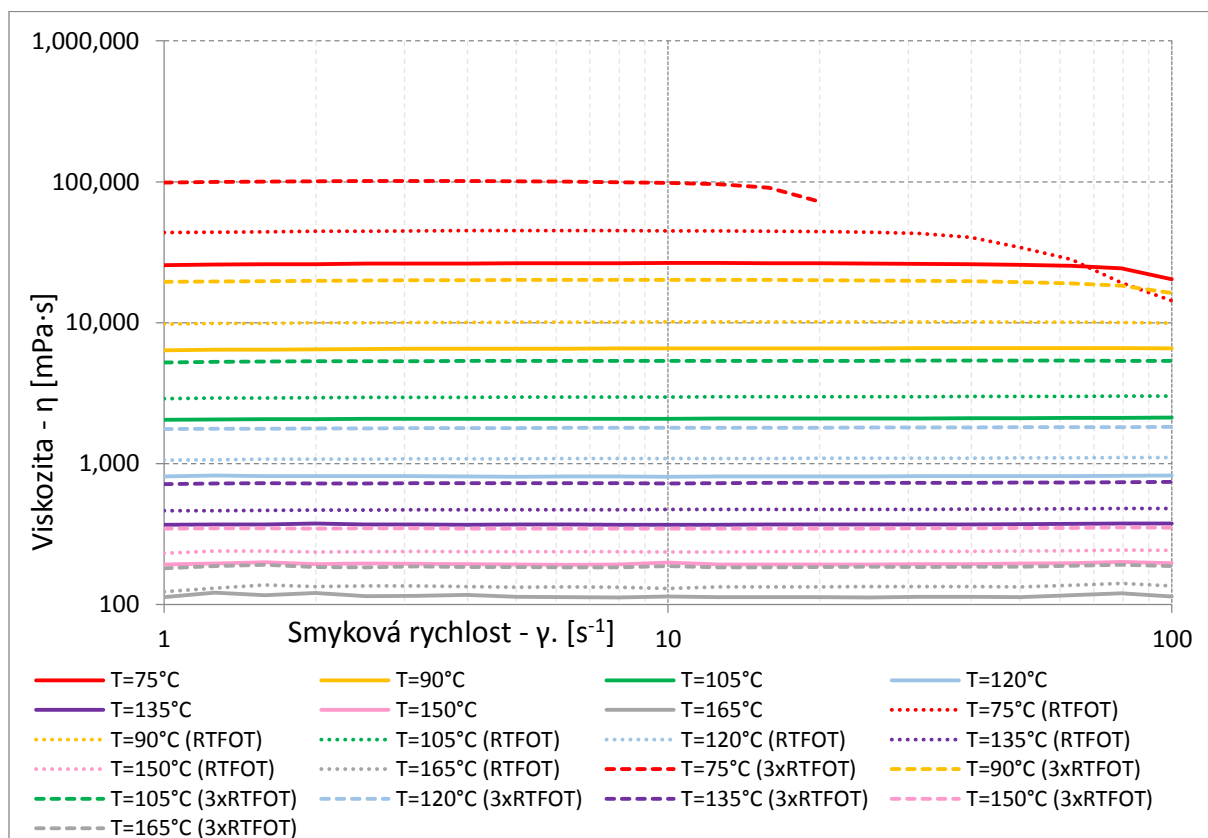
Měření dynamické viskozity srovnávaných pojiv probíhalo ve smykovém reometru. Většina vzorků byla podrobena minimálně dvěma měřeními v každém stádiu zestárnutí. U polymeru modifikovaných pojiv bylo provedeno stejně jako u penetrací a bodu měknutí měření pouze po krátkodobém stárnutí.

6.3.1. Silniční asfalty

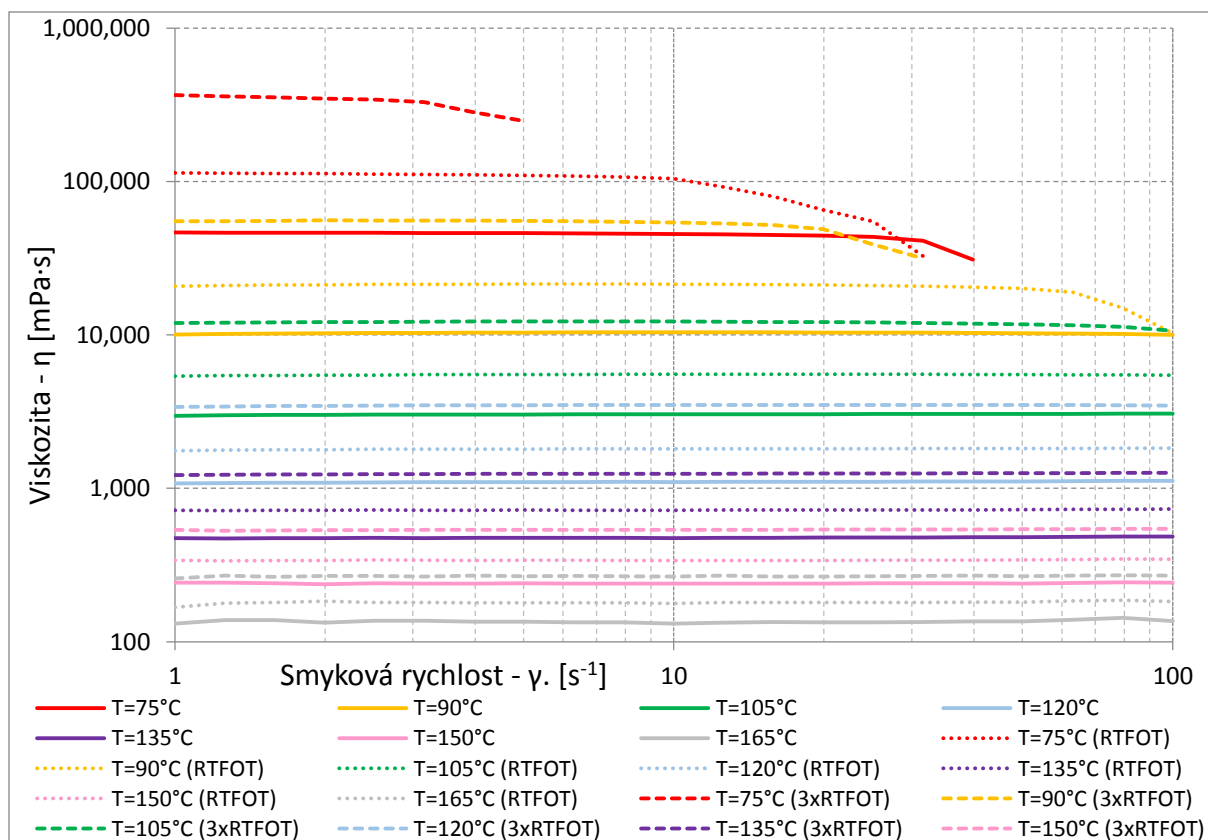
Na výsledných grafech, které vznikly zpracováním dat z reometru můžeme vidět, že u nezestárnutých silničních asfaltů, při teplotách od 90 °C je viskozita nezávislá na smykové rychlosti. Díky tomu můžeme říci, že materiály od této teploty vykazují Newtonovské chování. Při nižších teplotách dochází u vyšších smykových rychlostí k poklesu dynamické viskozity. To může být zapříčiněno jak porušením vzorku při měření, tak ne-newtonovským chováním pojiv v dané teplotní oblasti.

Obdobné chování vykazovala i polymerem modifikovaná pojiva, jen s tím rozdílem, že se tento jev projevoval i u teploty 105 °C.

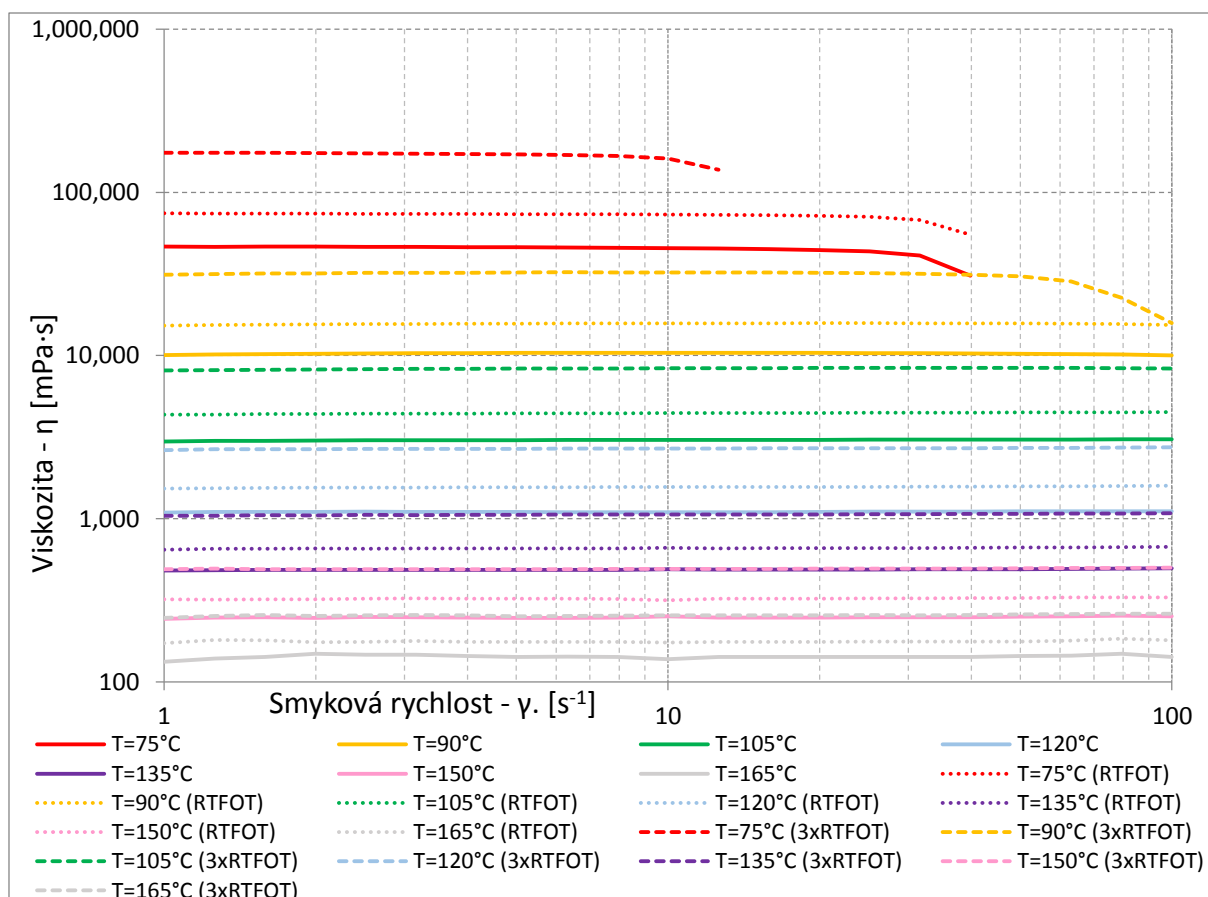
Naměřené závislosti dynamické viskozity na smykové rychlosti jsou uvedeny v následujících grafech:



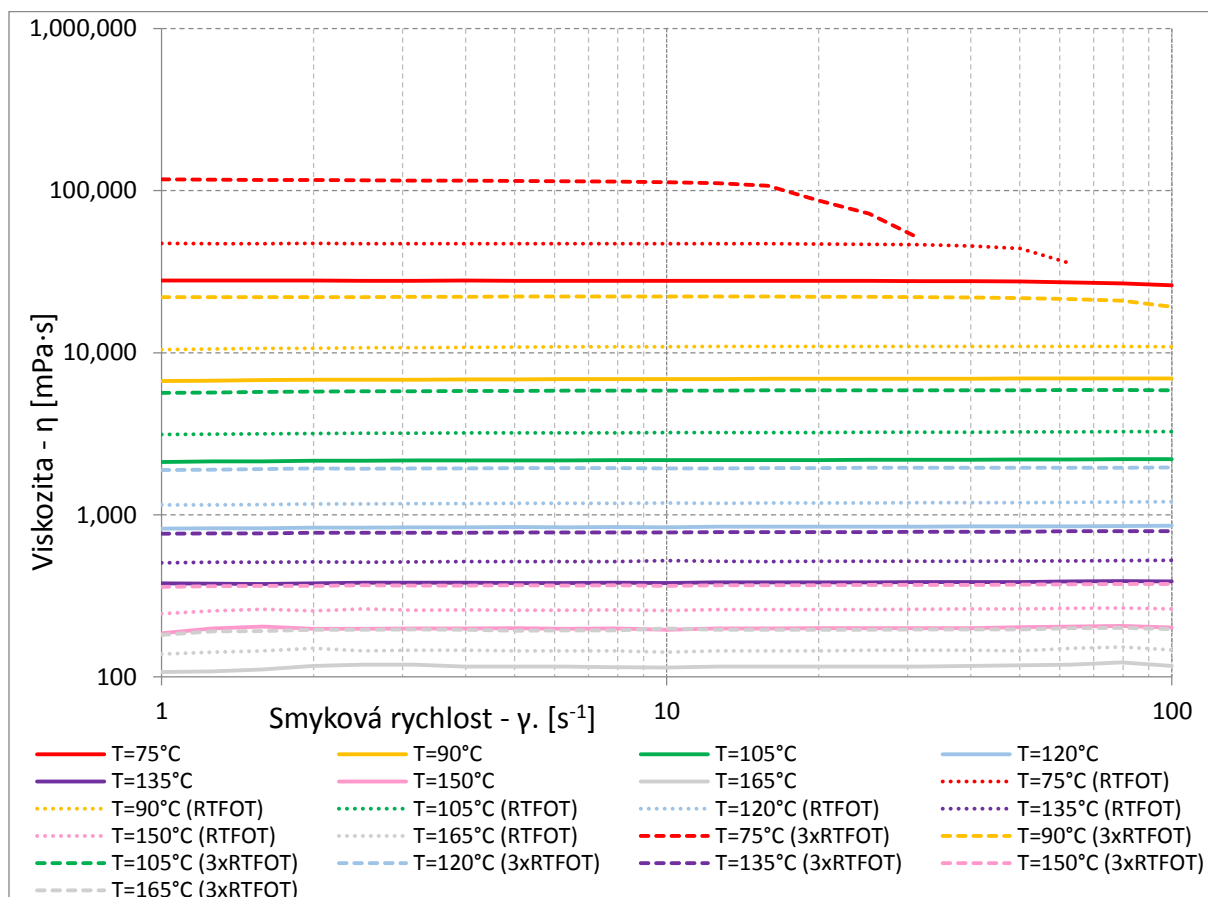
Graf č. 6 Litvínov 70/100 Viskozita / Smyková rychlost



Graf č. 7 Eurobit 50/70 Viskozita / Smyková rychlost



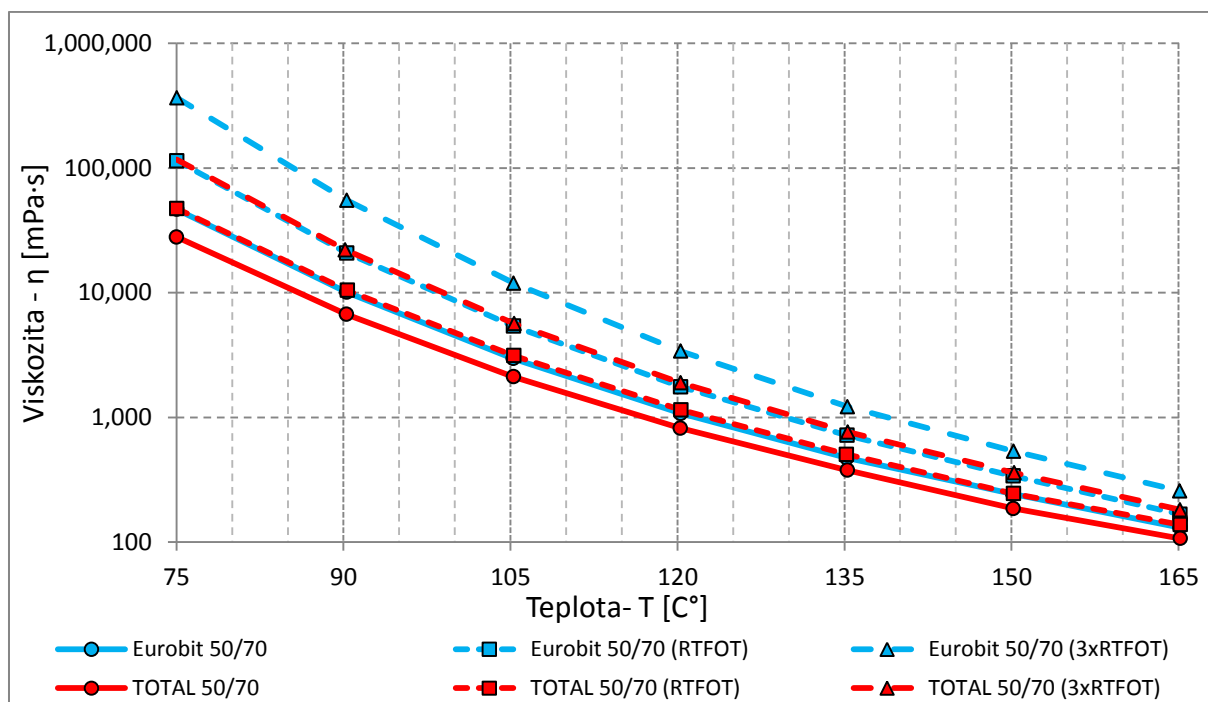
Graf č. 8 OMV 50/70 Viskozita / Smyková rychlost



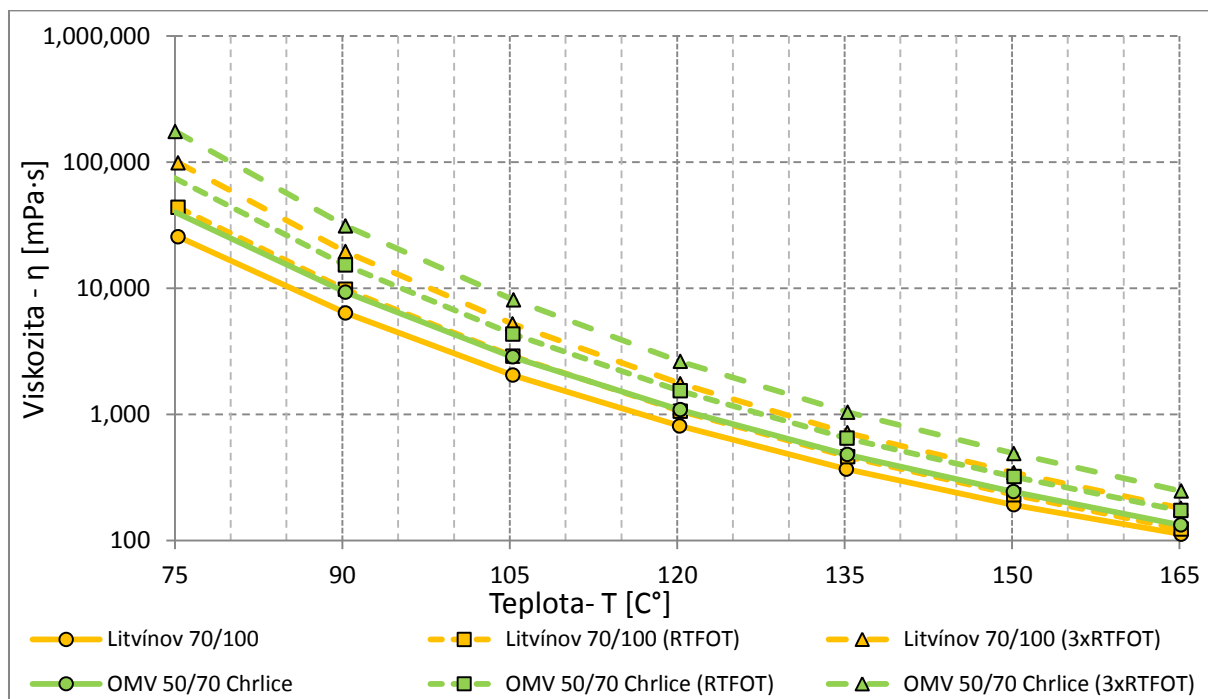
Graf č. 9 Total 50/70 Viskozita / Smyková rychlost

Na následujících grafech č.10 a č.11 je znázorněna závislost dynamické viskozity jednotlivých pojiv a na teplotě při smykové rychlosti $\dot{\gamma} = 1,0 \text{ s}^{-1}$. Výsledná křivka znázorňuje postupné snižování viskozity v závislosti na nárůstu teploty při měření. Nejnižší viskozitu logicky vykazovalo pojivo A Litvínov 70/100, které má ze všech vzorků největší gradaci. Seřazení ostatních pojiv je znázorněno v grafu č.15.

Z výsledků je patrné, že stárnutím pojiva metodou RTFOT dochází k nárůstu hodnot viskozity. Dlouhodobým stárnutím se viskozita pojiv dále navýšila.



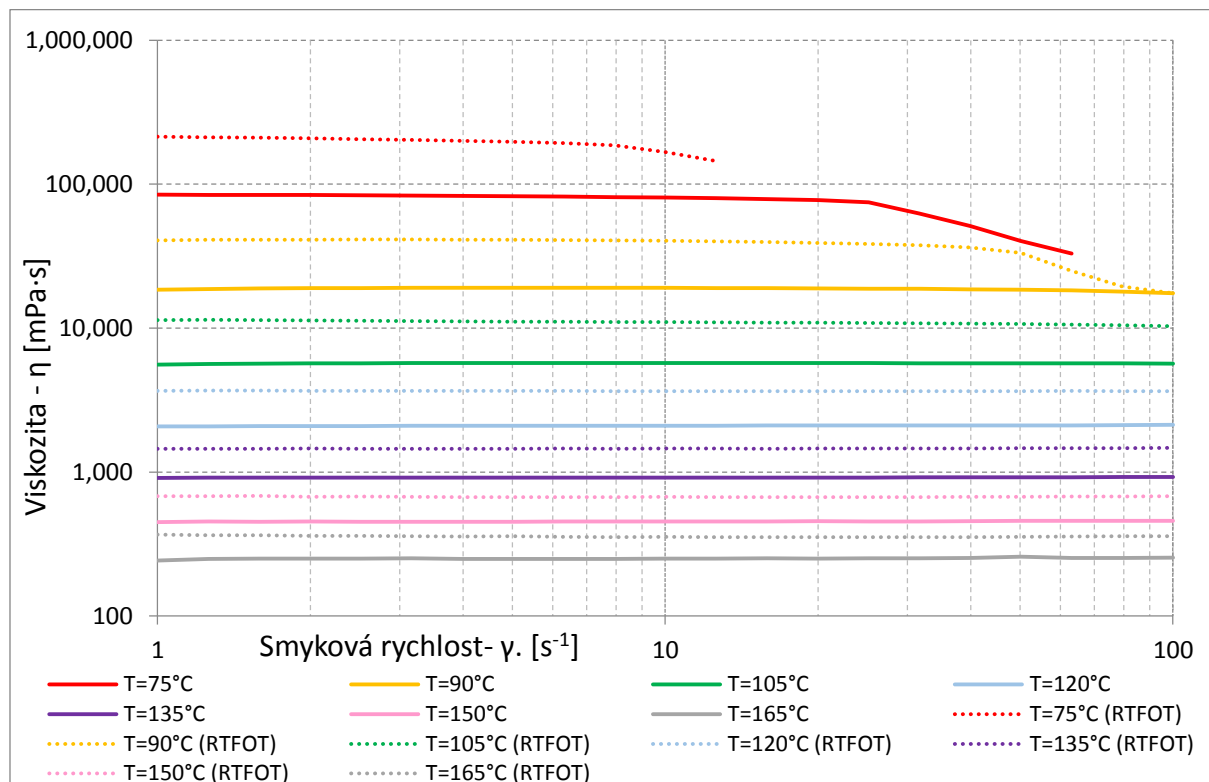
Graf č. 10 Eurobit 50/70 Total 50/70 Viskozita / Teplota (Smyková rychlost - $\dot{\gamma} = 1 \text{ s}^{-1}$)



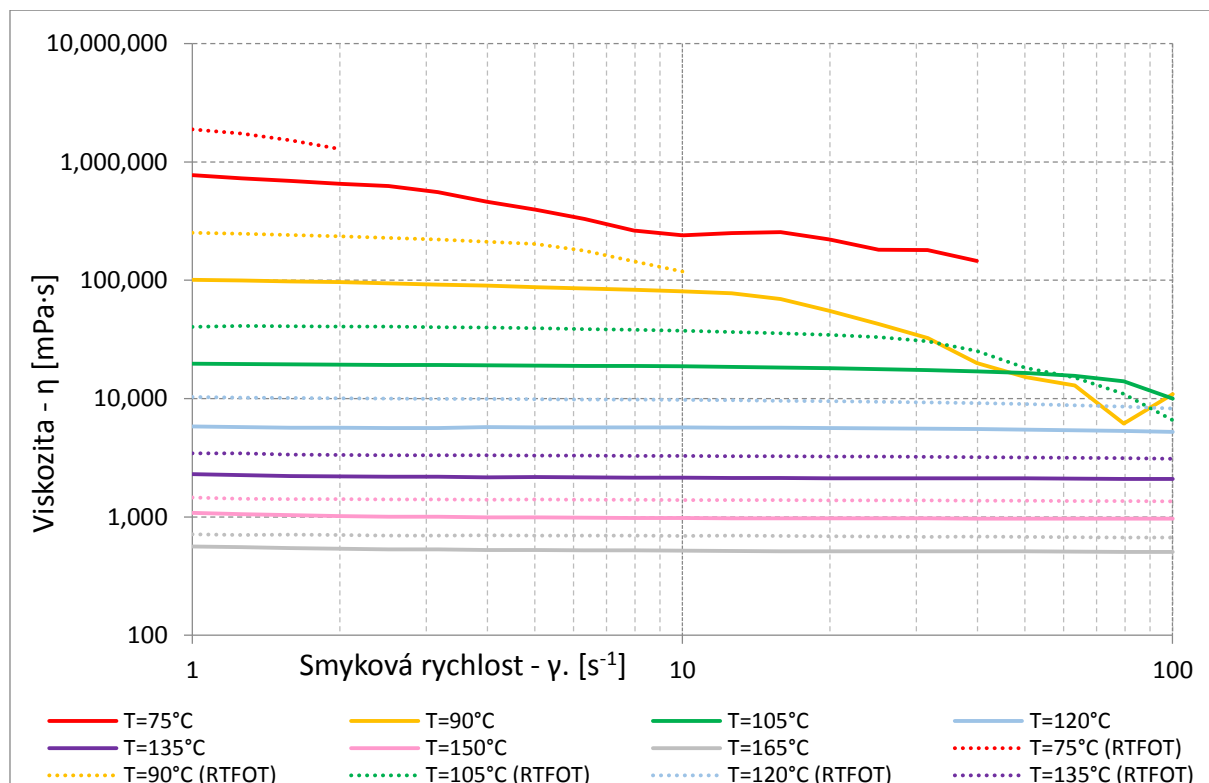
Graf č. 11 Litvínov 100/70 OMV 50/70 Viskozita / Teplota (Smyková rychlost - $\dot{\gamma} = 1 \text{ s}^{-1}$)

6.3.2. Polymerem modifikovaná pojiva

Obdobným způsobem byly zpracovány také výsledky polymerem modifikovaných pojiv, které vykazovaly podobné chování, jen s tím rozdílem, že teplota při které se projevovovala závislost viskozity na smykové rychlosti, byla patrná i u zkušební teploty 105°C.

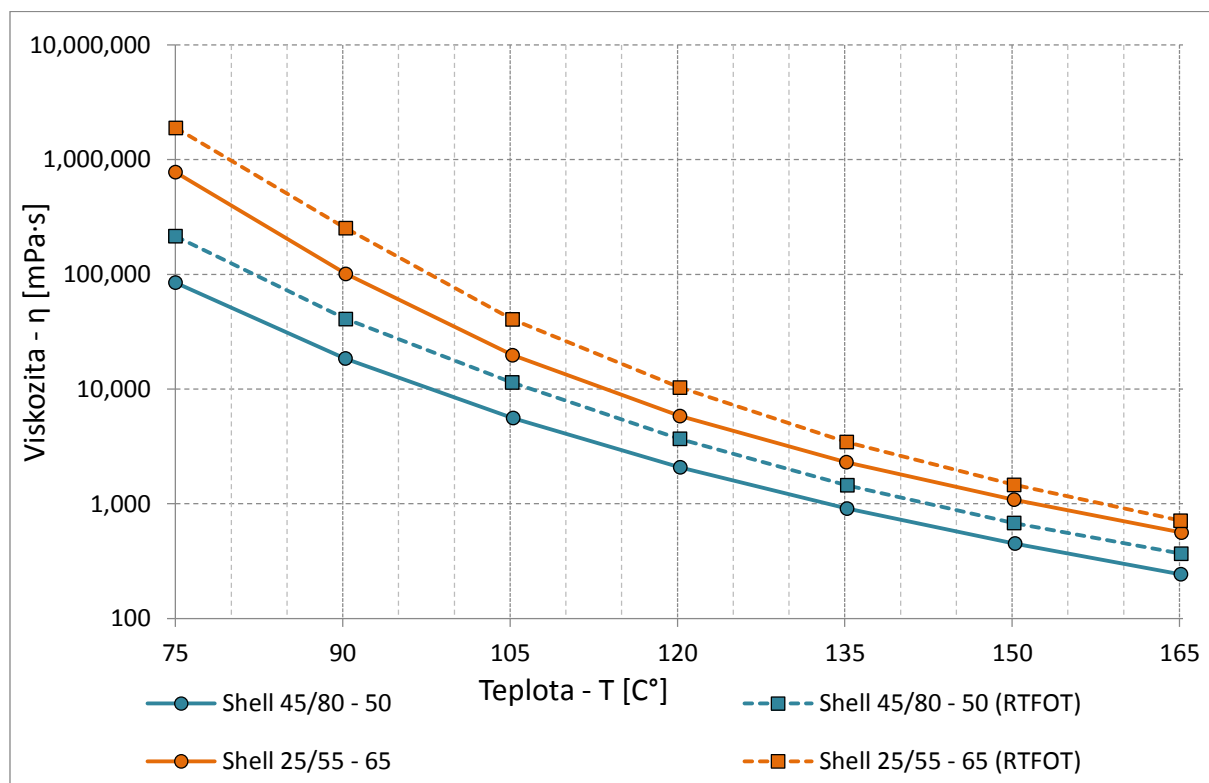


Graf č. 12 Shell 45/80 - 50 Viskozita / Teplota (Smyková rychlost - γ . = 1 s^{-1})

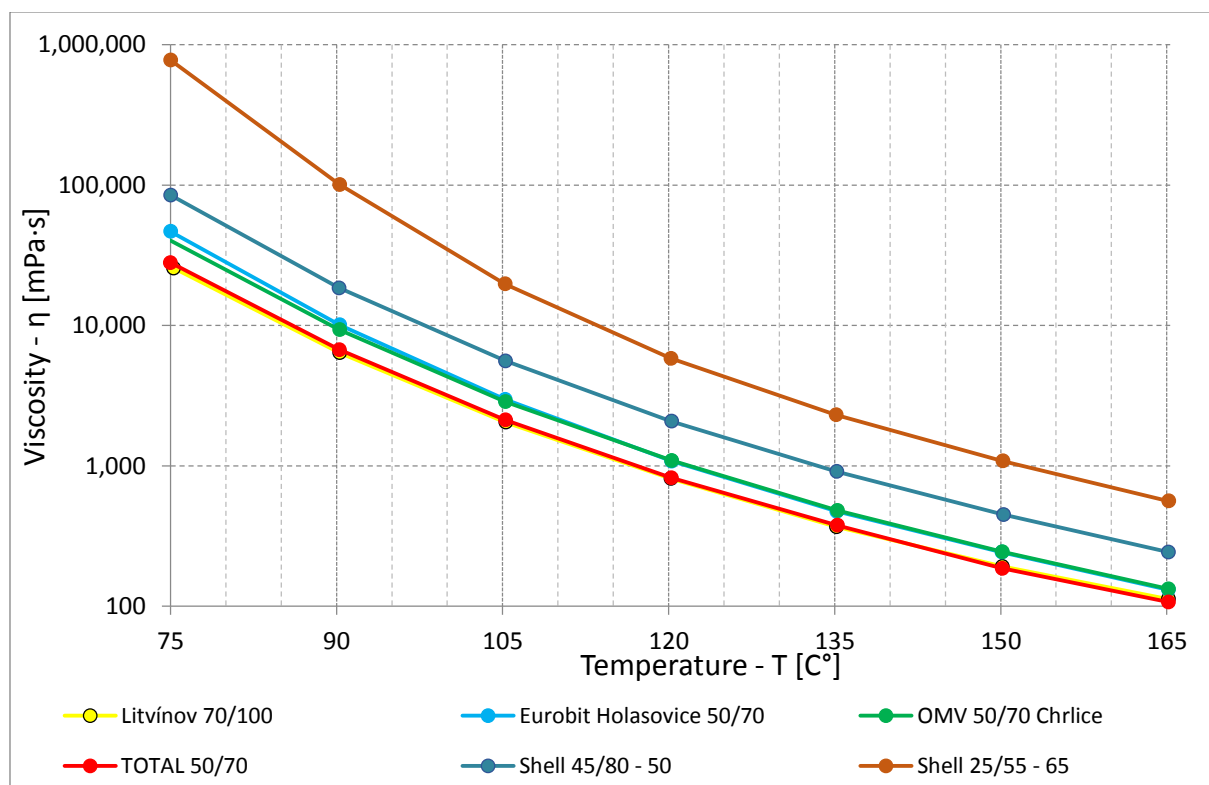


Graf č. 13 Shell 25/55 - 65 Viskozita / Smyková rychlost

Oproti silničním asfaltům měla polymerem modifikované pojiva zhruba dvojnásobnou viskozitu, díky tomu je vliv stárnutí výraznější i při vyšších teplotách.



Graf č. 14 Shell 45/80 – 50, Shell 25/55 - 65 Viskozita / Teplota (Smyková rychlost $\gamma = 1 \text{ s}^{-1}$)

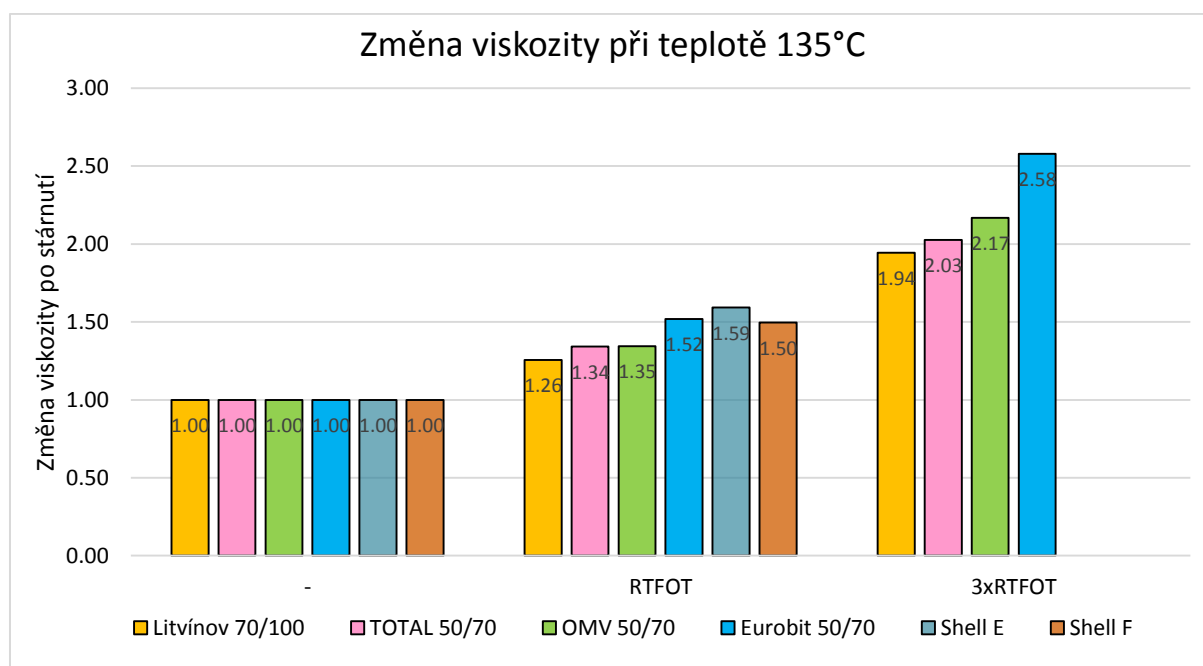


Graf č. 15 Nezestárlá pojiva Viskozita / Teplota (Smyková rychlost $\gamma = 1 \text{ s}^{-1}$)

6.3.3. Porovnání změny viskozity

Výsledky dynamické viskozity silničních asfaltů korelovaly s výsledky penetrace a bodu měknutí (seřadily se stejně jako výsledky penetrace a bodu měknutí). To se ovšem neprokázalo u polymerem modifikovaných asfaltů, které vykazovaly větší změnu viskozity oproti předpokladu vycházejícího ze základních zkoušek.

Výsledky jsou dobře patrné z vytvořeného grafu č.16, na kterém jsou znázorněny rozdíly ve velikosti nárůstu viskozity jak po dlouhodobém, tak krátkodobém stárnutí při zkušební teplotě 135 °C. Základní hodnota viskozity má velikost jedna a jedná se o viskozitu pojiva před stárnutím. Další hodnoty byly stejně jako u základních zkoušek dopočítány jako změna vůči původní hodnotě, která vystihuje velikost nárůstu.



Graf č.16 Změna viskozity při teplotě 135 °C

6.4. Komplexní smykový modul a fázový úhel

Před vlastním měřením byla na vybraných pojivech zjištěna oblast lineárně viskoelastického chování, která je dána okrajovými zkušebními teplotami a frekvencí zatěžování. Díky tomu byla určena maximální smyková přetvoření na zkušební vzorky pro následující zkoušky.

6.4.1. Hlavní křivky smykového modulu

Pro teploty 10 °C a 15°C bylo zvoleno smykové přetvoření 1 %, dále pro teploty 20 °C až 30°C bylo smykové přetvoření 1,5 % a u teplot 35°C a 45 °C toto přetvoření činilo 2 %

souhrnně pro veškeré silniční asfalty. Měření do teploty 40 °C se provádělo kruhovou geometrií o průměru 8 mm a to pouze na vzorcích čistého silničního asfaltu.

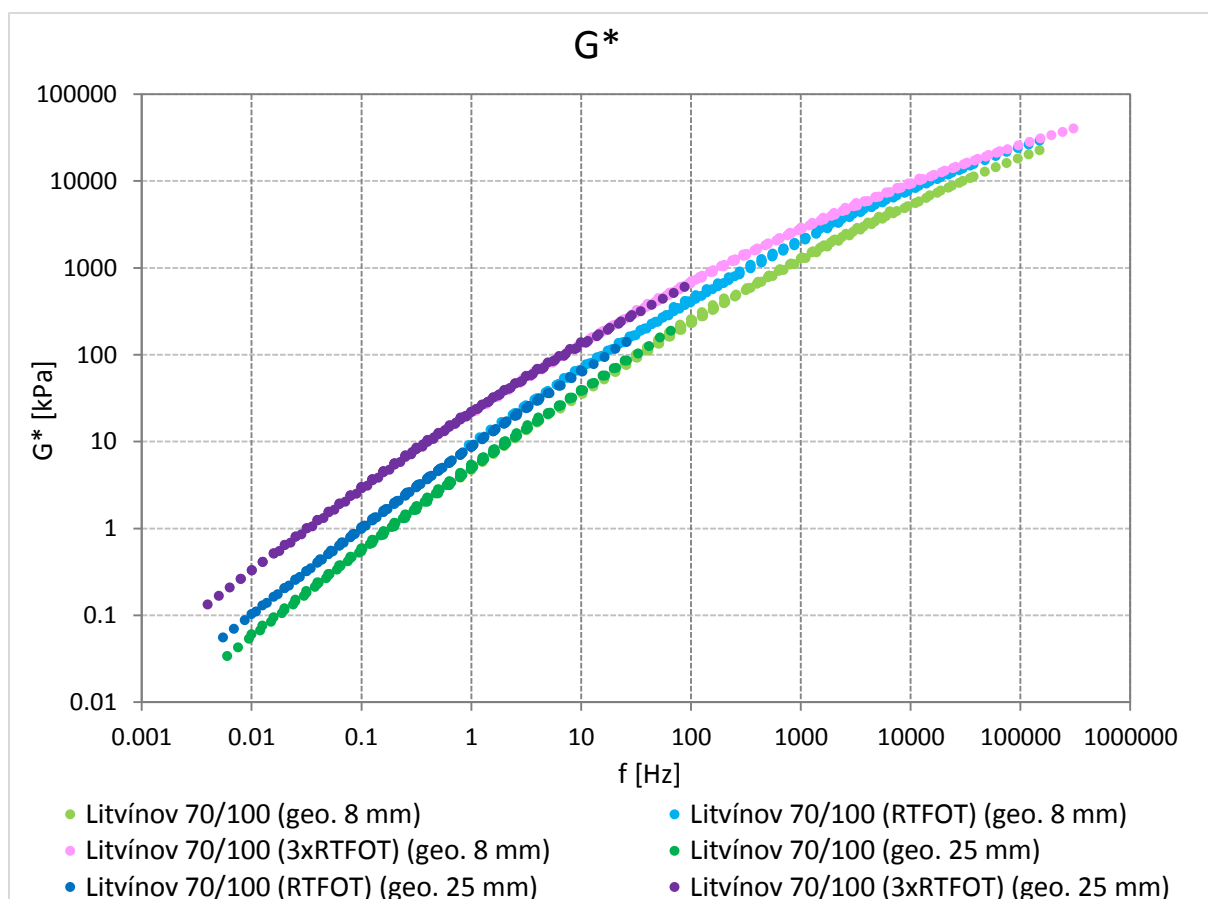
Na zjištění chování u teplot 40 °C a vyšší byla použita geometrie průměru 25 mm. Smykové přetvoření pro jednotlivé teploty bylo nastaveno následovně. U teplot 40 °C a 45 °C bylo smykové přetvoření 1 %, dále pro teploty 50 °C, 55°C a 60°C přetvoření činilo 1,5 % a pro teploty 65 °C a 70 °C přetvoření činilo 2 %.

Na následujících grafech jsou znázorněny hlavní křivky smykového modul (G^*). Hlavní křivky jsou tvořeny jednotlivými na naměřenými hodnotami při teplotách 10 °C, 15 °C, 20°C, 25 °C, 30 °C, 35°C a 40 °C a při sadách zatěžovacích frekvencí v rozsahu 0,1 Hz až 10 Hz. Každá křivka je tak tvořena 294 body charakterující elasticko plastické chování pojiva při různých velikostech frekvenčního zatížení.

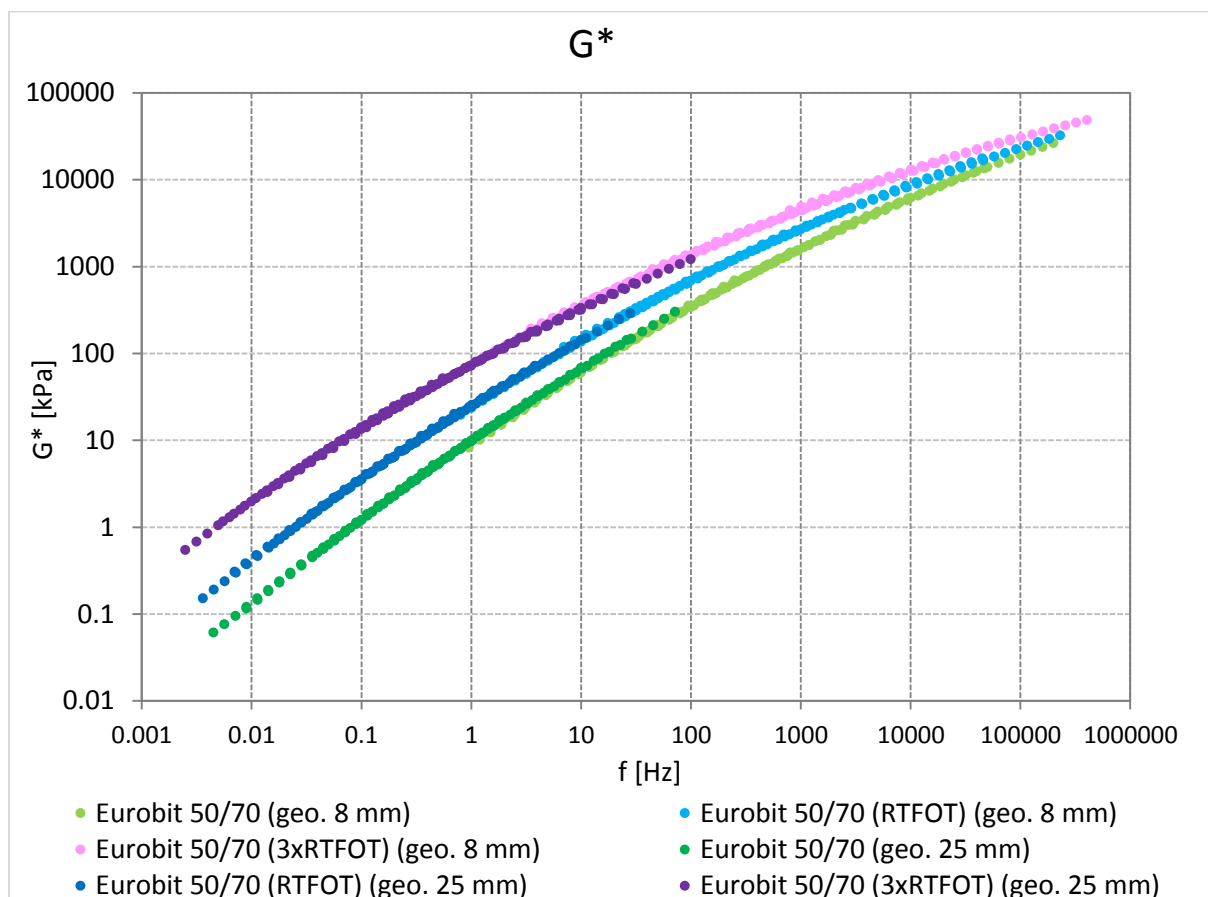
Spojitost křivek byla dosažena přenásobením naměřených hodnot u jednotlivých frekvencí a u jednotlivých zkušebních teplot takzvaným „shift faktorem“. Shift faktor uměle posune naměřenou část křivky smykového modulu (jedna teplota = jeden úsek křivky) do námi potřebovaného frekvenčního rozsahu tak, abychom dostali hladkou křivku. Tento krok si můžeme dovolit díky tomu, že měříme ve výše zmiňované viskoelastické oblasti, a že platí předpoklad časově teplotní superpozice (time-temperature superposition). Teplota, která je považována za výchozí a nedochází při ní k posunu naměřených hodnot, se nazývá referenční teplota a hodnota shift faktoru je pro ni rovna jedné. Počáteční naměřené hodnoty jsou přiloženy v příloze č. 1.

Pojiva modifikována polymerem byla zkoušena v teplotním rozsahu od 50 °C do 70 °C. Hlavní křivky smykového modulu byly vytvořeny pro nezestárlá pojiva a pojiva zestárlá metodou RTFOT a 3 x RTFOT.

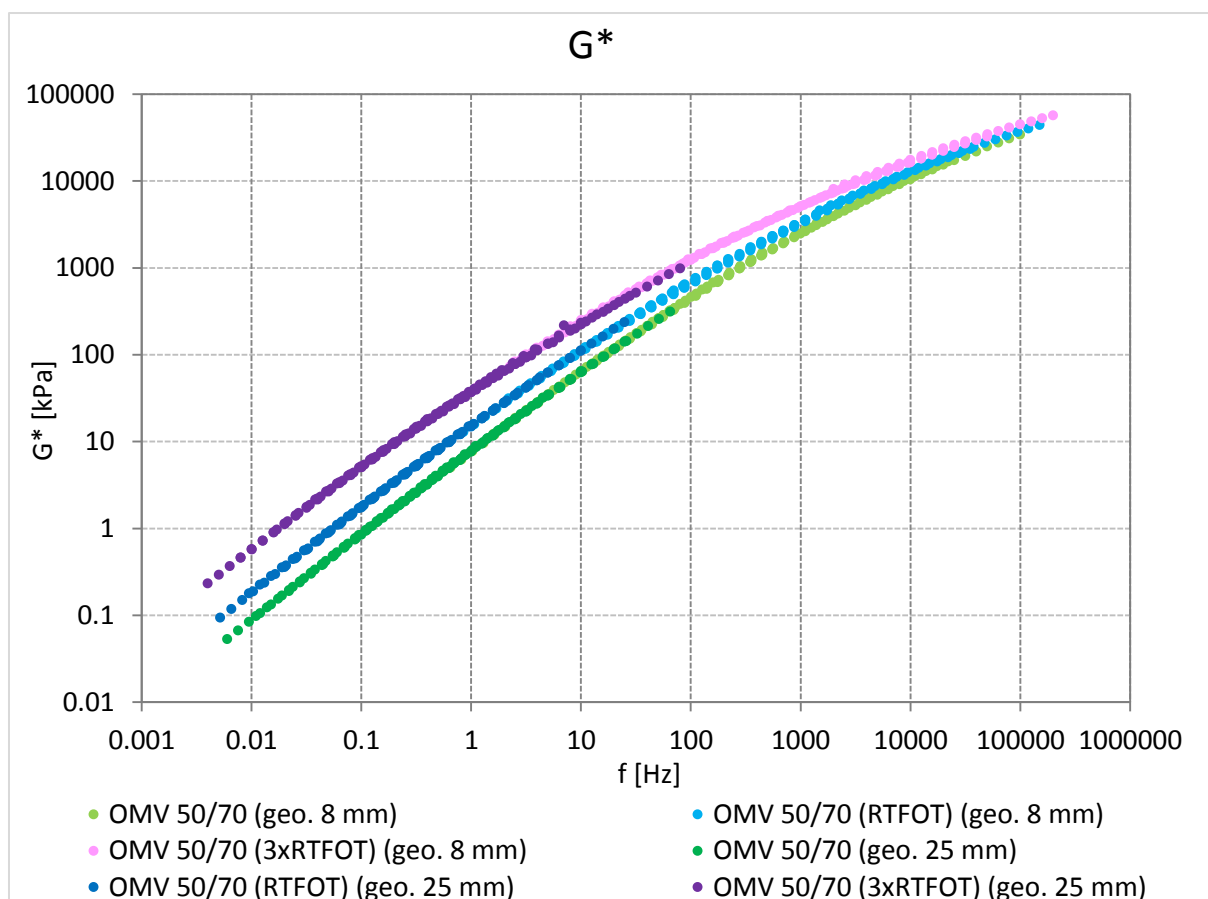
Stárnutí metodou RTFOT zapříčinilo zvýšení komplexních modulů všech zkoušených pojiv. Zvýšení komplexního modulu znamená, že pojivo má větší odolnost proti deformaci při opakovaných zatíženích „pojivo je tvrdší“. Dále se snížil sklon hlavní křivky, který vypovídá o citlivosti změny smykového modulu na frekvenci zatížení.



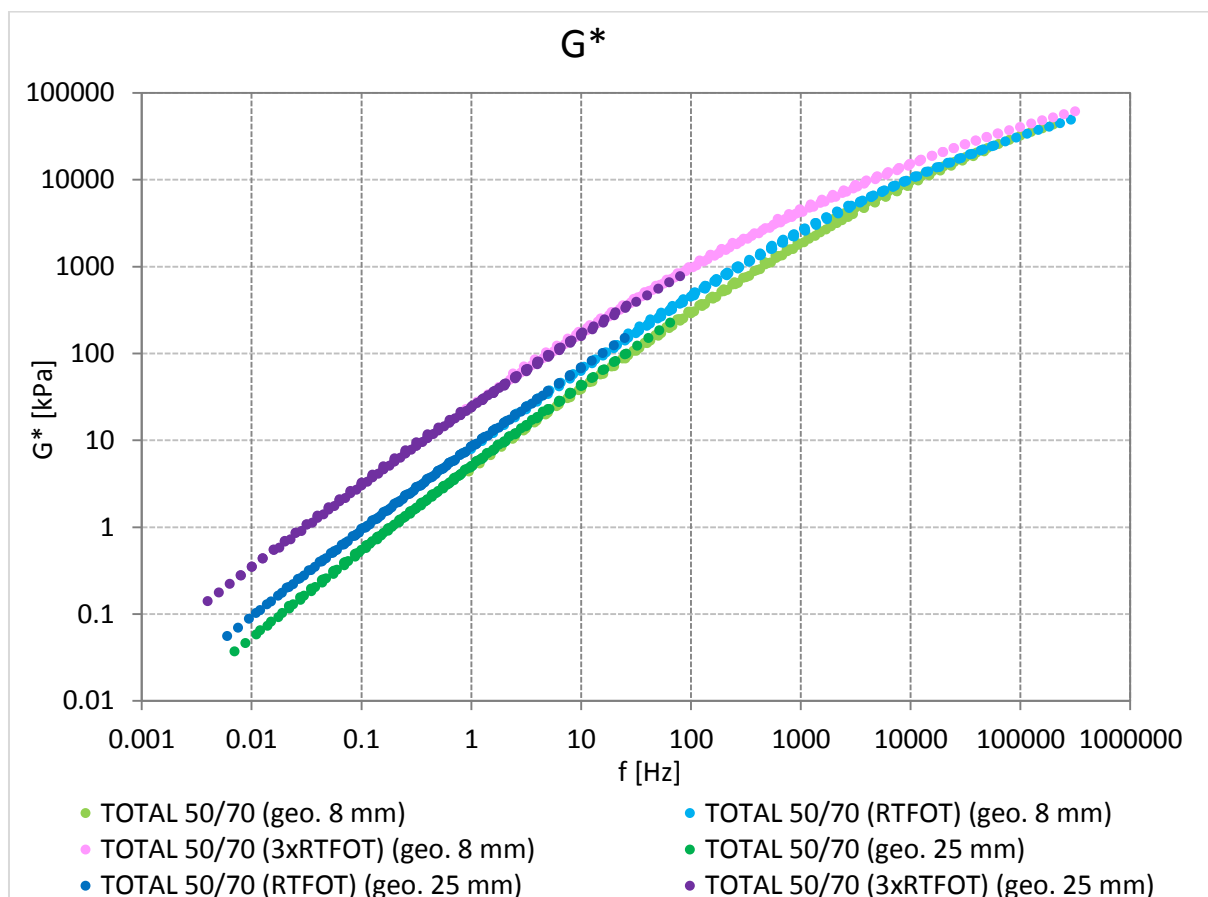
Graf č. 17 Hlavní křivky komplexního smykového modulu Litvínov 70/100



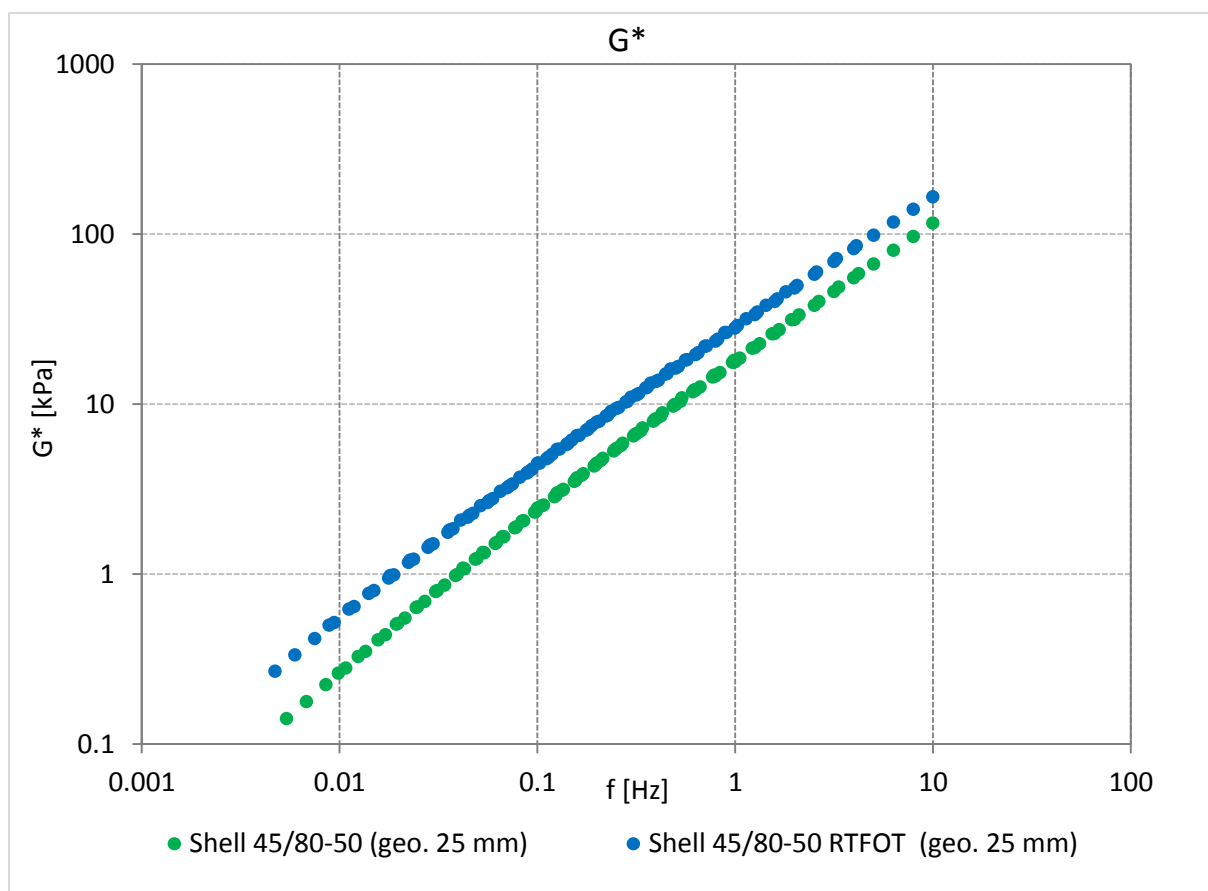
Graf č. 18 Hlavní křivky smykového modulu Eurobit 50/70



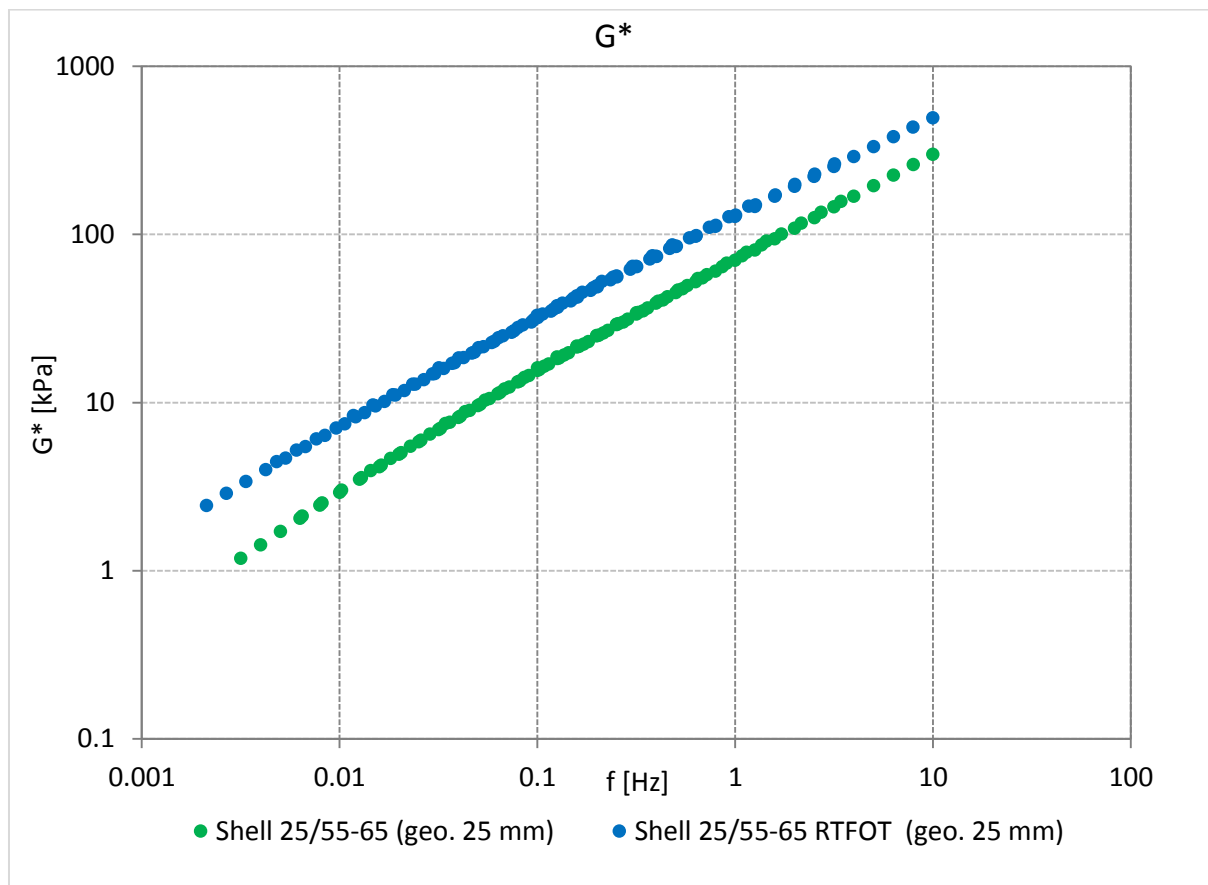
Graf č. 19 Hlavní křivky smykového modulu OMV 50/70



Graf č. 20 Hlavní křivky smykového modulu Total 50/70

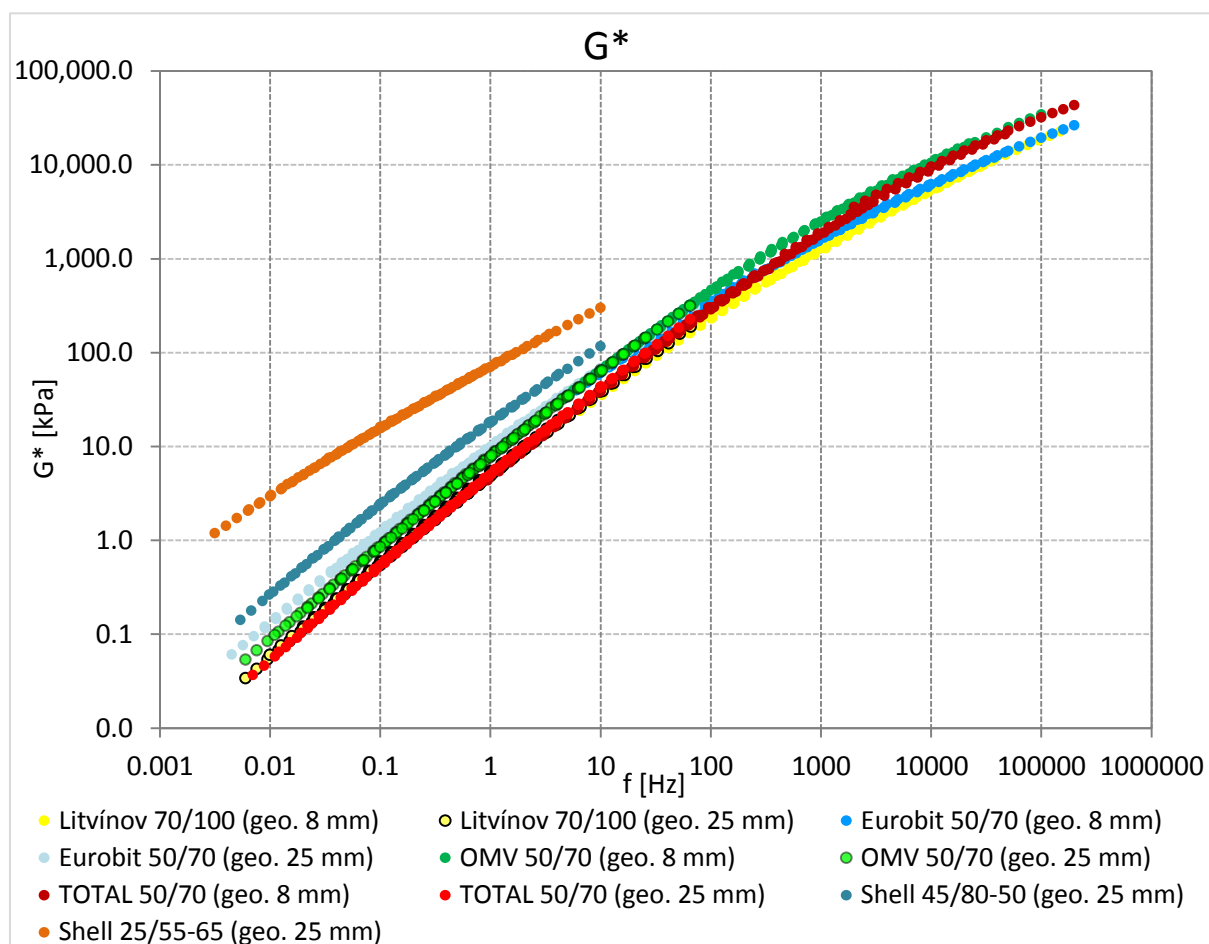


Graf č. 21 Hlavní křivky smykového modulu Shell 45/80 - 50



Graf č. 22 Hlavní křivky smykového modulu Shell 25/55 – 65

Pro lepší přehlednost rozdílů výsledků obsahuje následující graf všechny porovnávané asfalty a k nim příslušné smykové moduly v nezestárnutém stavu. Z poloh křivek je možné říci, že nemodifikované silniční asfalty mají v celém teplotně frekvenčním rozsahu nižší smykové moduly. Nejnižší smykové moduly vykazovalo pojivo Litvínov. Polymerem modifikované asfalty se s ohledem na svou tuhost seřadily podle stupně modifikace. Vzorek s nižší penetrací a vyšším bodem měknutí vykazuje větší smykový modul po celém frekvenčním spektru.



Graf č. 23 Hlavní křivky smykového modulu nezestárnutých pojiv

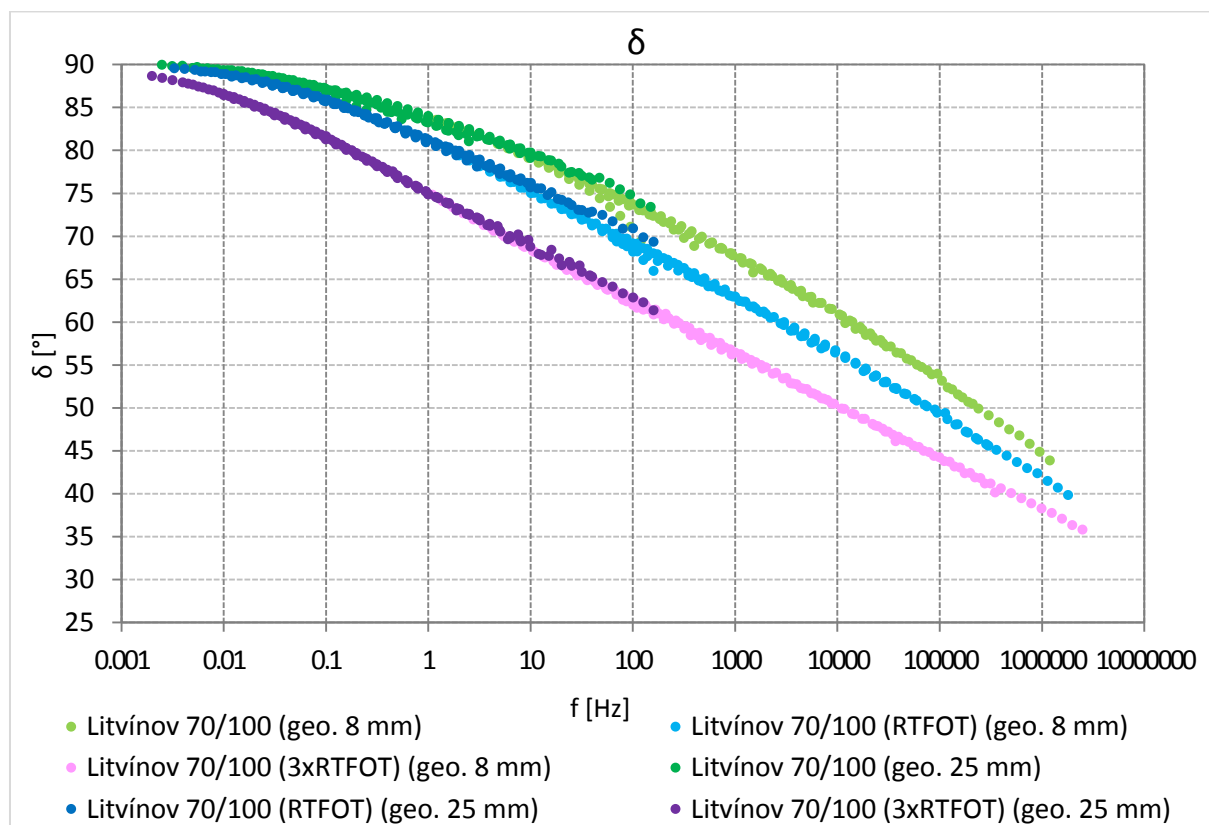
6.4.2. Hlavní křivky fázového úhlu

Hlavní křivky fázových úhlů popisují poměr elastického a plastického chování pojiva při různých velikostech frekvenčního zatížení. Výsledné křivky jsou výsledkem stejných zkoušek oscilací, ze kterých byly získány křivky smykového modulu a jsou tím pádem vzájemně propojeny. K jednomu fázovému úhlu (jeden bod v grafu) přísluší právě jedna hodnota smykového modulu uvedených v grafech výše.

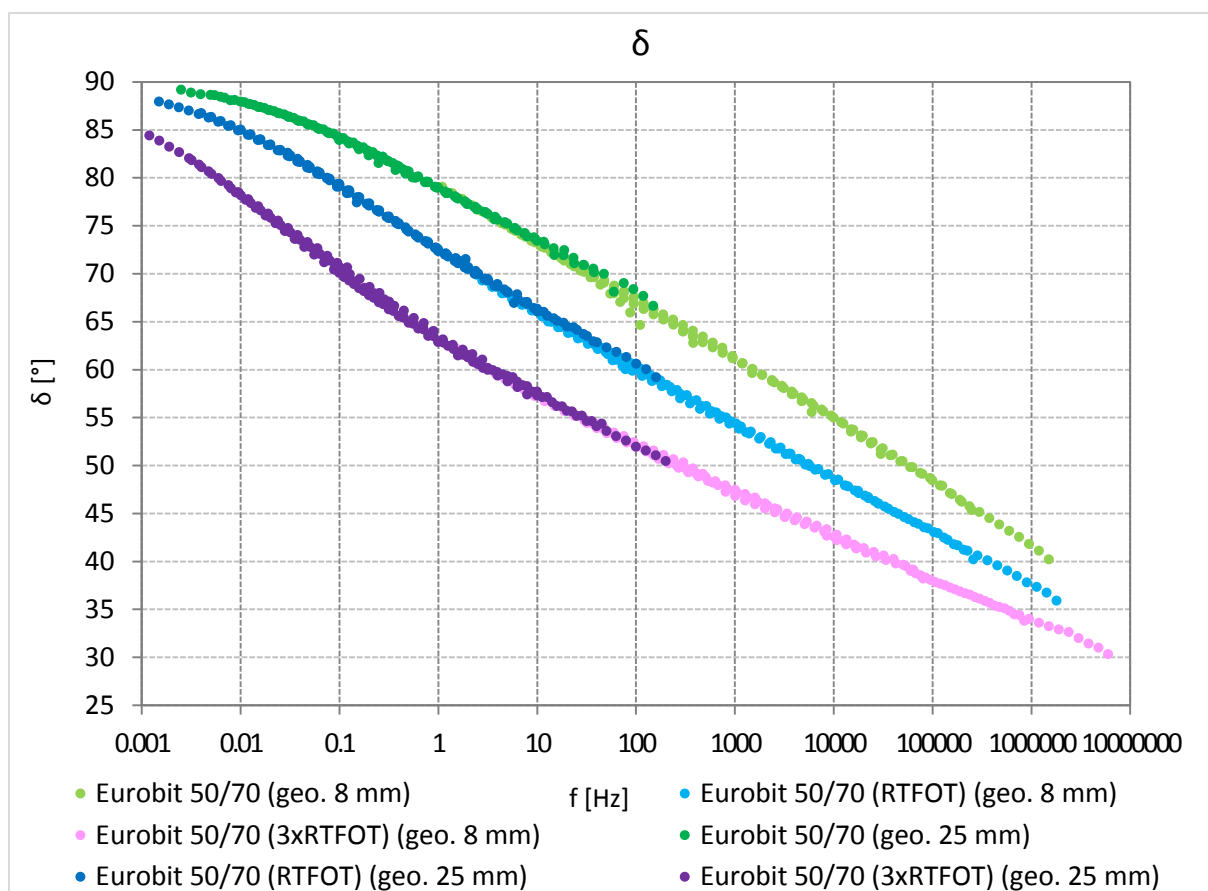
Jelikož fázové úhly jsou získány ze stejné sady zkoušek jako smykové moduly, je totožný i rozsah měřených teplot u jednotlivých asfaltů a s nimi spojená velikost smykového přetvoření.

Na hlavních křivkách fázových úhlů můžeme vidět, že u všech asfaltových pojiv při velmi nízkých frekvencích převládá chování viskózní tedy nevratné. S vzrůstající frekvencí zatěžování se u pojiv různou měrou, kterou zachycuje zakřivení jednotlivých křivek, projevuje postupný nárůst elastického chování jednotlivých pojiv. Z tohoto důvodu fázové úhly s nárůstem frekvence klesají.

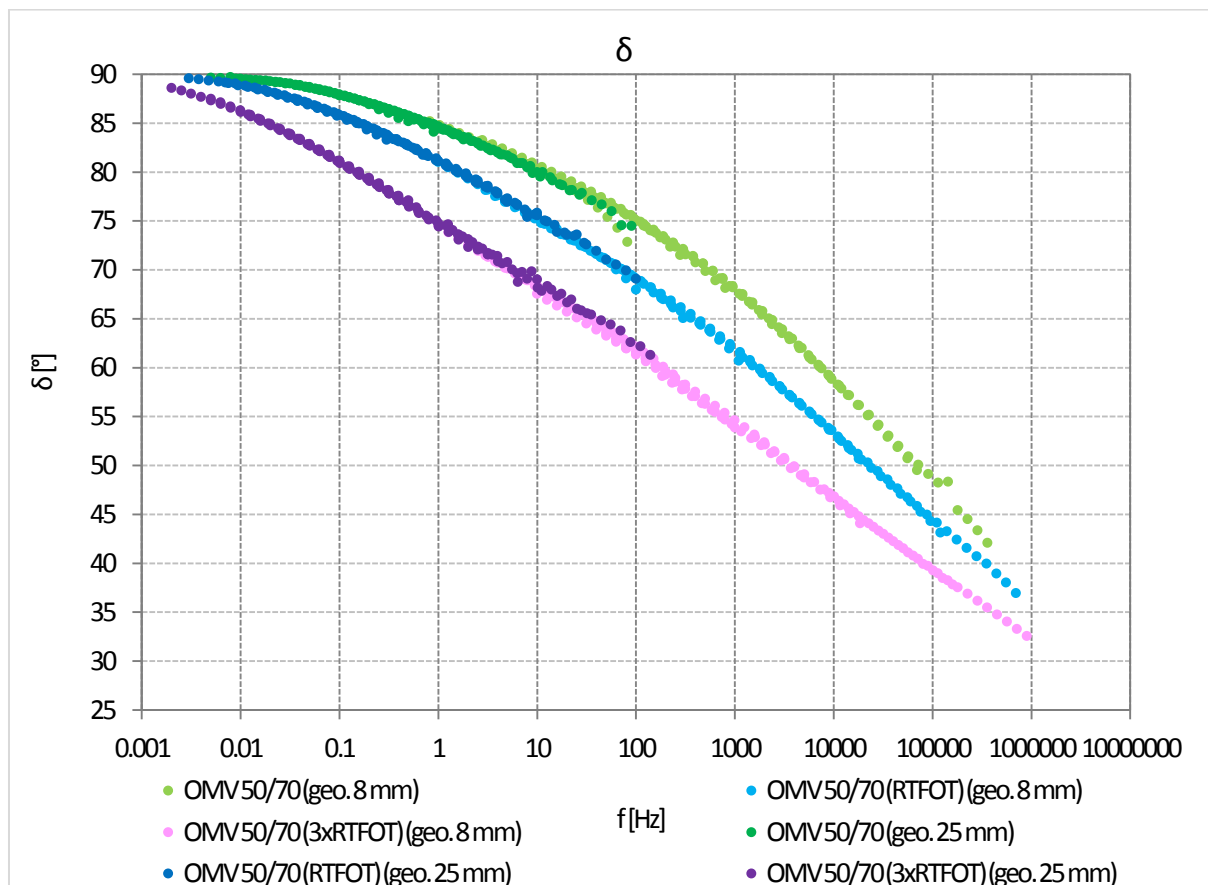
V důsledku stárnutí pojiv metodou RTFOT se u asfaltových pojiv snížil jejich fázový úhel. Tento fakt souvisí s nárůstem viskozity a křehkosti pojiva, která je patrná v předešlé kapitole.



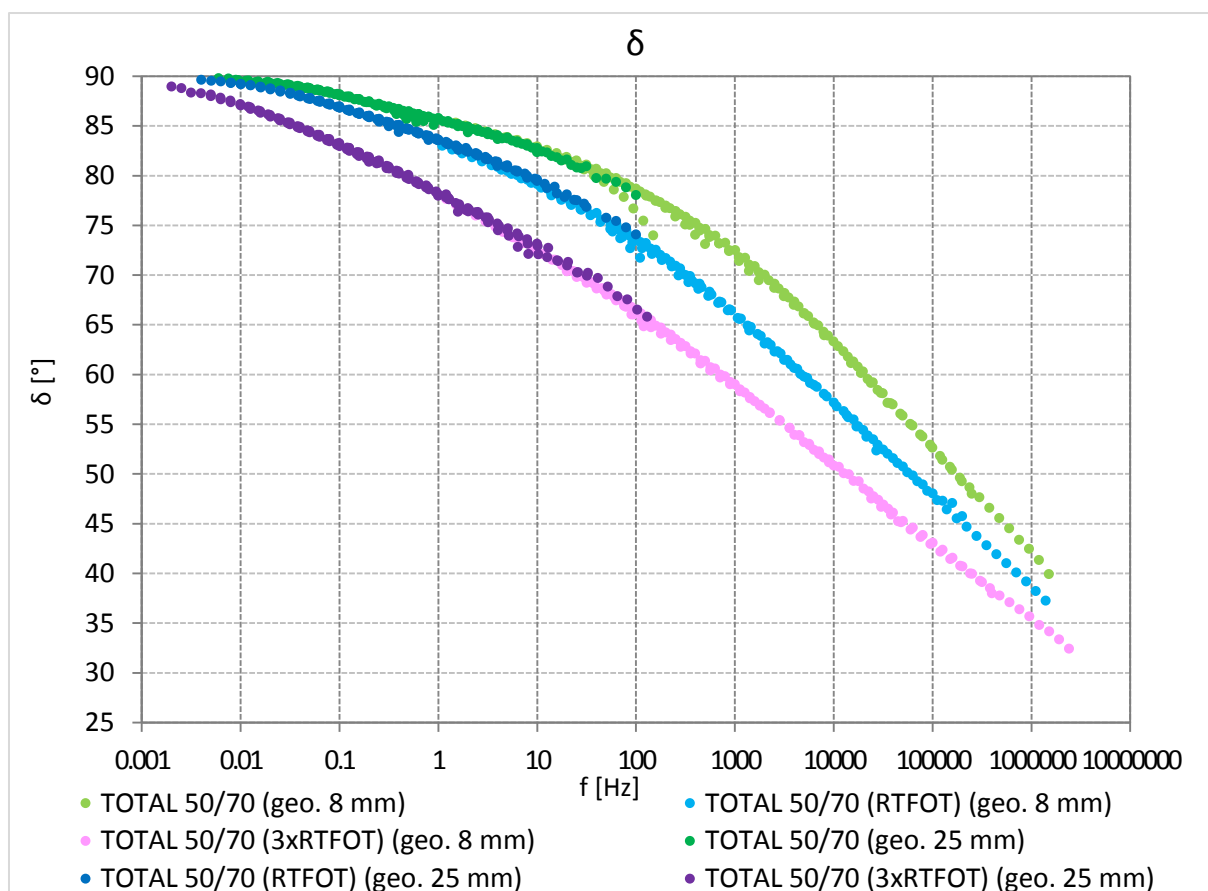
Graf č. 24 Hlavní křivky fázového úhlu Litvínov 70/100



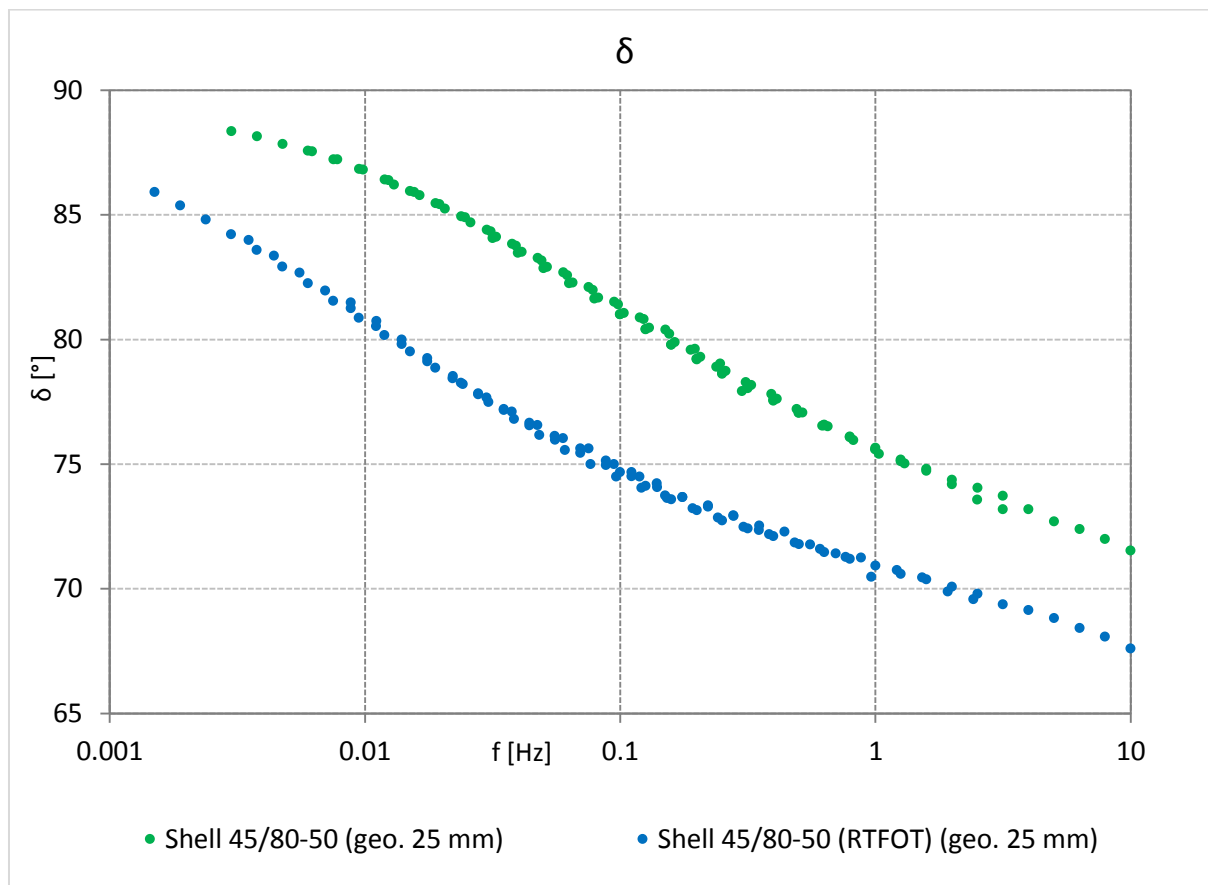
Graf č. 25 Hlavní křivky fázového úhlu Eurobit 50/70



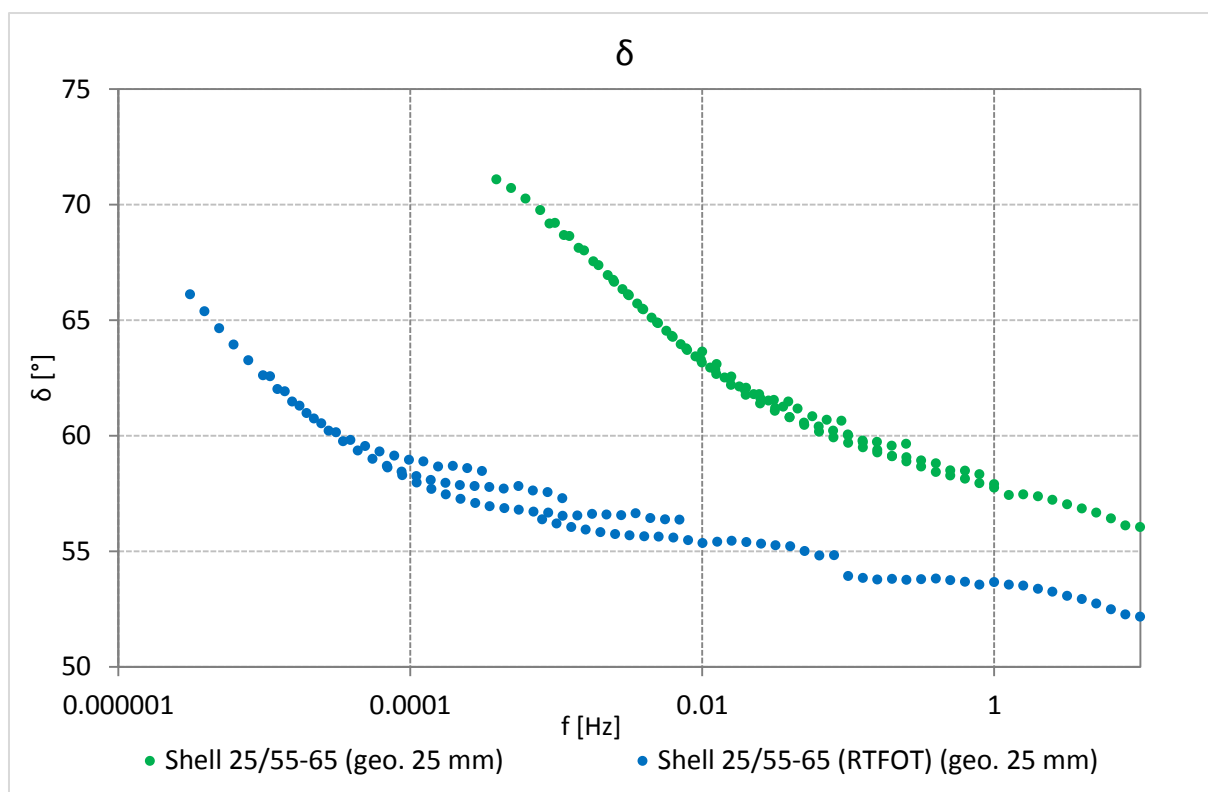
Graf č. 26 Hlavní křivky fázového úhlu OMV 50/70



Graf č. 27 Hlavní křivky fázového úhlu Total 50/70



Graf č. 28 Hlavní křivky fázového úhlu Shell 45/80 – 80

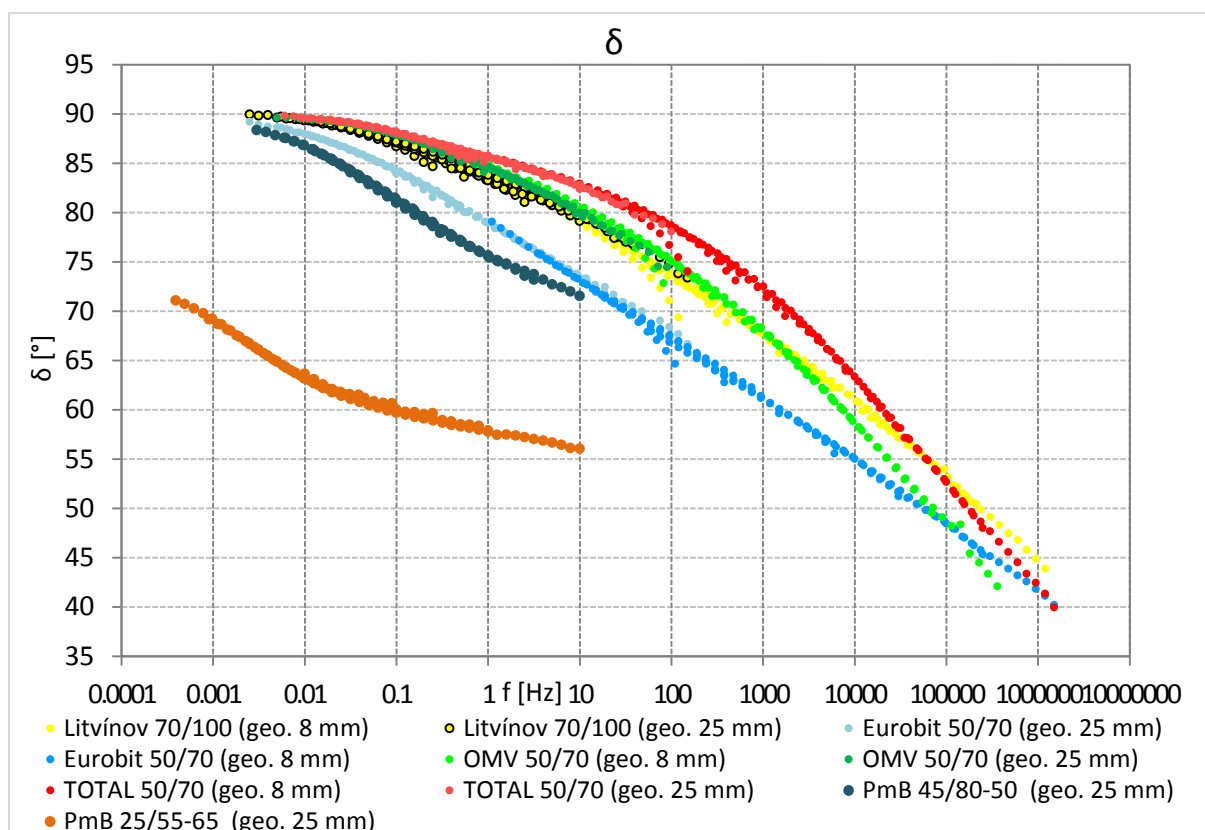


Graf č. 29 Hlavní křivky fázového úhlu Shell 25/55 – 65

Na následujícím grafu jsou vyneseny všechny hlavní křivky fázových úhlů zkoumaných asfaltových pojiv v nezestárlém stavu. Můžeme konstatovat, že na rozdíl od hlavních křivek komplexního smykového modulu, se silniční asfalty tentokrát neseřadily chronologicky dle jejich gradace a velikosti bodu měknutí. Nejnižší fázové úhly ze silničních asfaltů vykazovalo pojivo Eurobit 50/70, tím pádem má největší podíl elastického chování na rozdíl od pojiva Total 50 /70, které má naopak výraznější podíl viskozního chování.

Polymerem modifikované pojiva mají nižší fázové úhly, což souvisí s přítomností polymerní přísady. Je dobře patrná silná závislost tuhosti pojiv na jejich gradaci. Můžeme také říci, že s rostoucím podílem polymerní přísady v pojivech se fázový úhel snižuje.

Z grafu č.30 je patrný široký rozptyl hodnot hlavních křivek fázových úhlů jednotlivých nezestárlých pojiv.



Graf č. 30 Hlavní křivky smykového modulu nezestárnutých pojiv

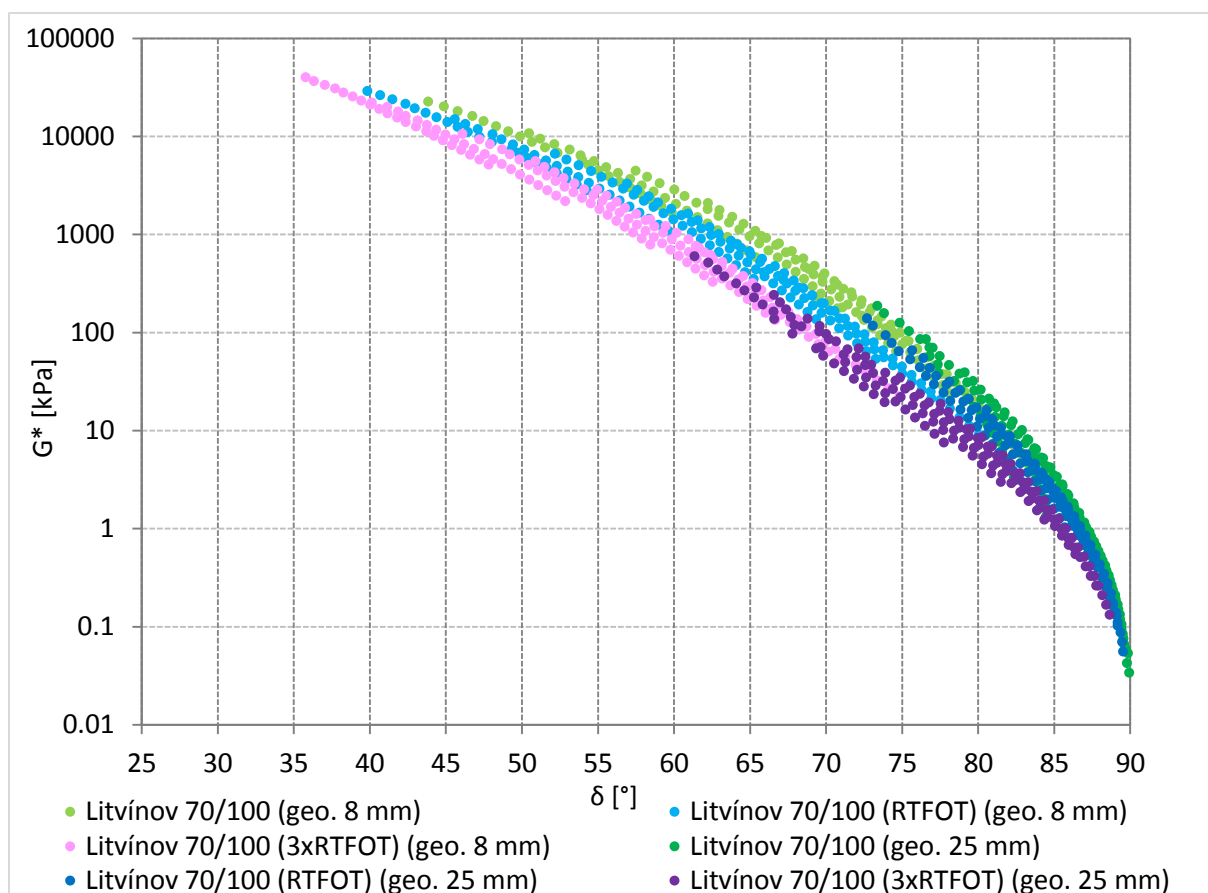
6.4.3. Blackovy diagramy

Blackovy diagramy znázorňují závislost mezi komplexním smykovým modulem a fázovými úhly. Každý bod v grafu zachycuje velikost komplexního smykového modulu a k němu příslušnou velikost fázového úhlu, který určuje poměr viskózní a elastické složky daného modulu. Jednotlivé frekvenční rozsahy u jednotlivých teplot v tomto případě není nutné měnit pomocí faktoru posunutí (shift factor), jako tomu bylo u křivek smykového modulu nebo fázových úhlů.

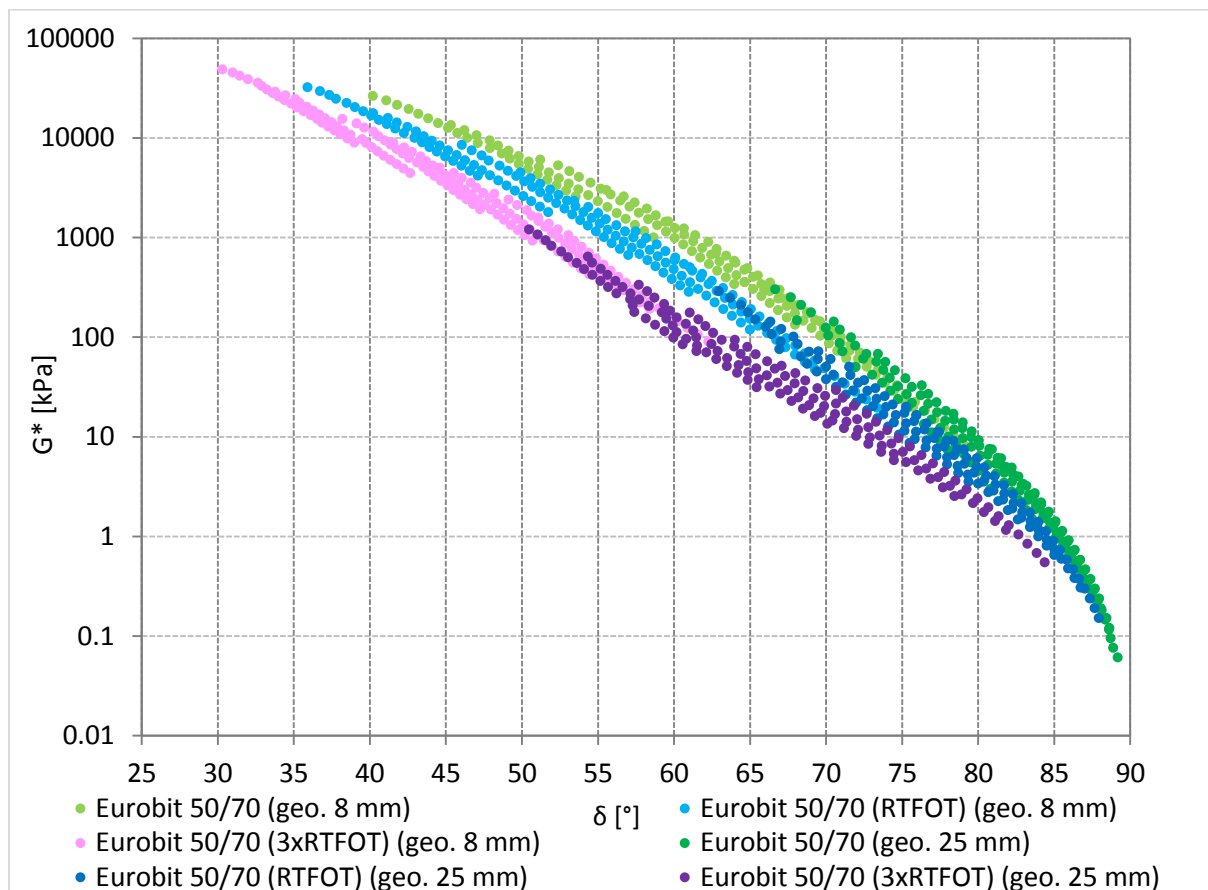
U silničních asfaltů můžeme sledovat hladký průběh křivek Blackova diagramu a jejich asymptotický průběh k fázovému úhlu o hodnotě 90° . Můžeme tedy říci, že s klesajícím smykovým modulem u těchto asfaltů plynule narůstá fázový úhel a tím postupně dochází až k nulovému pružnému chování.

Na rozdíl od hladkého průběhu Blackova diagramu silničních asfaltů vykazují polymerem modifikované asfalty zvlnění křivky Blackova diagramu. Zvlnění křivky Blackova diagramu znamená, že pojivo je v určitém rozsahu velikosti smykového modulu více závislé na teplotách, při kterých je zatěžováno. Dále modifikované asfalty vykazují nižší fázové úhly než silniční asfalty a tím i vyšší pružnost.

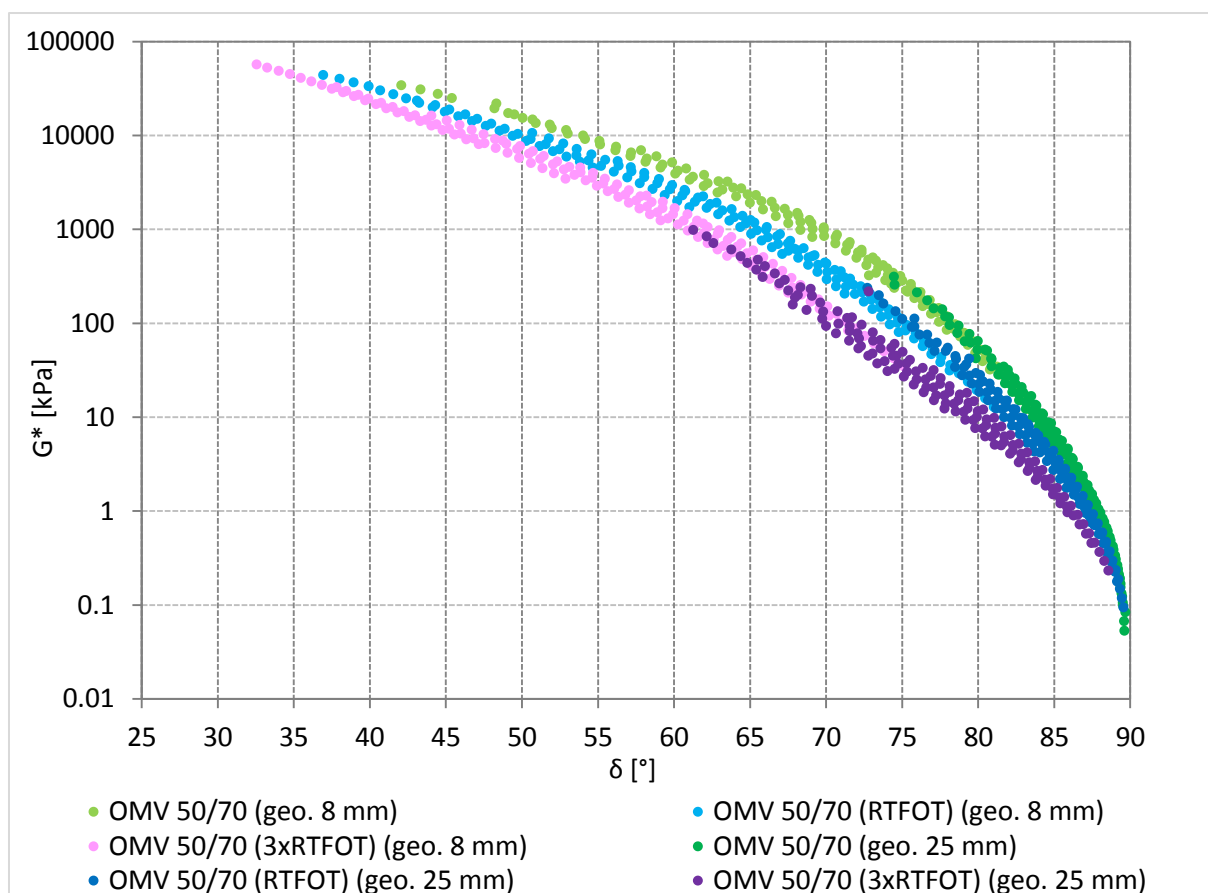
V Blackových diagramech je opět dobře viditelná ztráta pružného chování pojiv a to jak po krátkodobém, tak dlouhodobém stárnutí RTFOT.



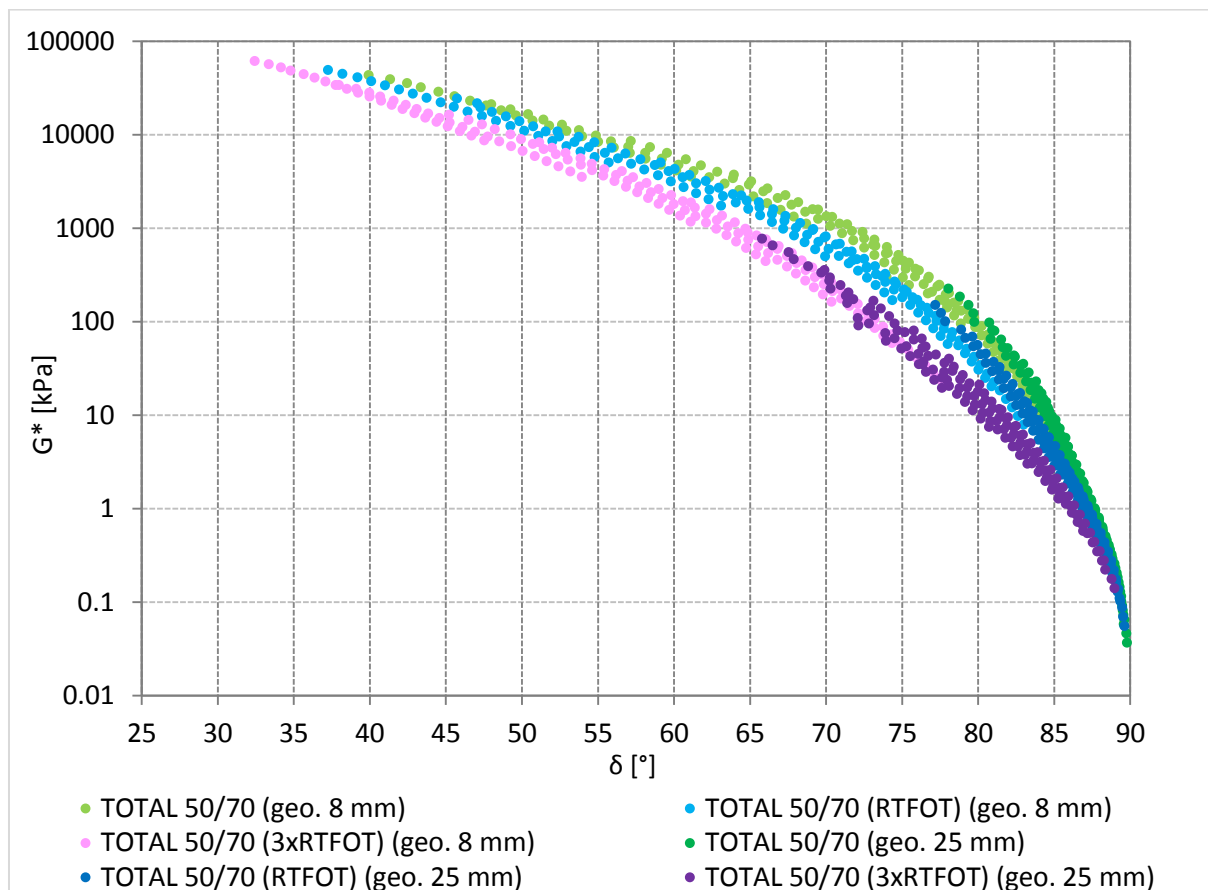
Graf č. 31 Blackův diagram Litvínov 70/100



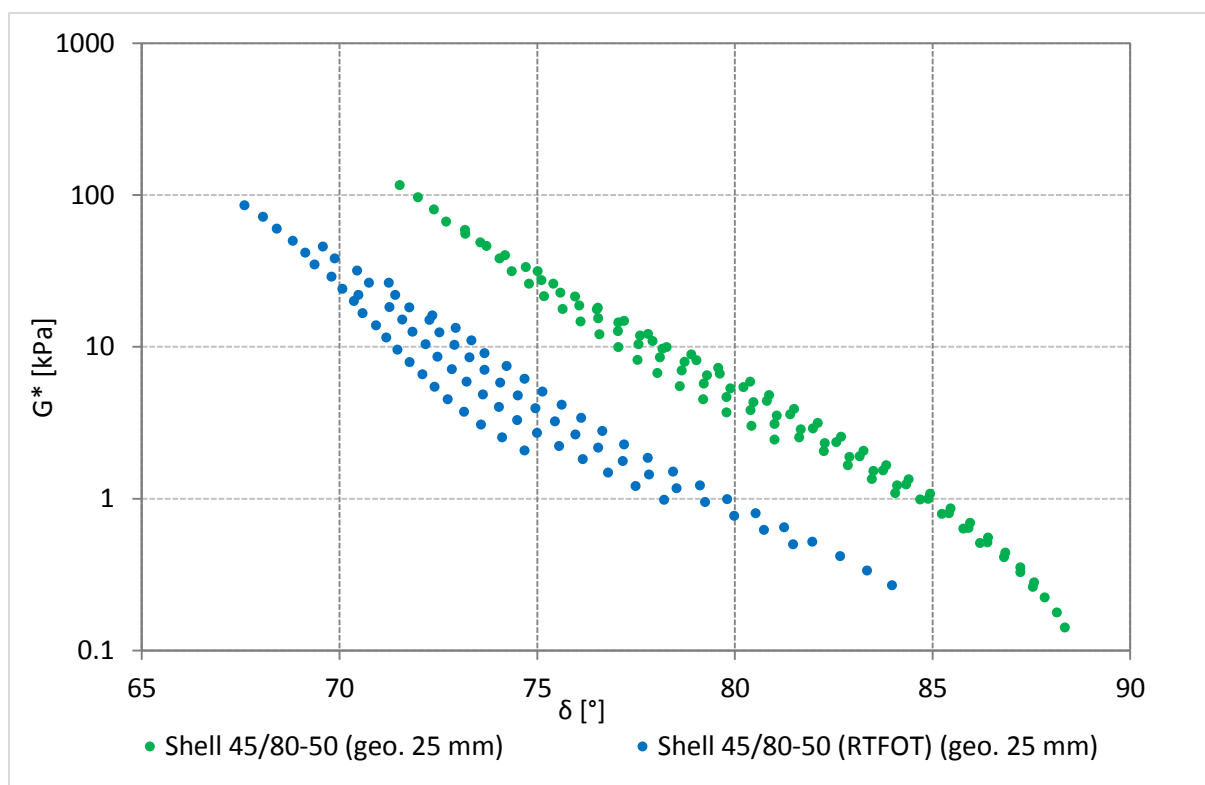
Graf č. 32 Blackův diagram Eurobit 50/70



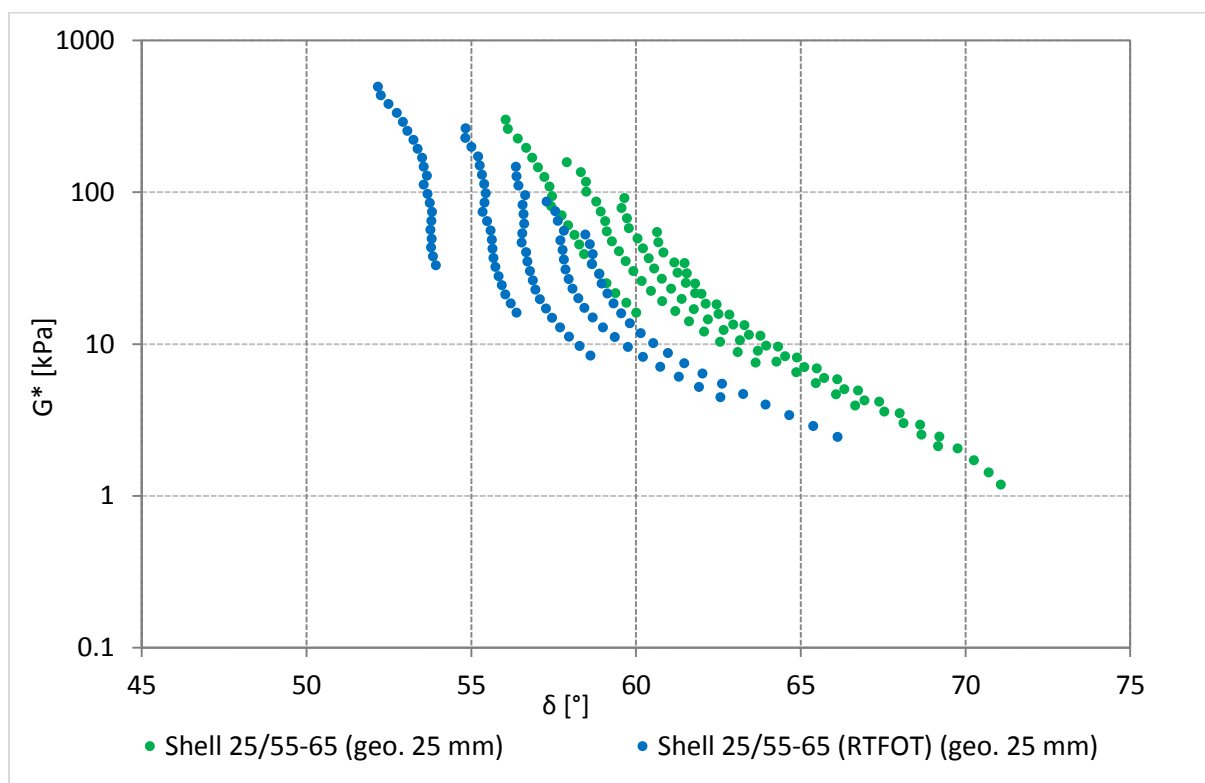
Graf č. 33 Blackův diagram OMV 50/70



Graf č. 34 Blackův diagram Total 50/70

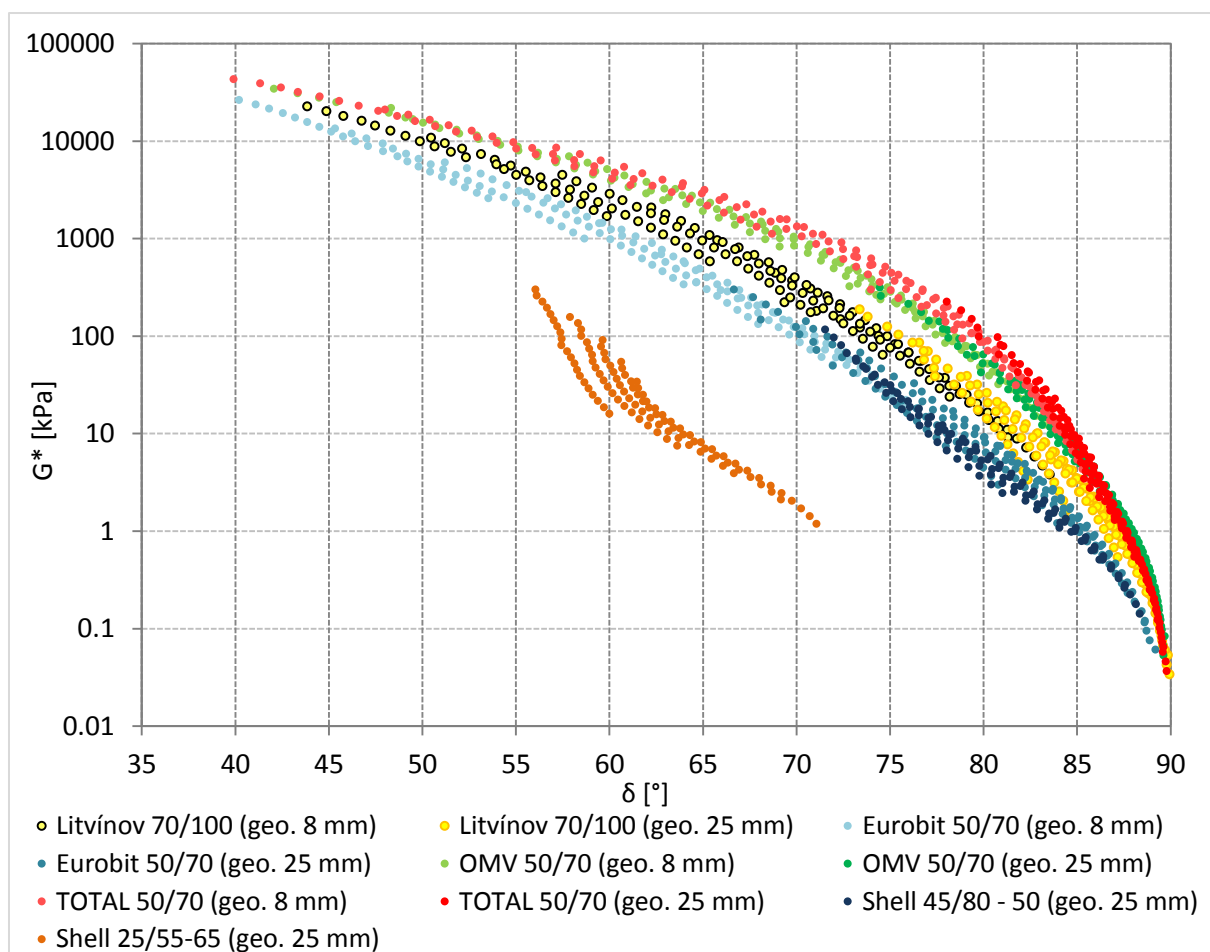


Graf č. 35 Blackův diagram Shell 45/80 - 50



Graf č. 36 Blackův diagram Shell 25/55 – 65

Srovnáním nezestárnutých pojiv pomocí Blackova diagramu je dobře patrný rozdíl mezi silničními a polymerem modifikovanými asfalty. Polymerem vysoce modifikovaný asfalt 255/55-65 dosáhl značně odlišných vlastností než ostatní pojiva, což je vyjádřeno polohou čáry Blackova diagramu.

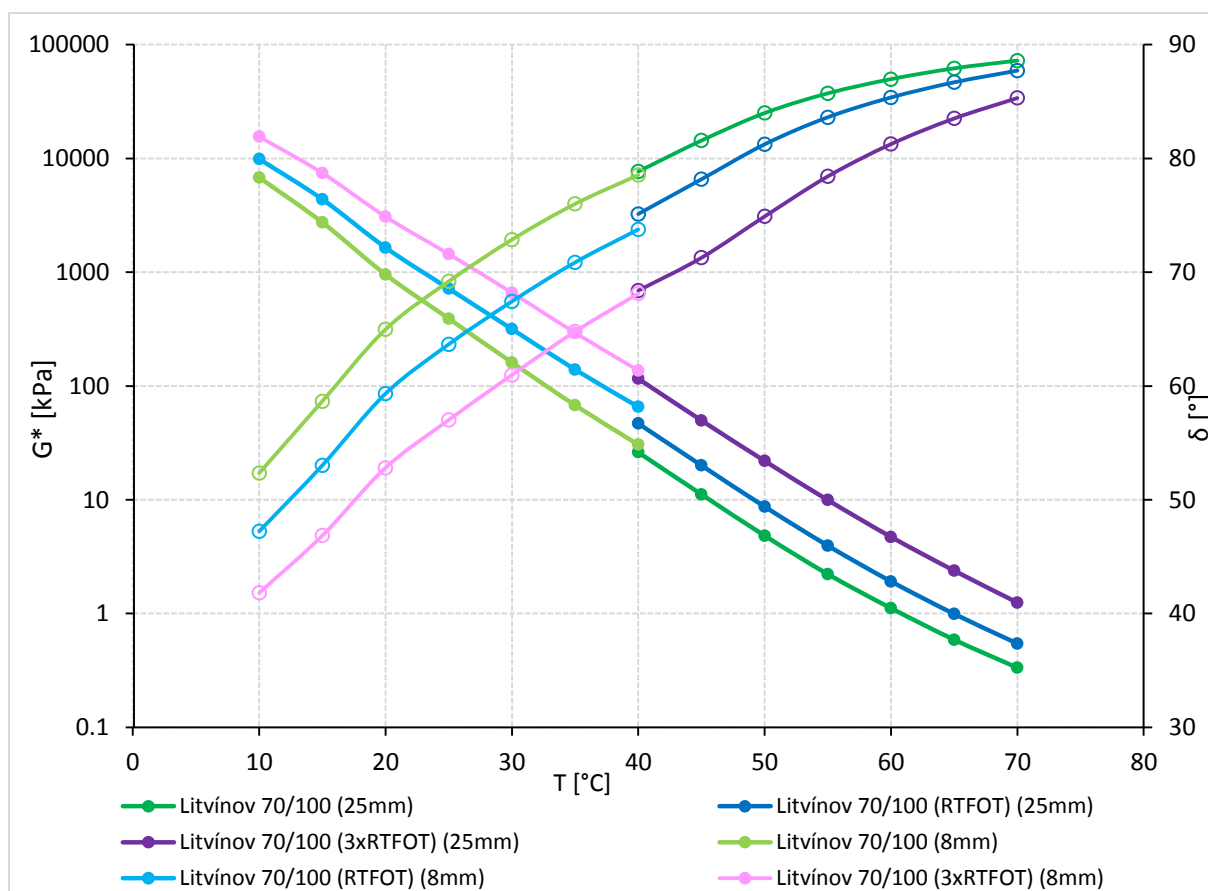


Graf č. 37 Blackovy diagramy nezestárnutých pojiv

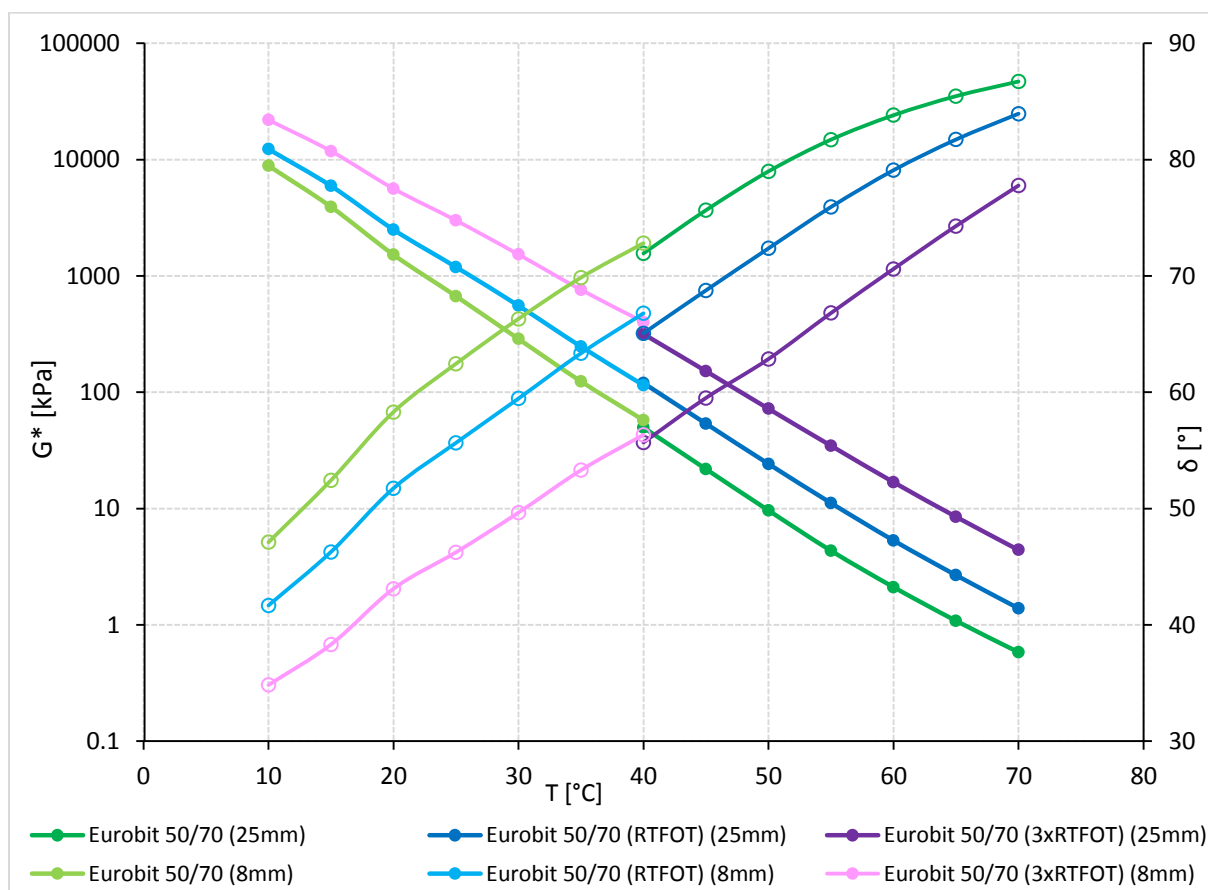
6.4.4. Isochrony

Pomocí izochron lze znázornit teplotní závislost komplexních smykových modulů a fázových úhlů jednotlivých pojiv. Pro zachycení této závislosti izochronami byla zvolena frekvence oscilace 1,0 Hz. Z následujících grafů je patrné, že komplexní modul s rostoucí teplotou klesá, zatímco fázový úhel roste. Stejně jako u grafů obsahujících hlavní křivky smykového modulu a fázového úhlu, je i z izochron dobře patrný vliv stárnutí RTFOT. Zatímco hodnota fázových úhlů je po stárnutí nižší, velikost smykového modulu vzroste. Na grafu č. 43 je zachyceno srovnání všech nezestárnutých pojiv, ze kterého je dobře patrná jejich různá teplotní závislost. Největší teplotní citlivost vykazovalo pojivo Total 50/70, nejmenší rozdíly naopak Eurobit 50/70 a polymerem modifikovaná pojiva.

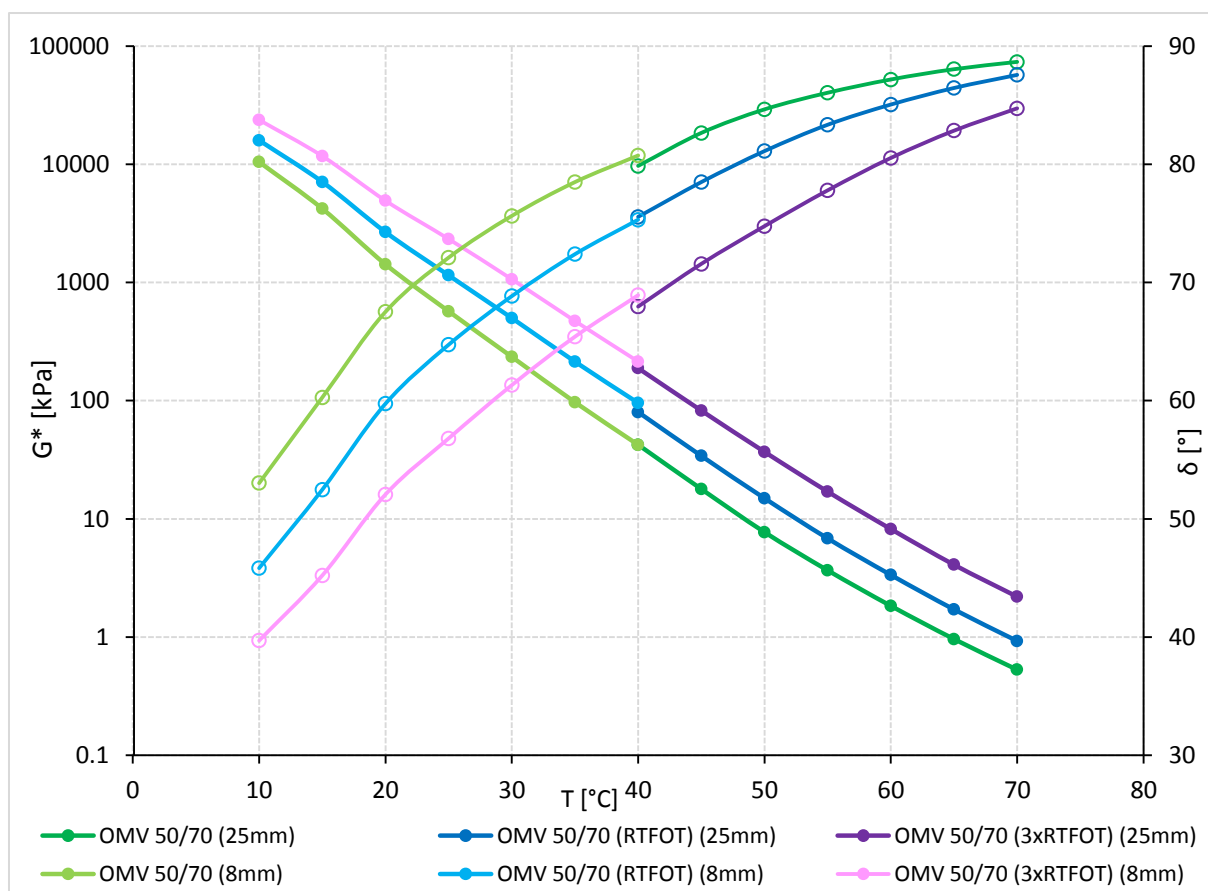
Jednotlivé nelineární skoky křivek u překryvné teploty 40 °C jsou zapříčiněny měřením různými geometriemi při této teplotě a nepřesnostmi při zařezávání vzorku pojiva kolem měřicích geometrií. Dle normy ČSN EN 14770 je maximální dovolený rozdíl při měření různými geometriemi u komplexního modulu 15 % a hodnoty fázového úhlu při zkušební frekvenci by se neměly lišit více jak o 3 °. Všechna srovnávaná pojiva tuto podmínku zpravidla splnila.



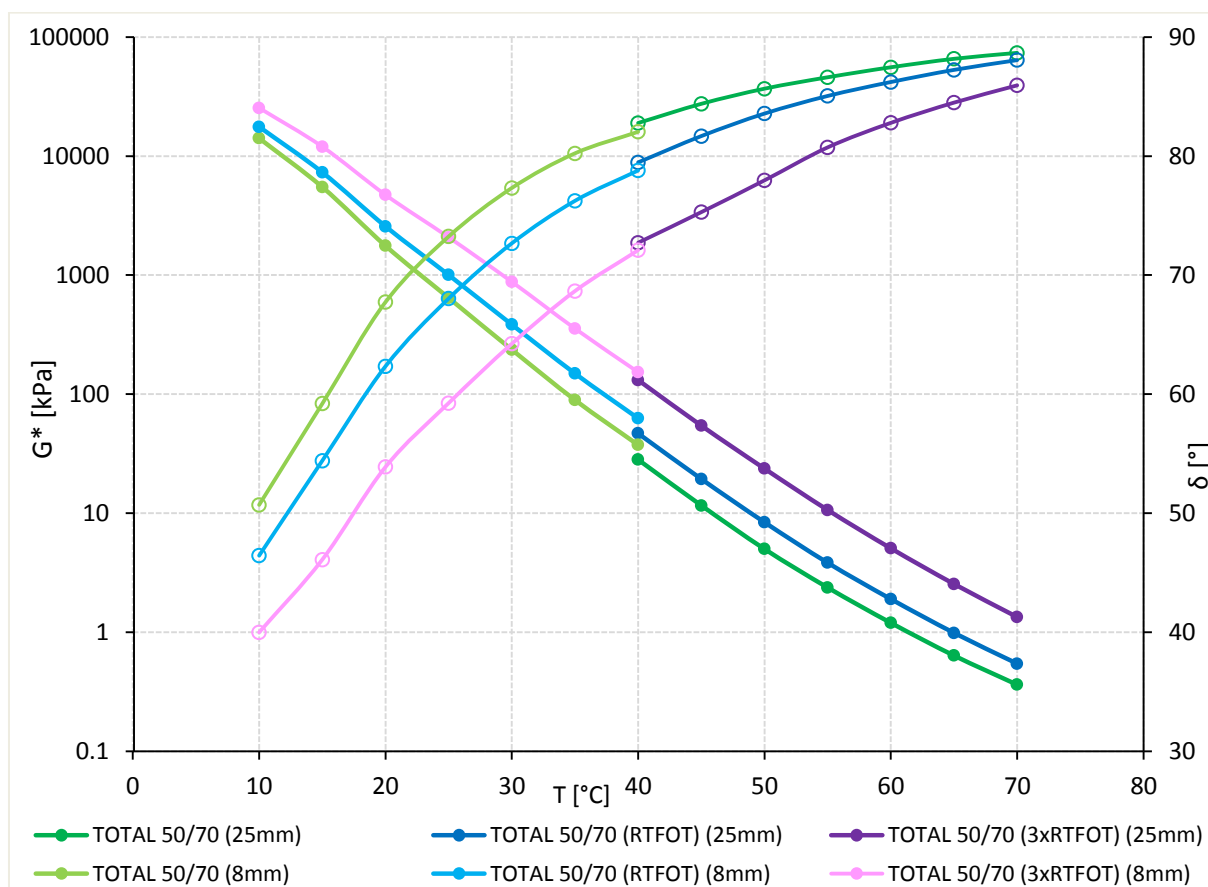
Graf č. 38 Izochrony G^* a δ při 1 Hz, pojivo Litvínov 70/100



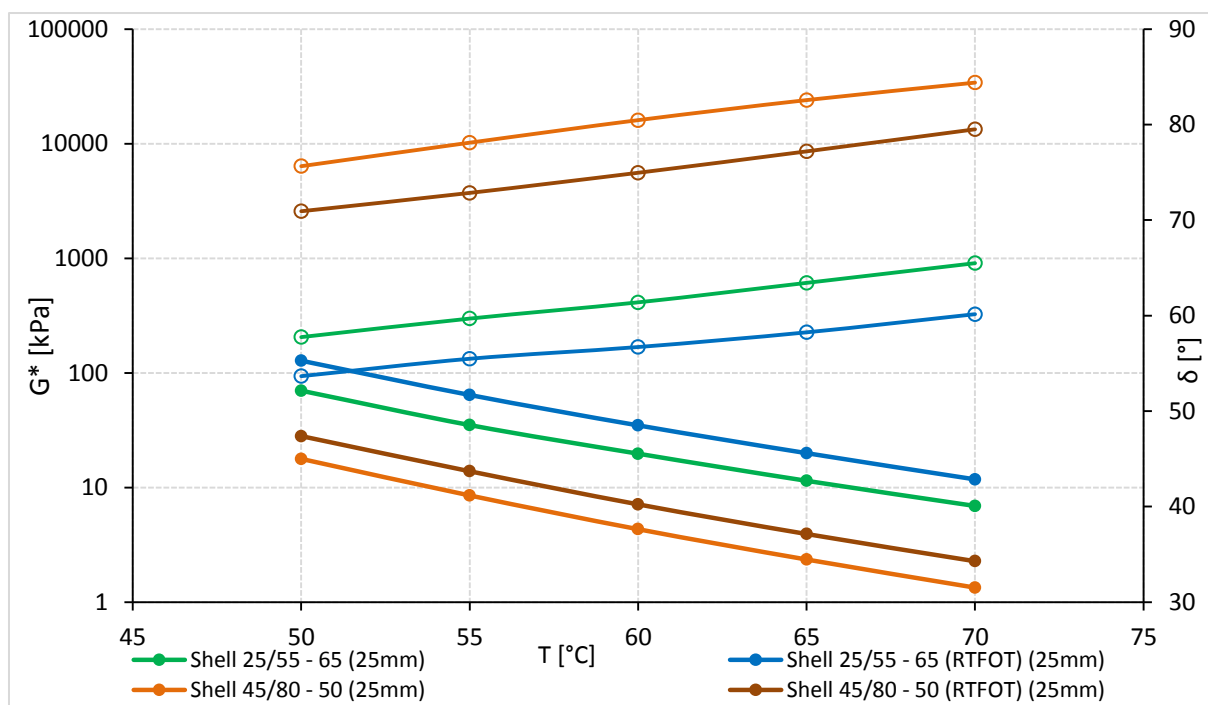
Graf č. 39 Izochrony G^* a δ při 1 Hz, pojivo Eurobit 50/70



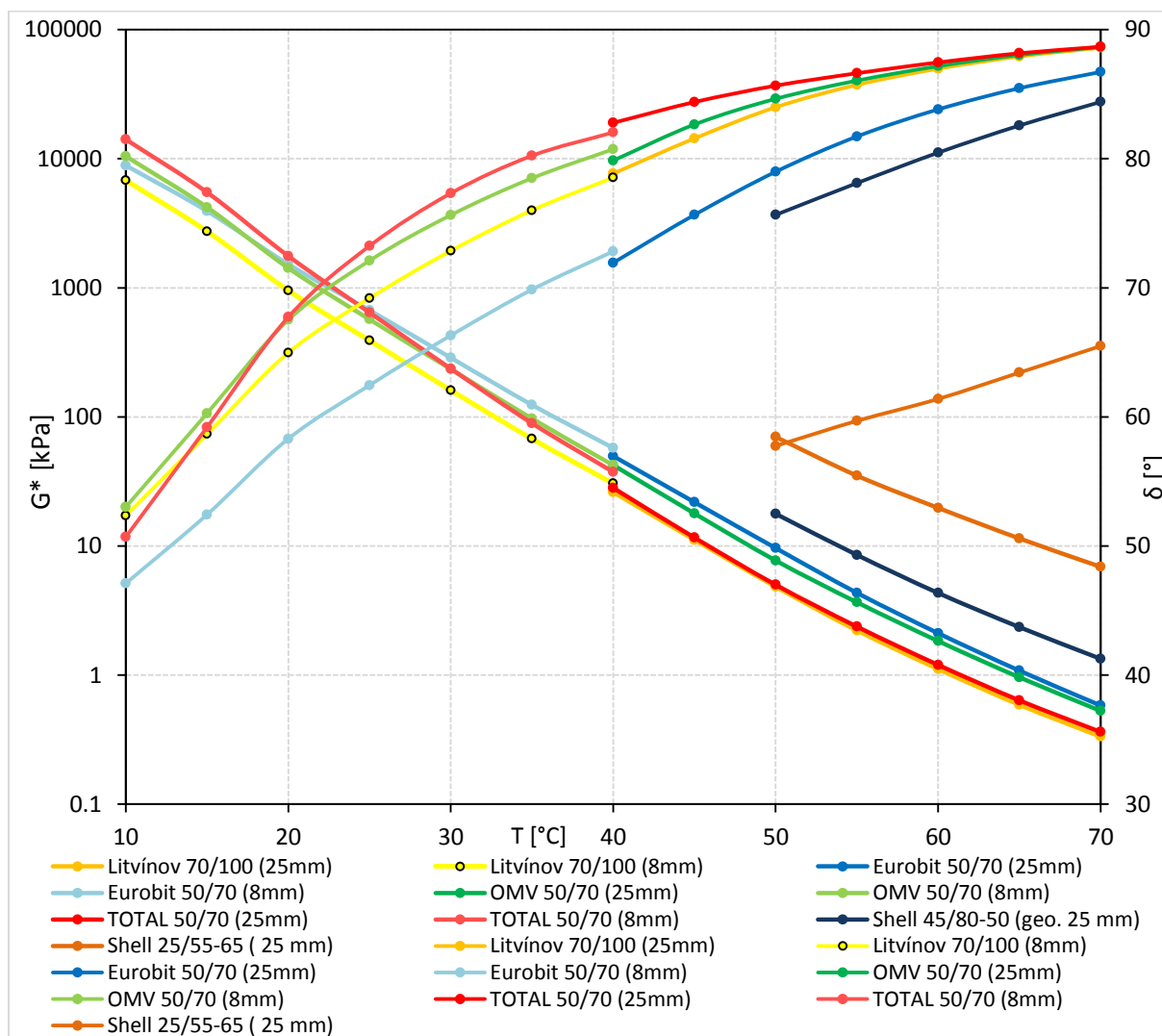
Graf č. 40 Izochrony G^* a δ při 1 Hz, pojivo OMV 50/70



Graf č. 41 Izochrony G^* a δ při 1 Hz, pojivo Total 50/70



Graf č. 42 Izochrony G^* a δ při 1 Hz, pojiva Shell 25/55 a 45/80

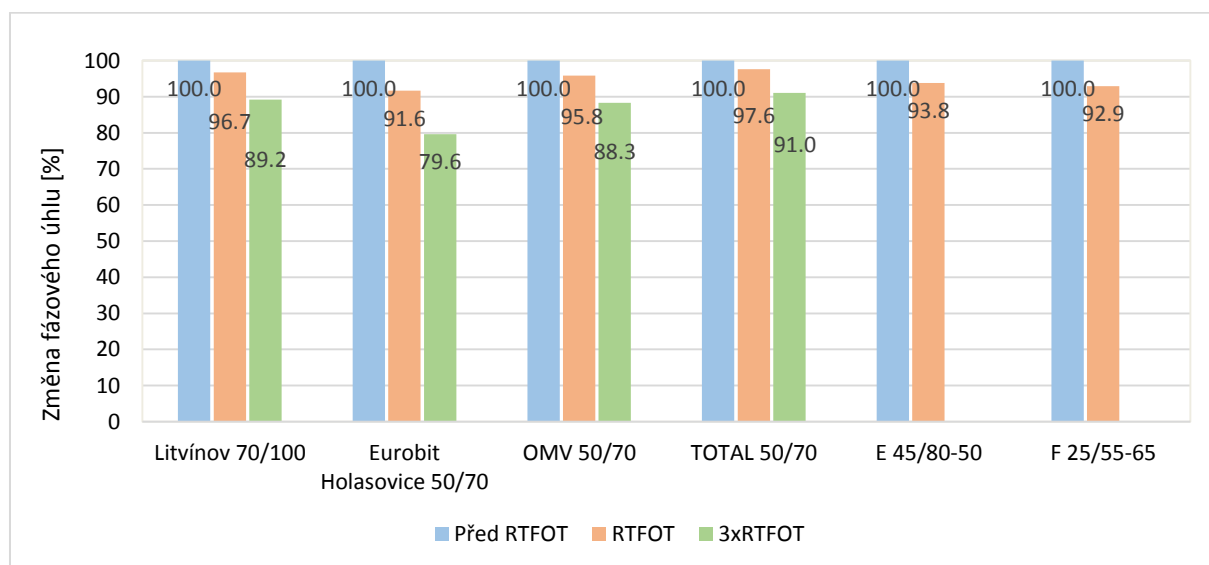


Graf č. 43 Izochrony G^* a δ při 1 Hz, pojiva Shell 25/55 a 45/80

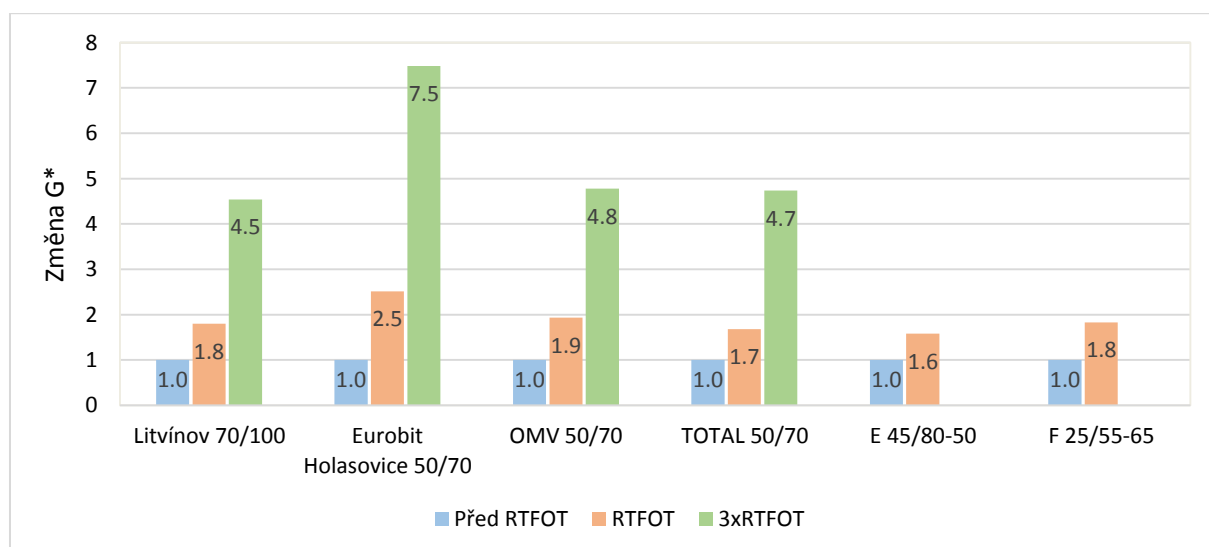
6.4.5. Porovnání změn smykového modulu a fázového úhlu

Výsledné změny komplexního smykového modulu a fázového úhlu, ke kterým došlo vlivem stárnutí, byly znázorněny pro zvolenou zkušební teplotu 50 °C a zatěžovací frekvenci 1 Hz, při které byla hodnocena všechna pojiva.

Největší změny vlivem stárnutí, tedy nárůst smykového modulu a snížení fázového úhlu vykazovalo pojivo Eurobit 50/70. Zejména zvýšení smykového modulu bylo oproti ostatním pojivům téměř dvojnásobné. Nejméně zestárlo pojivo Total 50/70. Výsledné změny v tomto případě nekorelovaly s pořadím velikostí změn hodnot u empirických zkoušek, ani s velikostí změny viskozity.



Graf č. 44 Změna velikosti δ při teplotě 50 °C a 1 Hz v procentech



Graf č. 45 Změna velikosti G^* při teplotě 50 °C a 1 Hz v procentech

7. VZÁJEMNÉ ZÁVISLOSTI VÝSLEDKŮ

V této kapitole jsou znázorněny a porovnány jednotlivé závislosti výsledků prováděných zkoušek na pojivech. Tato závislost je vždy vyjádřena rovnicí křivky Y a korelačním koeficientem (parametr R^2). Pokud je výsledný parametr R^2 větší než 0,8 můžeme říci, že mezi zkouškami je silná závislost. Jsou-li hodnoty parametru mezi jednotlivými zkouškami v rozmezí 0,5 - 0,8, lze mezi těmito zkouškami nalézt určitý vztah. U hodnot nižších než 0,5 hovoříme o slabé závislosti.

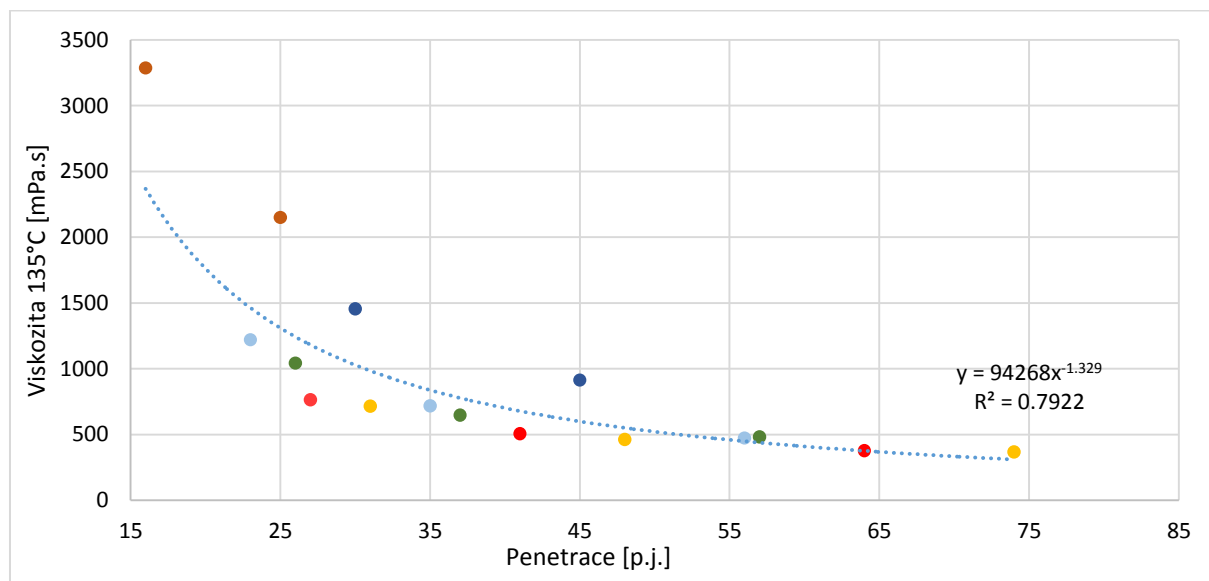
Grafy závislostí byly vytvořeny jak z výsledků zkoušek všech srovnávaných pojiv, tak pouze z výsledků silničních asfaltů. Díky tomu můžeme pozorovat, že polymerem modifikované asfalty v některých případech tuto závislost zlepšují a v jiných zhoršují. Nejvíce mezi sebou jsou vzájemně provázány výsledky zkoušek viskozity a bodu měknutí s velikostí parametru $R^2 = 0,913$ (bez PmB je $R^2 = 0,951$), nejméně pak výsledky fázových úhlů a penetrace s hodnotou $R^2 = 0,695$ (bez PmB $R^2 = 0,605$).

Výsledky jednotlivých pojiv mají v následujících grafech stejné barevné označení jako v předcházejícím textu: Litvínov – žlutá Total – červená

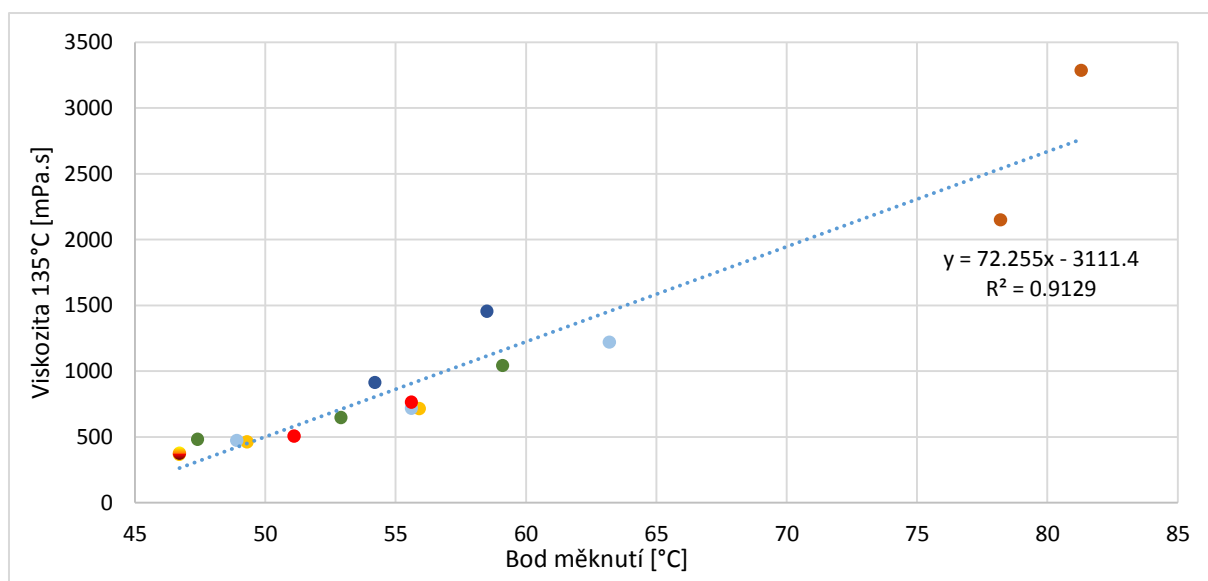
Eurobit – modrá Shell 45/80 – tmavě modrá

OMV – zelená Shell 25/55 – hnědá

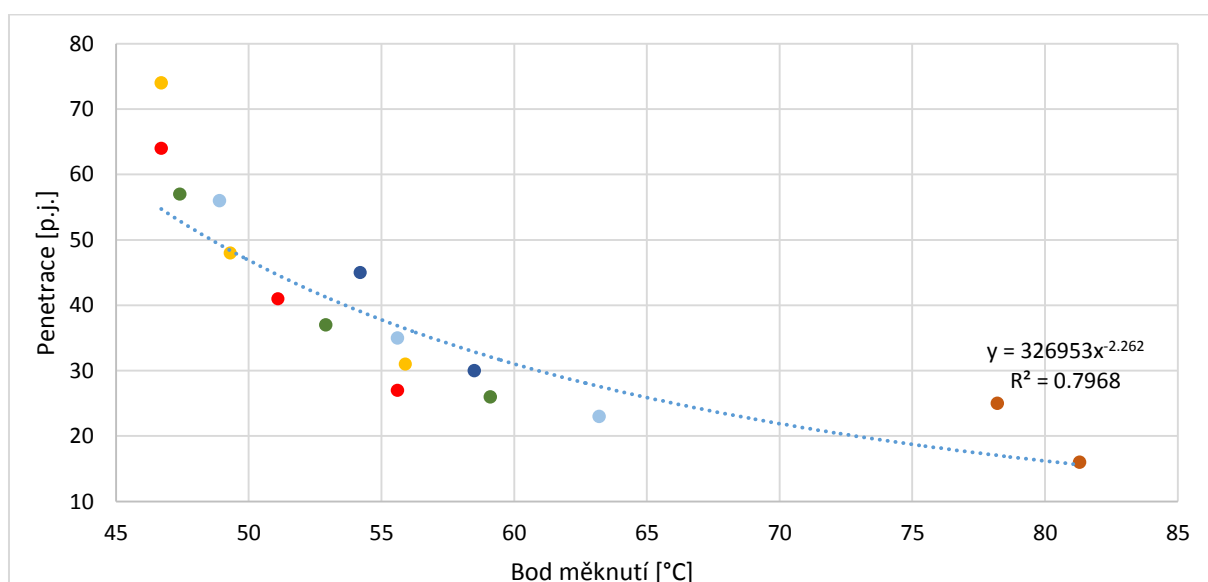
Dále jsou hodnoty srovnávány za stejných okrajových podmínek jako v předchozích vyhodnoceních. Viskozity jsou srovnávány pro teplotu 135 °C a smykovou rychlost 1,0 s⁻¹, komplexní smykový modul a fázové úhly pro teplotu 50 °C a zatěžovací frekvenci 1 Hz.



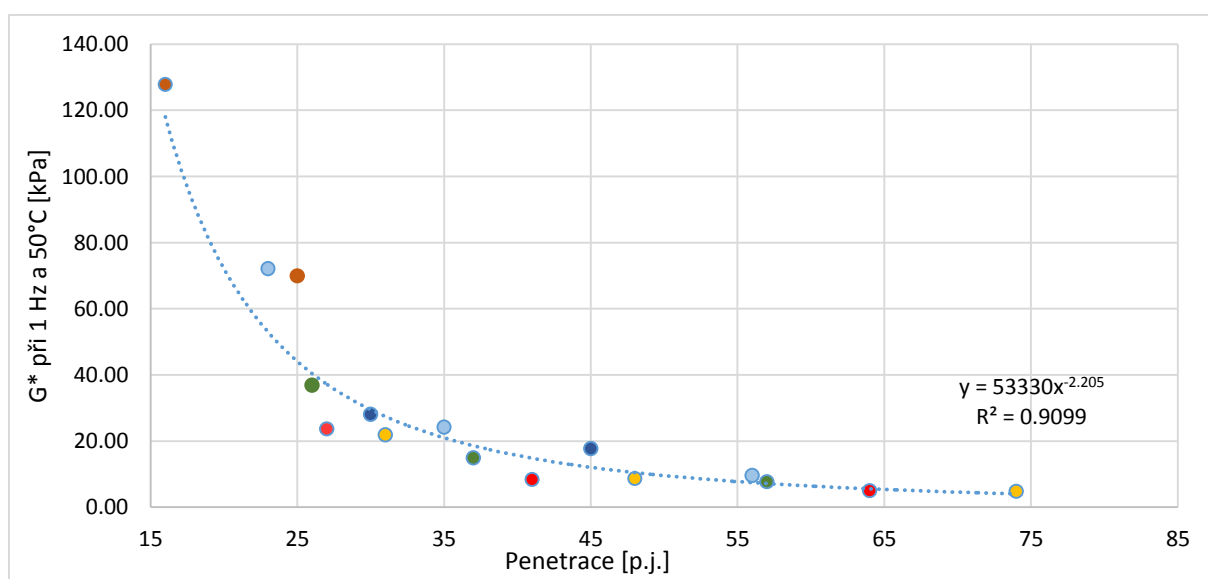
Graf č. 46 Závislost viskozity a penetrace všech pojiv



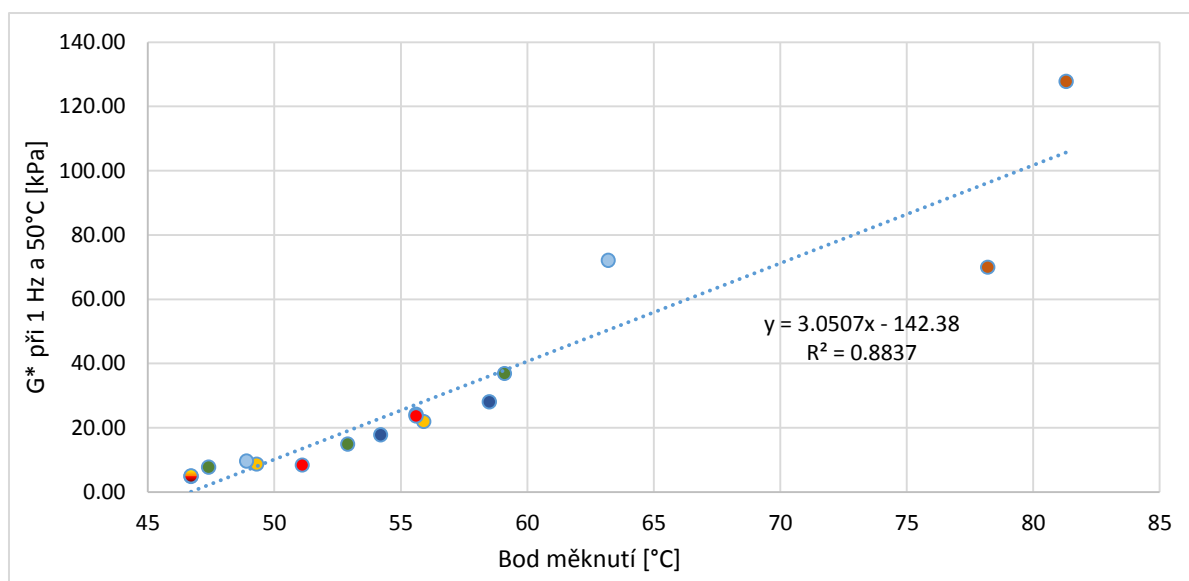
Graf č. 47 Závislost viskozity a bodu měknutí všech pojiv



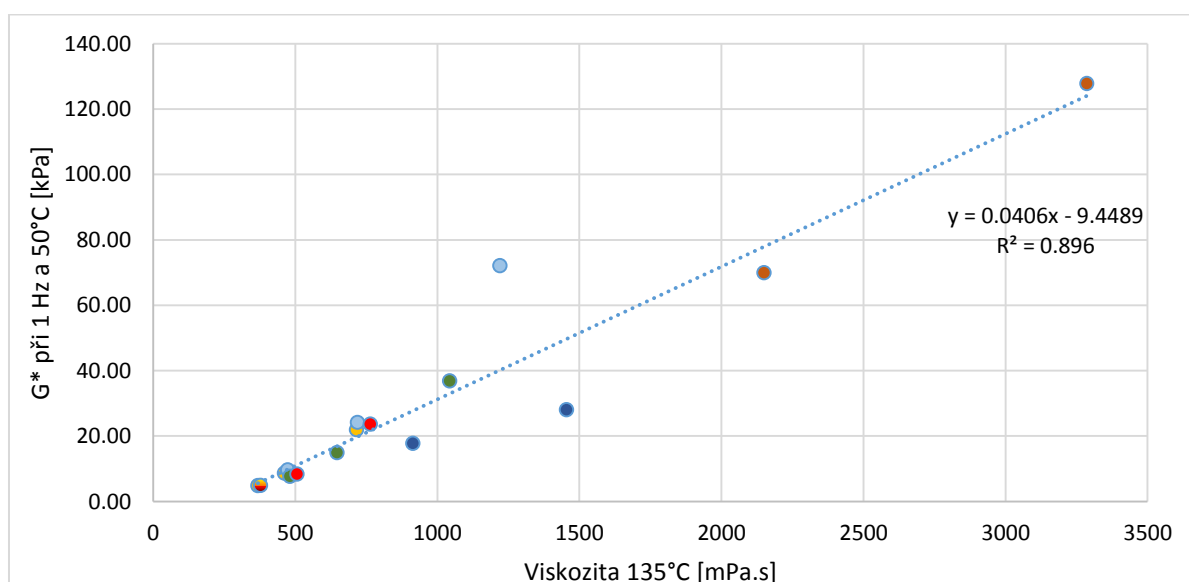
Graf č. 48 Závislost penetrace a bodu měknutí všech pojiv



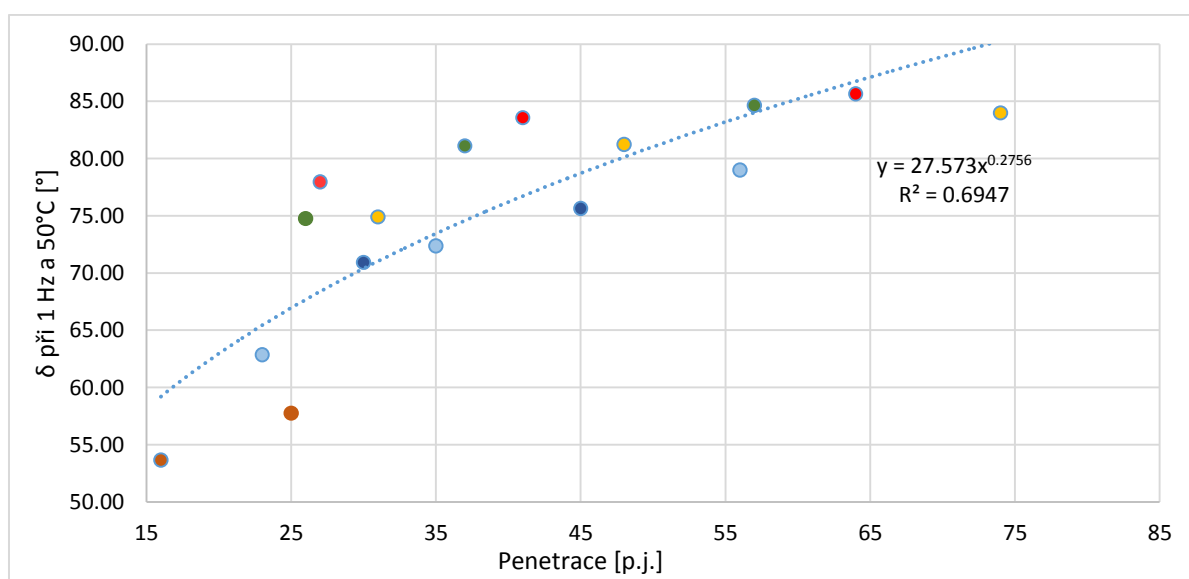
Graf č. 49 Závislost smykového modulu a penetrace všech pojiv



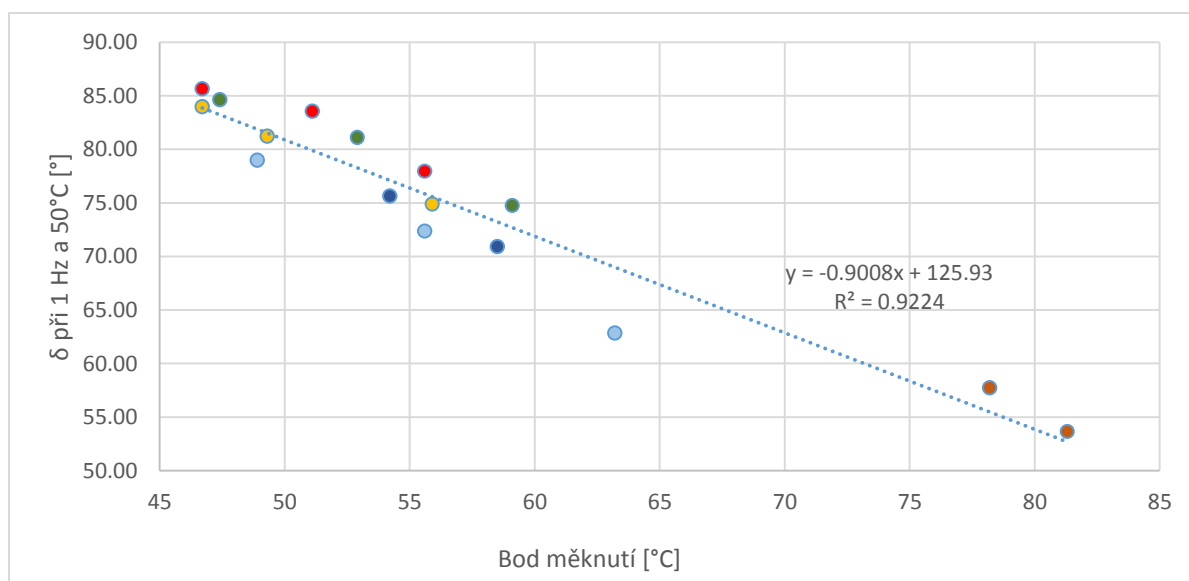
Graf č. 50 Závislost smykového modulu a bodu měknutí všech pojiv



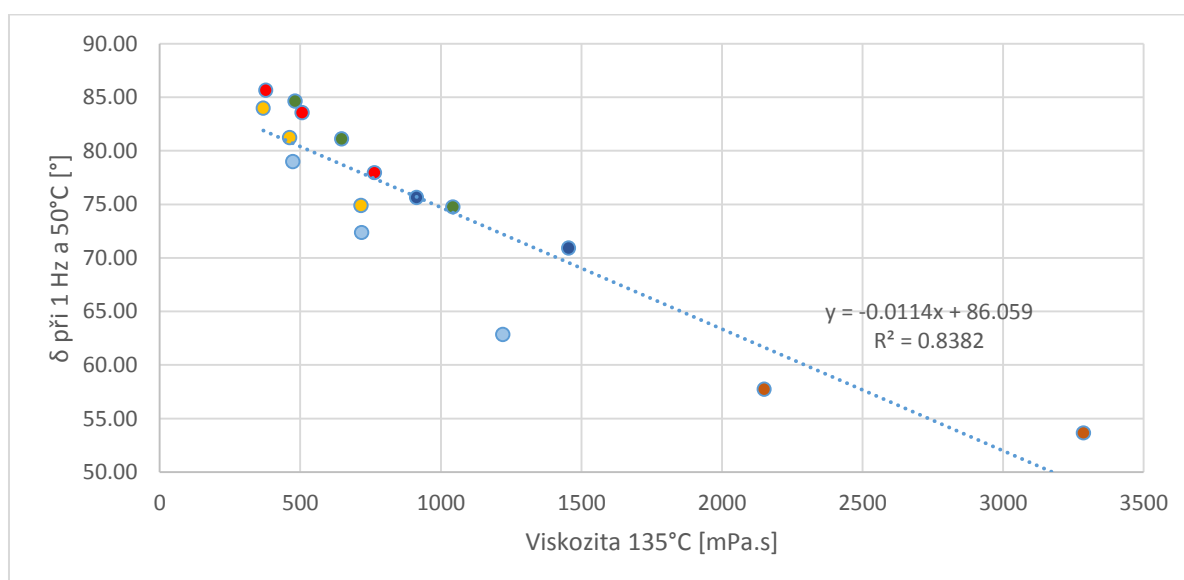
Graf č. 51 Závislost smykového modulu a viskozity všech pojiv



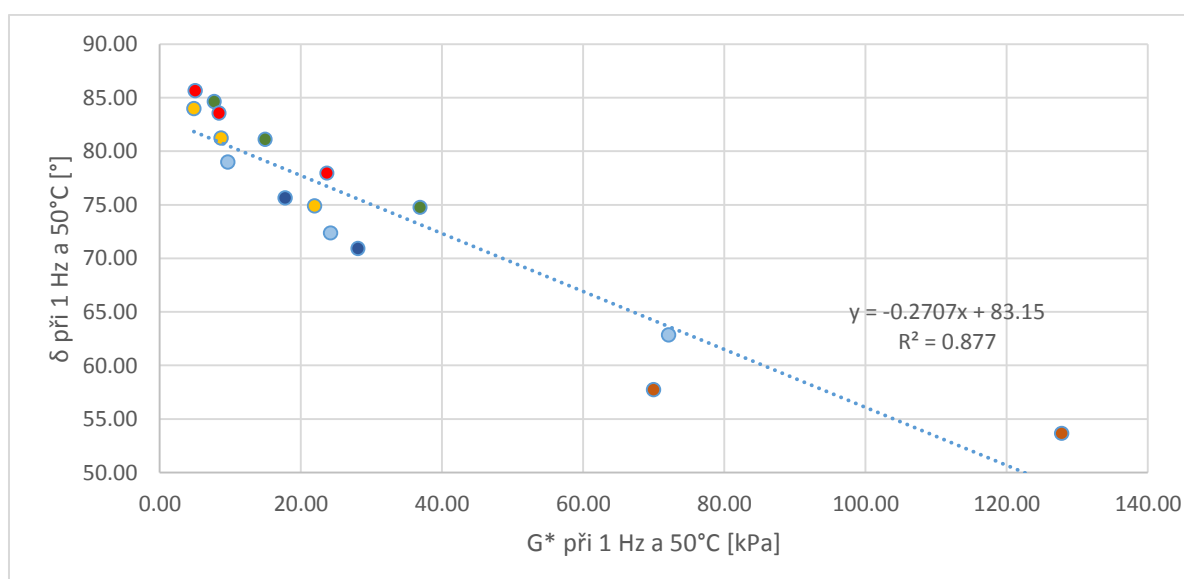
Graf č. 52 Závislost fázového úhlu a penetrace všech pojiv



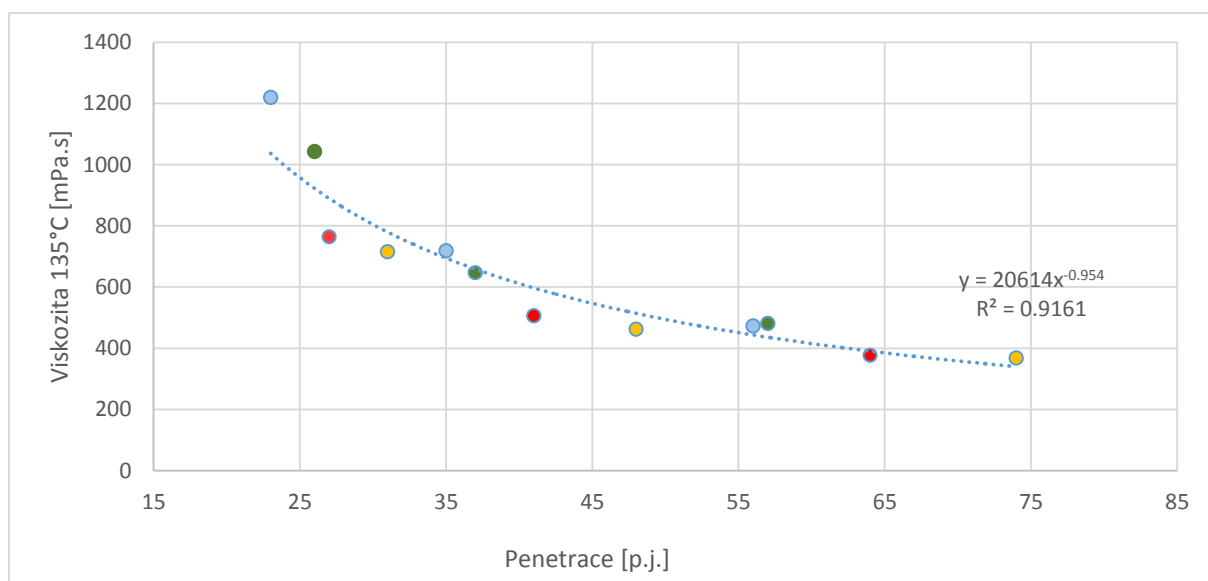
Graf č. 53 Závislost fázového úhlu a bodu měknutí všech pojiv



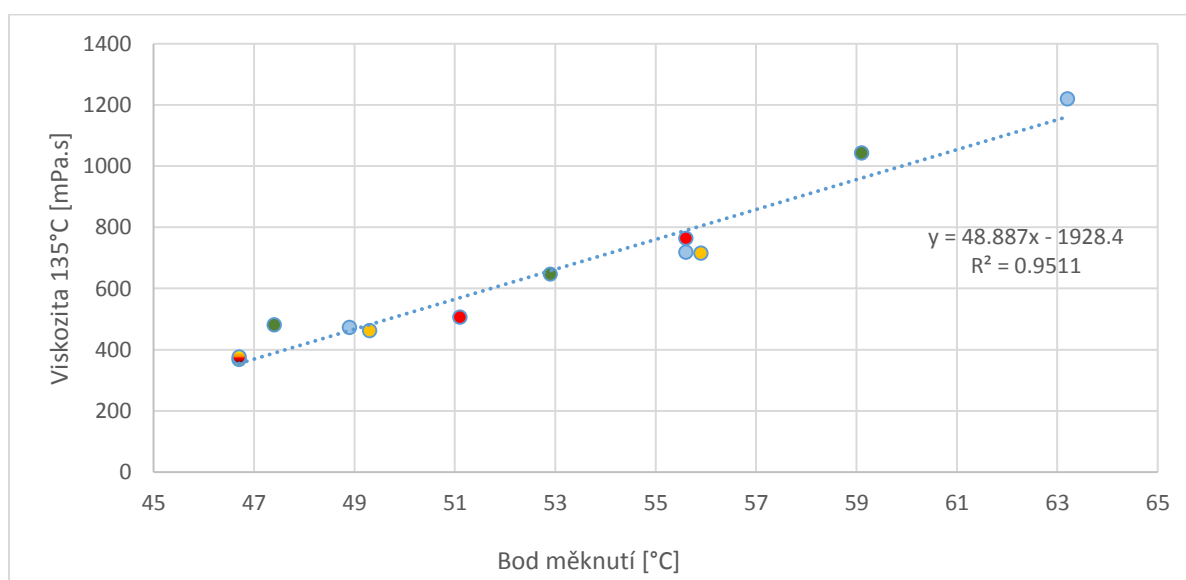
Graf č. 54 Závislost fázového úhlu a viskozity všech pojiv



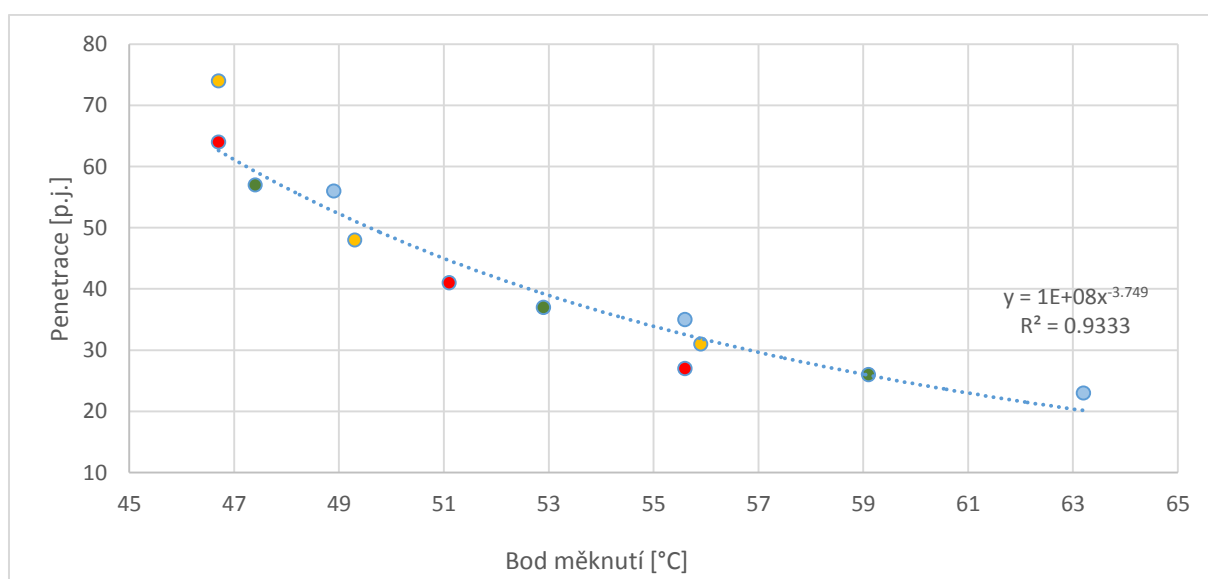
Graf č. 55 Závislost fázového úhlu a smykového modulu všech pojiv



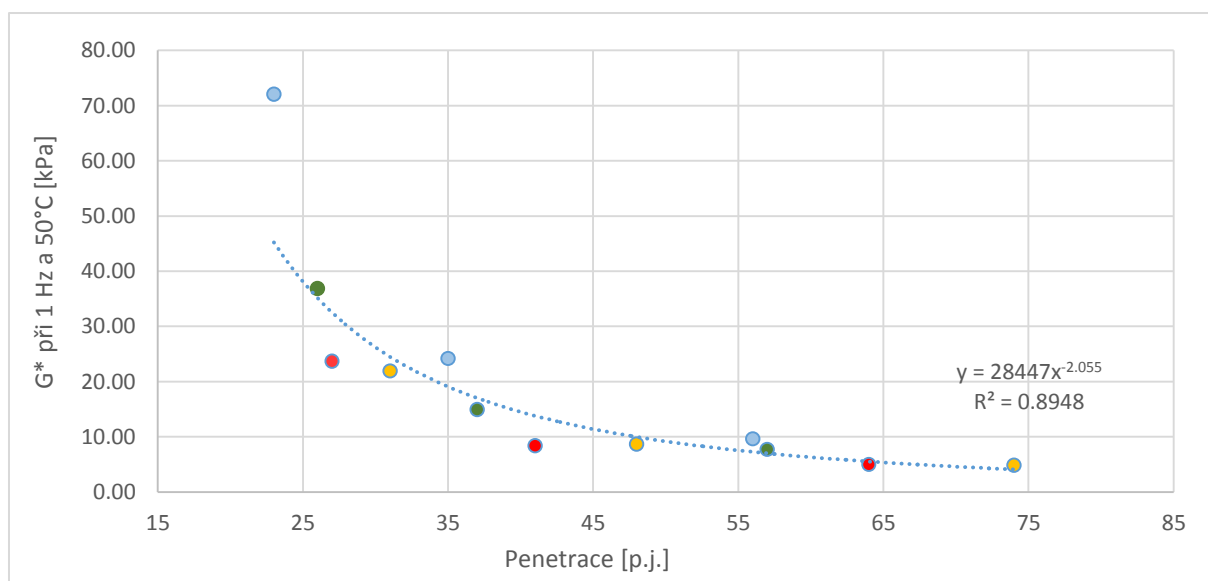
Graf č. 56 Závislost viskozity a penetrace, silničních asfaltů



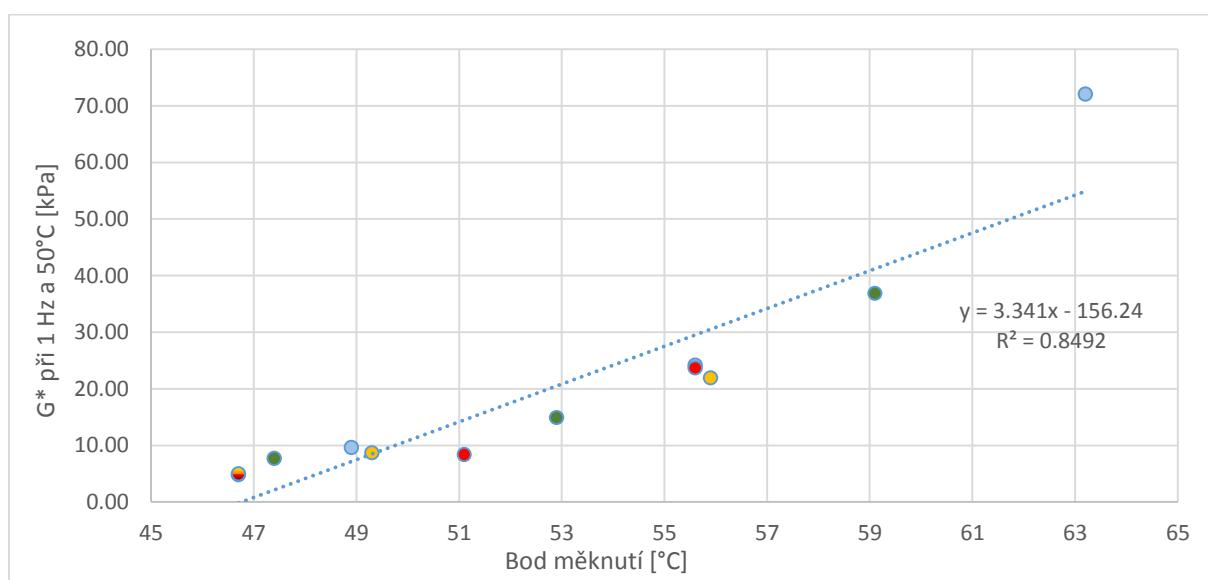
Graf č. 57 Závislost viskozity a bodu měknutí, silničních asfaltů



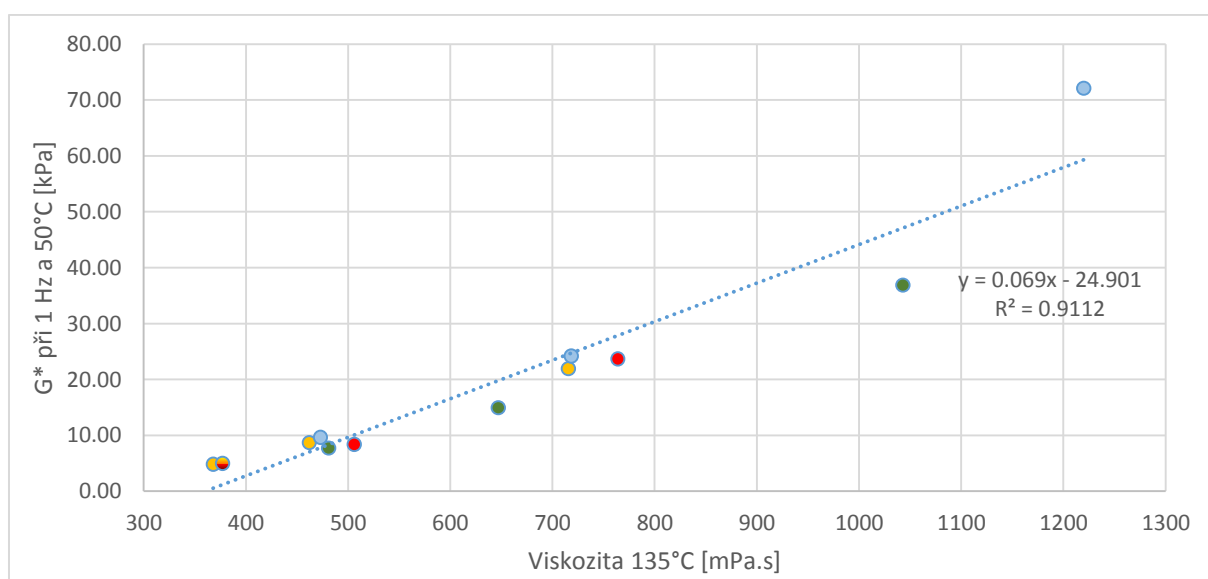
Graf č. 58 Závislost penetrace a bodu měknutí, silničních asfaltů



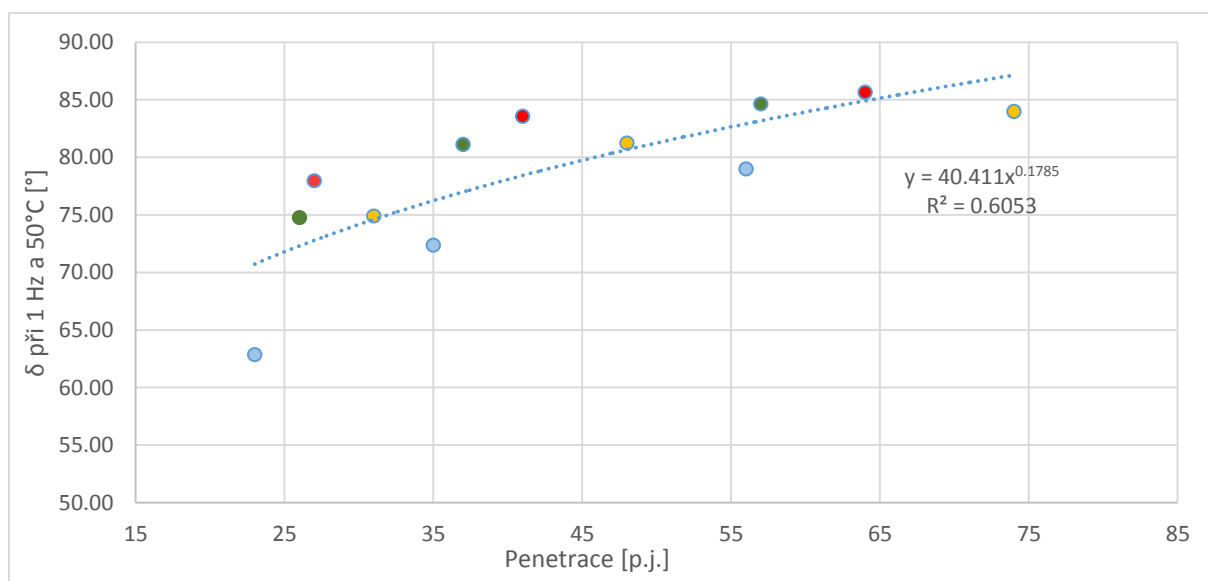
Graf č. 59 Závislost smykového modulu a penetrace, silničních asfaltů



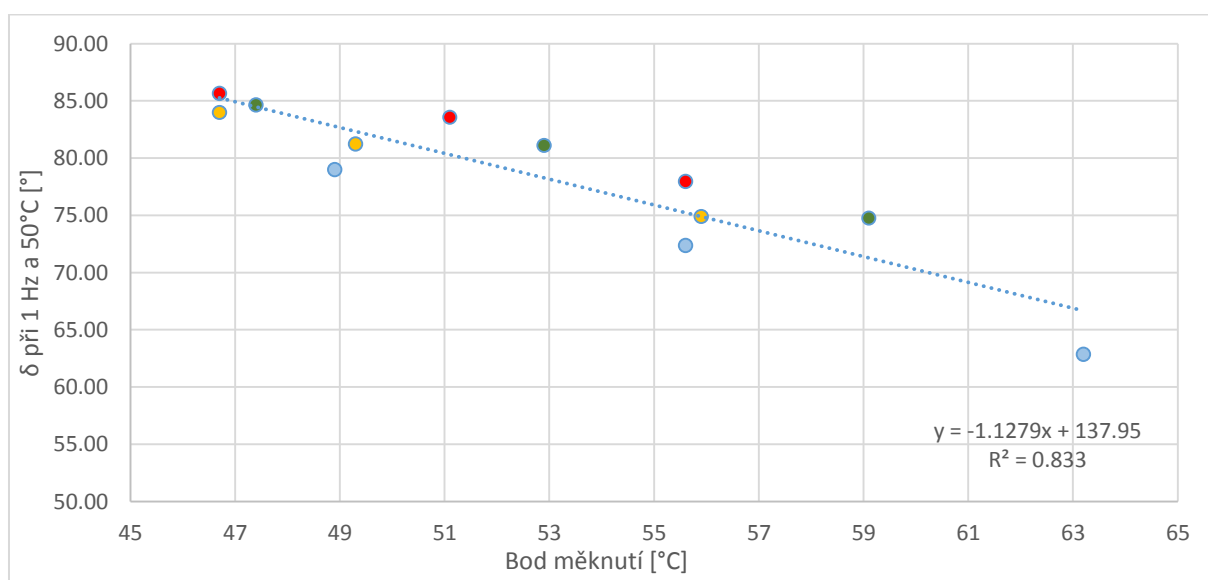
Graf č. 60 Závislost smykového modulu a bodu měknutí, silničních asfaltů



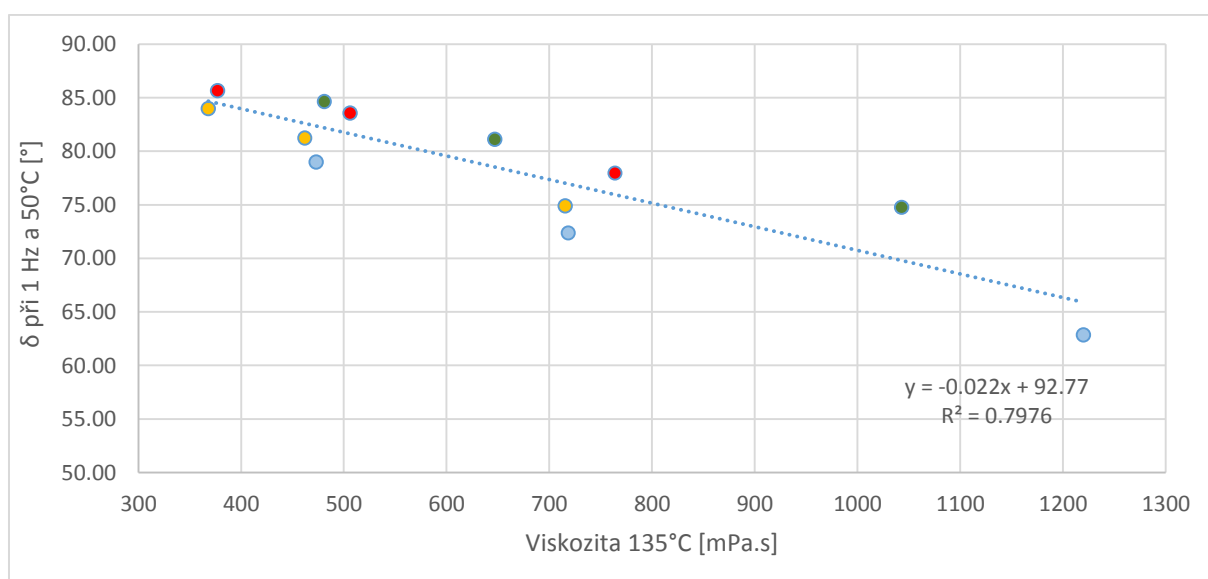
Graf č. 61 Závislost smykového modulu a viskozity, silničních asfaltů



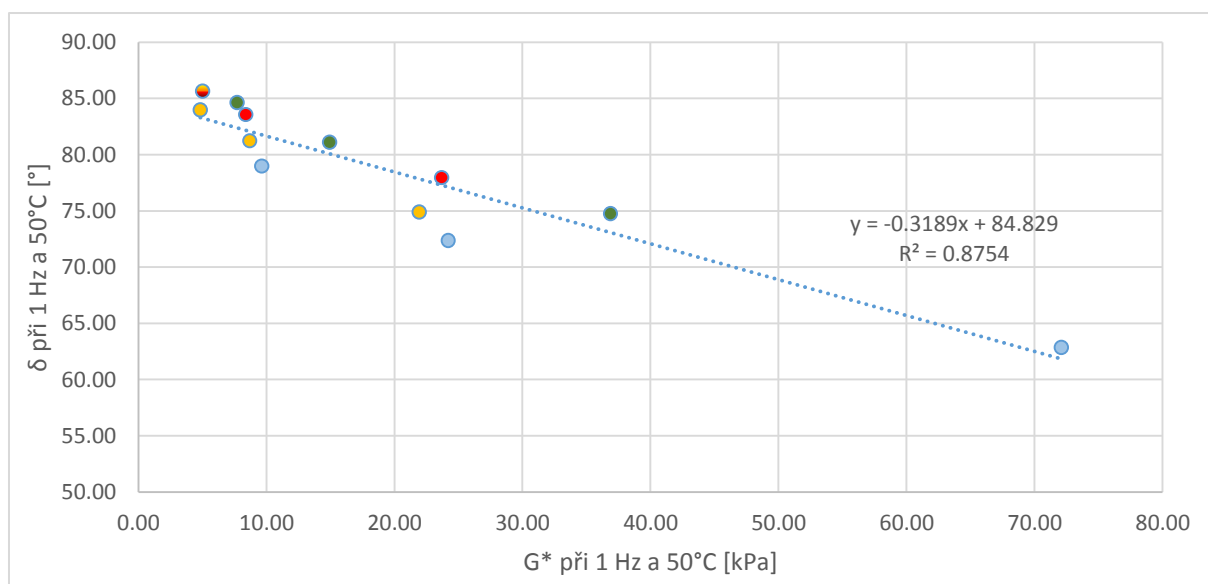
Graf č. 62 Závislost fázového úhlu a penetrace, silničních asfaltů



Graf č. 63 Závislost fázového úhlu a bodu měknutí, silničních asfaltů



Graf č. 64 Závislost fázového úhlu a viskozity, silničních asfaltů



Graf č. 65 Závislost fázového úhlu a smykového modulu, silničních asfaltů

8. ZÁVĚR

V diplomové práci byly stanoveny a následně porovnány vlastnosti vybraných asfaltových pojiv pomocí empirických a funkčních zkoušek.

Empirické zkoušky byly zastoupeny zkouškou penetrace a bodu měknutí. Obě zkoušky popisují empiricky stanoveným způsobem vlastnosti pojiv, které zastupují viskozitu při teplotě 25 °C (hloubka vniku jehly při zkoušce penetrace) a v teplotním rozmezí cca 45 °C až 80 °C (hodnota bodu měknutí).

Pro funkční zkoušky byl v této práci využit dynamický smykový reometr, který se v České republice pro popis reologických vlastností asfaltových pojiv prosazuje teprve během posledních let. V dynamickém smykovém reometru se za podmínek, ve kterých se asfalty vyskytují v průběhu výroby a užívání asfaltových vrstev, stanovují mimo jiné dynamické viskozity a komplexní smykové moduly ve fyzikálních jednotkách Pa.s, kPa a fázový úhleh ve stupních.

Pro srovnání byly vybrány čtyři silniční asfalty a dva polymerem modifikované asfalty. K odlišení změny vlastností uvedených asfaltových pojiv byla navíc použita zkouška stárnutí RTFOT ve standardní době průběhu, která má modelovat stárnutí odpovídající průběhu výroby asfaltové směsi na obalovně. Prodloužením doby stárnutí RTFOT na trojnásobek se předpokládá modelování dlouhodobého stárnutí po dobu živostnosti asfaltu ve vrstvě vozovky.

Po stárnutí RTFOT byly penetrace silničních asfaltů výrazně nižší, nicméně z výsledků této zkoušky nelze s jistotou říci, který z asfaltů nejlépe odolává oxidačnímu stárnutí, z důvodů malých rozdílů mezi jednotlivými procentuálními poklesy penetrace. Tento pokles byl nejvýše na 62,5 % po krátkodobém a 42,2 % po dlouhodobém stárnutí. Přípustná hodnota zbylé penetrace po stárnutí RTFOT podle normy ČSN EN 12591 je však až 50 % (v závislosti na gradaci pojiva).

Zjištěné rozdíly nárůstu bodu měknutí zkouškou kroužek a kulička byly po krátkodobém stárnutí nejvýše 6,7 °C, a po dlouhodobém stárnutí (3 x RTFOT) 7,6 °C, přičemž norma velkoryse povoluje hodnotu nárůstu u některých pojiv až o 11 °C po krátkodobém stárnutí RTFOT. Procentuální změna bodu měknutí pak byla nižší než u zkoušky penetrace, ale rozdíly mezi jednotlivými pojivy jsou výraznější.

Funkční (reologické) zkoušky předložily výrazně rozdílné výsledky pro silniční a polymerem modifikované asfalty. Po krátkodobém stárnutí RTFOT byly naměřené rozdíly vyjádřené relativními změnami jednotlivých měřených hodnot výrazně vyšší.

Naměřené dynamické viskozity silničních asfaltů dobře korelovaly s výsledky penetrace a bodu měknutí. Nižší závislost byla prokázána pro polymerem modifikované asfalty. Oproti empirickým zkouškám polymerem modifikovaných asfaltů vykazovala zkouška viskozity procentuálně výraznější změnu chování po stárnutí RTFOT. Zkoušená pojiva vykazovala při vysokých teplotách newtonovské chování (dynamická viskozita nezávisela na smykové rychlosti) a při teplotách pod cca 105 °C se začínala chovat nenewtonsky. Vlivem oxidačního stárnutí se dynamická viskozita pojiv zvyšovala.

Zkouška komplexního smykového modulu a fázového úhlu dokázala dobře odlišit silniční asfalty od polymerem modifikovaných asfaltů. Silniční asfalty mají v celém teplotně frekvenčním rozsahu nižší komplexní moduly a vyšší příslušné fázové úhly. To způsobuje jejich nižší elasticita oproti polymerem modifikovaným asfaltům. Modifikované asfalty je rovněž možné určit podle zvlnění křivky Blackova diagramu, která je zapříčiněna použitím polymerní přísady. Vlivem stárnutí se u všech porovnávaných pojiv zvýšil smykový modul a zároveň poklesla hodnota fázových úhlů. Rozdílné velikosti změny těchto reologických vlastností nekorelovaly s pořadím velikostí změn hodnot u empirických zkoušek, ani s velikostí změny dynamické viskozity. Nejcitlivější zkouškou na změnu vlastností pojiv po stárnutí RTFOT je zkouška komplexního smykového modulu, při které byly nejvýraznější procentuální změny ze všech použitých zkoušek. Nárůst smykového modulu byl po krátkodobém stárnutí až 2,5krát větší (změna 150 %) a po dlouhodobém stárnutí dokonce 7,5krát větší (změna 650 %).

Požadavky pro posouzení vlastností funkčních zkoušek zatím nejsou v předpisech stanoveny.

Porovnání výsledků empirických a funkčních zkoušek vyjadřovalo skutečnost, že všemi zkouškami se různě měří viskózní charakteristiky asfaltových pojiv. Vzájemné závislosti však neslouží k převodu hodnot jedné zkoušky na zkoušku jinou.

K posouzení vývoje stárnutí by mohlo být s výhodou použito funkčních zkoušek při záporných teplotách. Např. v silniční laboratoři ústavu pozemních komunikací na VUT Brno byly prováděny relaxace smykového napětí při teplotě 0 °C a -10 °C, což by mohlo být náplní dalších diplomových prací.

9. SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] Department of Transportation [online]. [cit. 17.01.2014]. Dostupný na [www: https://www.dot.ny.gov/main/business-center/contractors/construction-division/fuel-asphalt-steel-price-adjustments](http://www.dot.ny.gov/main/business-center/contractors/construction-division/fuel-asphalt-steel-price-adjustments)
- [2] Ing. Daniel Švadlák, Ph.d.. Aplikace nových metod pro zkoušení silničních asfaltů [online]. [cit. 25.11.2013]. Dostupný na WWW: http://www.petroleum.cz/upload/aprochem2009_171.pdf
- [3] Valentin, J. Užité vlastnosti a reologie asfaltových směsí, 1st ed.; Praha, 2003.]
- [4] VALENTIN, Jan. *Reologie asfaltových směsí a pojiv* [online]. [cit. 25.11.2013]. Dostupný na WWW: <http://d2051.fsv.cvut.cz/predmety/stpk/reologieuvod.pdf>
- [5] PLITZ, Jiří, Ing. (1997). Stárnutí silničních pojiv. Paramo a.s., Pardubice.
- [6] Bc. ROUS, Vojtěch (2013) Odolnost asfaltových pojiv proti stárnutí
- [7] *Zařízení pro stanovení odolnosti asfaltového pojiva proti stárnutí metodou RTFOT* [online]. [cit. 4.12.2013]. Dostupný na WWW: <http://www.admas.eu/pressd.php?id=>
- [8] Schramm G. :Einführung in Rheologie und Rheometrie. Gebrüder HAAKE GmbH, Karlsruhe 1995
- [9] Arand W., Zander U.: Einfluss der Bitumenhärte auf das Ermüdungsverhalten von Asphaltbefestigungen unterschiedlicher Dicke in Abhängigkeit von der Tragfähigkeit der Unterlage, der Verkehrsbelastung und der Temperatur, Braunschweig 1998.
- [10] ČSN EN 12591 Specifikace pro silniční asfalty
- [11] ČSN EN 14770 Stanovení komplexního modulu ve smyku a fázového úhlu - DSR
- [12] DOBSON, Geoffrey. Reologie a vozovky.
- [13] ČSN EN 1426 Stanovení penetrace jehlou
- [14] ČSN EN 1427 Stanovení bodu měknutí – metoda kroužek a kulička
- [15] ČSN EN 14023 Systém specifikace pro polymerem modifikované asfalty
- [16] ČSN EN 12607-1 Stanovení odolnosti proti stárnutí vlivem tepla a vzduchu - Metoda RTFOT

Seznam grafů

Graf č. 1 Vývoj ceny asfaltu na Americké burze	10
Graf č. 2 Změna penetrace po stárnutí pojiva RTFOT.....	30
Graf č. 3 Změna penetrace po stárnutí pojiva RTFOT v procentech	31
Graf č. 4 Změna bodu měknutí po stárnutí pojiva RTFOT	32
Graf č. 5 Změna bodu měknutí po stárnutí pojiva RTFOT v procentech.....	32
Graf č. 6 Litvínov 70/100 Viskozita / Smyková rychlost	34
Graf č. 7 Eurobit 50/70 Viskozita / Smyková rychlost	34
Graf č. 8 OMV 50/70 Viskozita / Smyková rychlost.....	35
Graf č. 9 Total 50/70 Viskozita / Smyková rychlost.....	35
Graf č. 10 Eurobit 50/70 Total 50/70 Viskozita / Teplota (Smyková rychlost - $\gamma = 1 \text{ s}^{-1}$).....	36
Graf č. 11 Litvínov 100/70 OMV 50/70 Viskozita / Teplota (Smyková rychlost - $\gamma = 1 \text{ s}^{-1}$)	36
Graf č. 12 Shell 45/80 - 50 Viskozita / Teplota (Smyková rychlost - $\gamma = 1 \text{ s}^{-1}$).....	37
Graf č. 13 Shell 25/55 - 65 Viskozita / Smyková rychlost.....	37
Graf č. 14 Shell 45/80 – 50, Shell 25/55 - 65 Viskozita / Teplota (Smyková rychlost $\gamma = 1 \text{ s}^{-1}$)	38
Graf č. 15 Nezestárlá pojiva Viskozita / Teplota (Smyková rychlost $\gamma = 1 \text{ s}^{-1}$).....	38
Graf č.16 Změna viskozity při teplotě 135 °C	39
Graf č. 17 Hlavní křivky komplexního smykového modulu Litvínov 70/100.....	41
Graf č. 18 Hlavní křivky smykového modulu Eurobit 50/70.....	41
Graf č. 19 Hlavní křivky smykového modulu OMV 50/70	42
Graf č. 20 Hlavní křivky smykového modulu Total 50/70	42
Graf č. 21 Hlavní křivky smykového modulu Shell 45/80 - 50	43
Graf č. 22 Hlavní křivky smykového modulu Shell 25/55 – 65	43
Graf č. 23 Hlavní křivky smykového modulu nezestárnutých pojiv.....	44
Graf č. 24 Hlavní křivky fázového úhlu Litvínov 70/100.....	45
Graf č. 25 Hlavní křivky fázového úhlu Eurobit 50/70.....	46

Graf č. 26 Hlavní křivky fázového úhlu OMV 50/70	46
Graf č. 27 Hlavní křivky fázového úhlu Total 50/70	47
Graf č. 28 Hlavní křivky fázového úhlu Shell 45/80 – 80	47
Graf č. 29 Hlavní křivky fázového úhlu Shell 25/55 – 65	48
Graf č. 30 Hlavní křivky smykového modulu nezestárnutých pojiv.....	49
Graf č. 31 Blackův diagram Litvínov 70/100.....	50
Graf č. 32 Blackův diagram Eurobit 50/70	50
Graf č. 33 Blackův diagram OMV 50/70	51
Graf č. 34 Blackův diagram Total 50/70	51
Graf č. 38 Izochrony G^* a δ při 1 Hz, pojivo Litvínov 70/100.....	54
Graf č. 39 Izochrony G^* a δ při 1 Hz, pojivo Eurobit 50/70	54
Graf č. 40 Izochrony G^* a δ při 1 Hz, pojivo OMV 50/70	55
Graf č. 41 Izochrony G^* a δ při 1 Hz, pojivo Total 50/70	55
Graf č. 42 Izochrony G^* a δ při 1 Hz, pojiva Shell 25/55 a 45/80	56
Graf č. 43 Izochrony G^* a δ při 1 Hz, pojiva Shell 25/55 a 45/80	56
Graf č. 44 Změna velikosti δ při teplotě 50 °C a 1 Hz v procentech	57
Graf č. 45 Změna velikosti G^* při teplotě 50 °C a 1 Hz v procentech	57
Graf č. 46 Závislost viskozity a penetrace	58
Graf č. 47 Závislost viskozity a bodu měknutí.....	59
Graf č. 48 Závislost penetrace a bodu měknutí	59
Graf č. 49 Závislost smykového modulu a penetrace	59
Graf č. 50 Závislost smykového modulu a bodu měknutí.....	60
Graf č. 51 Závislost smykového modulu a viskozity	60
Graf č. 52 Závislost fázového úhlu a penetrace	60
Graf č. 53 Závislost fázového úhlu a bodu měknutí	61
Graf č. 54 Závislost fázového úhlu a viskozity	61

Graf č. 55 Závislost fázového úhlu a smykového modulu	61
Graf č. 56 Závislost viskozity a penetrace, bez vzorků PmB.....	62
Graf č. 57 Závislost viskozity a bodu měknutí, bez vzorků PmB	62
Graf č. 58 Závislost penetrace a bodu měknutí, bez vzorků PmB	62
Graf č. 59 Závislost smykového modulu a penetrace, bez vzorků PmB.....	63
Graf č. 60 Závislost smykového modulu a bodu měknutí, bez vzorků PmB.....	63
Graf č. 61 Závislost smykového modulu a viskozity, bez vzorků PmB	63
Graf č. 62 Závislost fázového úhlu a penetrace, bez vzorků PmB.....	64
Graf č. 63 Závislost fázového úhlu a bodu měknutí, bez vzorků PmB.....	64
Graf č. 64 Závislost fázového úhlu a viskozity, bez vzorků PmB	64
Graf č. 65 Závislost fázového úhlu a smykového modulu, bez vzorků PmB	65

Seznam tabulek

Tab. č. 1 Silniční asfalty použité pro zkoušky	28
Tab. č. 2 Polymerem modifikované asfalty použité pro zkoušky	28
Tab. č. 3 Úbytek hmotnosti po stárnutí	29
Tab. č. 4 Hodnoty penetrace a bodu měknutí.....	30

Seznam Obrázků

Obr. č. 1 Model pružina – tlumič	13
Obr. č. 2 Znázornění smykového přetvoření a napětí	14
Obr. č. 3 Toková a viskózní křivka	16
Obr. č. 4 Maxwellův model.....	16
Obr. č. 5 Složky komplexního modulu	17
Obr. č. 6 Zkouška penetrace	19
Obr. č. 7 Přístroj na zjištění bodu měknutí.....	20
Obr. č. 8 Temperování vzorků pro RTFOT	21
Obr. č. 9 Zkouška stárnutí RTFOT	22
Obr. č. 10 Dynamický smykový reometr	24
Obr. č. 11 Vzorky pojiva Obr. č. 12 Měřicí geometrie	24
Obr. č. 13 Měření viskozity.....	26
Obr. č. 14 Průběh smykového přetvoření a vyvolaného smykového napětí	27

10. SEZNAM PŘÍLOH

Příloha č. 1 Izotermy komplexních modulů a fázových úhlů.....	74
---	----

PŘÍLOHA Č.1 IZOTERMY KOMPLEXNÍCH MODULŮ A FÁZOVÝCH ÚHLŮ

