

T315-04 用动态剪切流变仪（DSR）测量沥青胶结料的流变性质

标准试验方法

1 适用范围

- 1.1 本试验方法包含了用平行板进行动态剪切（振荡的）测试，测量沥青胶结料的动态剪切模量和相位角。本标准测量沥青胶结料的动态剪切模量值的范围为 100Pa~10MPa。通常在 3~88℃之间得到这个范围的模量。本试验的目的是测定试验规范要求的沥青胶结料的线性黏弹性质，而不是要得到沥青胶结料的所有线性黏弹性质的综合过程。
- 1.2 本标准适合未老化和根据 T240 和 R28 老化的材料。
- 1.3 对含有颗粒的沥青胶结料，颗粒最大粒径尺寸小于 250 μm。
- 1.4 本标准可能包含危险材料、操作和设备。本标准并不能强调关于使用时的所有安全问题。在使用本标准之前，使用者有责任采用合适的安全和健康实践，并确定其使用的规则限制。

2 参考文件

2.1 AASHTO 标准

- M320 沥青胶结料性能分级
- R28 用压力容器（PAV）对沥青胶结料进行加速老化
- R29 沥青胶结料的性能分级和验证
- T40 沥青材料取样
- T240 热和空气对流动的沥青薄膜的影响（旋转薄膜烘箱试验）

2.2 ASTM 标准

- C670 用于建筑材料的制备精度和误差报告的试验方法
- E1 ASTM 温度计规范
- E77 温度计的检验和校验
- E563 用冰点水浴作为基准温度的准备和使用
- E644 工业电阻温度计的试验
- E220 用对比技术标定热电偶的方法

2.3 德国工业规范标准

- 43760 热电偶标定标准

3 名词术语

3.1 定义

沥青胶结料 (asphalt binder) ——由石油渣油生产的、添加或未添加非颗粒的有机改性剂的沥青基质材料。

3.2 本标准的特定术语

3.2.1 退火 (annealing) ——加热胶结料直至能够流动以消除位阻硬化的影响。

3.2.2 复数剪切模量 (complex shear modulus) (G^*) ——由剪切应力的峰值的绝对值 (τ) 除以剪切应变的峰值的绝对值 (γ) 计算得到的比值。

3.2.3 标定 (calibration) ——用 NIST 溯源标准进行的校验设备的准确度和精密度的过程, 并通过调节仪器以达到修正操作或修正精密度和准确度的需要。

3.2.4 模拟试件 (dummy test sample) ——在动态剪切流变仪 (DSR) 试验板中成形的沥青胶结料或其他聚合物试件, 用于测量板中沥青胶结料的温度。3.4.1 模拟试件用于单独确定温度修正。

3.2.5 加载周期 (loading Cycle) ——试样在选定的频率和应力或应变水平下一个单位的循环周期。

3.2.6 相位角 (phase angle) (δ) ——在控制应变试验模式下由一个正弦形式作用的应变和与之产生的正弦形式应力之间产生的用弧度表示的角度, 或在控制应力模式下作用的应力与产生的应变之间的角度。

3.2.7 损失剪切模量 (loss shear modulus) (G'') ——复数剪切模量乘以用度数表示的相位角的正弦值。它代表复数模量的成分, 是损失能量 (在荷载循环中消耗的) 的量度。

3.2.8 储藏剪切模量 (storage shear modulus) (G') ——复数剪切模量乘以用度数表示的相位角的余弦值。它代表复数模量的在相位中的成分, 是在荷载循环中储存能量的量度。

3.2.9 平行板几何形状 (parallel plate geometry) ——指试样夹在两个相对刚性的平行板之间并受到振荡剪切的试验几何形状。

3.2.10 振荡剪切 (oscillatory shear) ——指以一种振荡形式向试验样品施加剪切应力或剪切应变的加载模式以使剪切应力和剪切应变以正弦方式的零正弦变化。

3.2.11 线性黏弹性 (linear viscoelastic) ——在本标准范围内指的是动态剪切模量与剪切应力或剪切应变无关的特性区间。

3.2.12 便携式温度计 (portable thermometer) ——是一种电子设备, 包括了温度探测器 (含有热电偶或电阻元件的传感器), 必备的电子电路和读数系统。

3.2.13 基准温度计 (reference thermometer) ——一支可 NIST 溯源的用作试验室标准的玻璃温度计或电子温度计。

3.2.14 温度修正 (temperature correction) ——DSR 显示的温度和插在试样板间用便携式温度计测量的试样温度的差值。

3.2.15 热平衡 (thermal equilibrium) ——指在试验板中间试样温度达到不随时间变化

而变化的一种状态。

3.2.16 校验 (verification) ——指检查仪器或它的部件精密度是否符合试验室内部标准的过程,通常在实验室内操作进行。

3.2.17 位阻硬化 (steric harding) ——见分子缔合。

3.2.18 分子缔合 (molecular association) ——是指在室温下储藏的沥青胶结料分子间发生的缔合。经常是指在沥青文献中提到的空间位阻硬化,分子缔合能增加沥青胶结料的动态剪切模量。分子缔合的程度是沥青特有的,一般储藏几个小时后分子缔合的程度可能就更明显。

4 方法概要

4.1 本标准用动态剪切流变仪和平行板试验几何学测量沥青胶结料的复数剪切模量 (G^*) 和相位角 (δ)。

4.2 本标准适合于当动态剪切模量在 100Pa~10MPa 范围内使用,这个模量范围通常在 3~88°C 温度下、角度频率在 10rad/s 下获得,其值取决于不同等级、试验温度和沥青胶结料的条件(老化)。

4.3 在两个平行的金属板间成形直径 25mm 厚 1mm 或直径 8mm 厚 2mm 的试验样品。试验过程中在预选定的振荡频率和旋转形变振幅(应变控制)或扭矩振幅(应力控制)下,一个平行板相对于另一个是振荡的。需要的振幅取决于进行试验的沥青胶结料的复数剪切模量值。要求选用的振幅应保证测量在线性黏弹性范围进行。

4.4 试件通过规定的上、下板的加热和冷却维持在试验温度的 $\pm 0.1^\circ\text{C}$,或上下板位于温度控制的环境或试验箱中。

4.5 本标准中用正弦波振荡频率范围从 1~100rad/s。本规范规定试验频率为 10 rad/s。复数剪切模量 (G^*) 和相位角 (δ) 的计算使用设备生产商提供的专用计算机软件自动进行。

5 意义和应用

5.1 这个试验方法中的试验温度与该地区所使用的沥青胶结料道路的温度经历有关。

5.2 复数剪切模量是在荷载作用下沥青胶结料的劲度或形变阻力的一个指标。复数剪切模量和相位角定义了在线性黏弹性区沥青胶结料对剪切形变的阻力。

5.3 根据 M320, 复数剪切模量和相位角用于计算与性能相关的标准。

6 设备

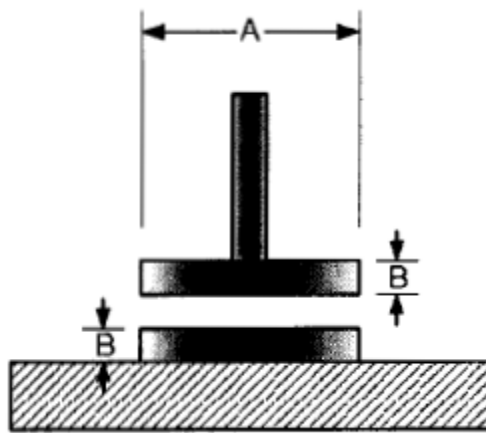
6.1 动态剪切流变仪 (DSR) 试验系统——动态剪切流变仪试验系统由平行金属板、环境室、加载设备、控制和数据采集系统组成。

6.1.1 试验板——金属试验板由不锈钢或铝合金制成,并具有抛光的光滑表面。一种直径为 (8.00 ± 0.02) mm, 另一种直径为 (25.00 ± 0.05) mm (图 1)。在某些流变仪中底板是平的

板，当试件加载时，从试件中央到上下板要有至少 3mm 垂直净空以提供足够的空间来修整试件。试验板应该做成与在 DSR 中用来安装板的试验夹具为一个整体的形状。

注 1——为了获得正确的数据，上下板必须相互同心。除了用视觉观察上下板是否相互同心，目前还没有一个合适的方法让用户来检查同心度。运动板旋转时不应有任何可见的水平和垂直的摇摆。这时可以用视觉检查或者当运动板旋转时用一个百分表接触在运动板边缘来进行检查。有两个数值来确定测量系统的运动特性：同心度（水平摇摆）和跳动（垂直摇摆）。一般地，如果大于 $\pm 0.02\text{mm}$ ，视觉上能观察到运动板开始摇摆。对于一个新系统，这种摇摆在 $\pm 0.01\text{mm}$ 是正常的。如果这种摇摆增加到大于 $\pm 0.02\text{mm}$ 时，建议由仪器制造商来进行服务。

注 2——根据上面规定的净空标准，当使用 1mm 间隙时，从试样中心到上下板的最小净空为 2.5mm，当使用 2mm 间隙时最小净空为 2mm。



尺寸	公称 8mm	公称 25mm
A	$(8 \pm 0.02) \text{ mm}$	$(25 \pm 0.05) \text{ mm}$
B	$> 2\text{mm}$	$> 2.5\text{mm}$

图 1 板的尺寸

6.1.2 环境箱——一个用来控制试验温度的箱体，通过加热（阶段式或渐进式），或制冷（阶段式或渐进式）来保持一个恒定的试件温度环境。环境箱中的加热和制冷的介质不应影响沥青胶结料性质。环境室中的温度控制可用循环的液体，如水、特制的气体如氮，或用一组恰当排列的固态珀耳帖 (Peltier) 元件包围在试件周围。当使用强排空气时，必需要有一个合适的干燥器防止水汽在板上或夹具上凝结。如果在零度以下操作，要防止冰的形成。环境箱和温度控制器必须控制试件的温度，包括试样内的温度梯度到 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 精密度。环境箱应上下板完全密封以减少温度梯度。

注 3——如果使用液体介质，应当要求使用一个与 DSR 主机分离的循环水浴单元来泵送液体至试验箱。

6.1.2.1 温度控制器——温度控制器有能力在 $3\sim 88^\circ\text{C}$ 温度范围内将试件的温度维持在试验温度的 $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 内。

6.1.2.2 DSR 内部温度探测器——一个铂电阻温度计安装在环境室的内部作为 DSR 整体一部分并与固定板紧密接触，温度范围为 3~88℃，精度达到 0.1℃。该温度计用作控制平行板中的试件温度并在样品的安装、调试和试验过程中提供一个连续的温度读数。

注 4——鉴于此目的，建议采用满足 DIN 43760（级别 A）标准或等同要求的铂电阻温度计 PRTDs。应分别对具有仪表或电子电路集成装置的 PRTD 进行标定。

6.1.3 加载装置——加载装置以 (10 ± 0.1) rad/s 频率向试件施加正弦式振荡荷载。如果使用不同于 10rad/s 的频率，频率可以精确到 1%。加载装置应能提供应力控制荷载或应变控制荷载。如果是应变控制荷载，加载装置应提供一个周期扭矩以足够让指定应变的角度旋转应变精度小于 $100 \mu \text{ rad}$ 。如果是应力控制荷载，加载装置应提供一个精度不大于 10mN·m 指定扭矩的周期扭矩。在 100N·m 扭矩的整个系统的柔量(compliance)应小于 2 mrad/N·m。仪器制造商应提供关于频率、应力和应变测量精密度在 1% 以内的校验证书。

6.1.4 控制和数据采集系统——控制和数据采集系统可以提供温度、频率、位移角和扭矩的记录。测量这些性质的设备应满足表 1 中规定的精确度要求。另外，系统将计算和记录剪切应力、剪切应变、复数剪切模量 (G^*)、相位角 (δ)。系统将测量和记录复数剪切模量 (G^*)，范围从 100Pa~10MPa 精度小于 1%，相位角 (δ) 范围从 0~90° 精度 0.1°

表 1 控制和数据采集系统要求

性质	精度
温度	0.1℃
频率	1%
扭矩	10mN·m
位移角	100 μ rad

6.2 试件模具(选择) ——用硅橡胶模制备沥青胶结料试件，模具直径大致与上面的试验板相同，深度一般为试验间隙宽度的 1.5 倍，图 2。

RHEOTEST® RN 4.1 / 5.1流变仪

动态剪切流变仪 (DSR)

沥青，涂料和石油产品的质量控制

根据相关质量标准测量流动行为和动态的材料特性



DIN EN 14770: 沥青和沥青粘合剂
测量复数剪切模量和相位角

MSCR-Test: 沥青和沥青粘合剂
测量回复率和不可回复蠕变柔量

DIN EN 14896: 沥青乳液、软剂和
稀释的沥青粘合剂
通过旋转粘度计测量动态粘度

DIN EN 1532 and DIN TS 15325: 沥青和
沥青粘合剂
测量等粘温度和零剪切粘度

GOST 1929-87: 石油产品
通过旋转粘度计测量动态粘度

新的特性允许更好的对沥青区分/分类

相关变形行为

高刚度 (大剪切模量 G^*) 和弹性 (大 δ) ☒
→ 应用于高变形阻力

相关变形行为

低刚度 (小剪切模量 G^*) 和粘性行为 (大 δ) ☒
→ 应用与松弛行为

优势

- ▶ 坚固的结构，在恶劣的环境下坚固耐用
- ▶ 操作简单，界面友好的软件
- ▶ 产品相关的软件，用于自动执行测试，质量控制，分析和展示测量结果
- ▶ 较之空气轴承流变仪，低廉的价格
- ▶ 模块化结构和可快速更换的测量系统

RHEOTEST Messgeräte Medingen GmbH
Rödertalstraße 1
01458 Ottendorf-Okrilla →
Germany
上海联络处:
电话: 021-60896520
e-mail: info@bihec.com
QQ: 800029049



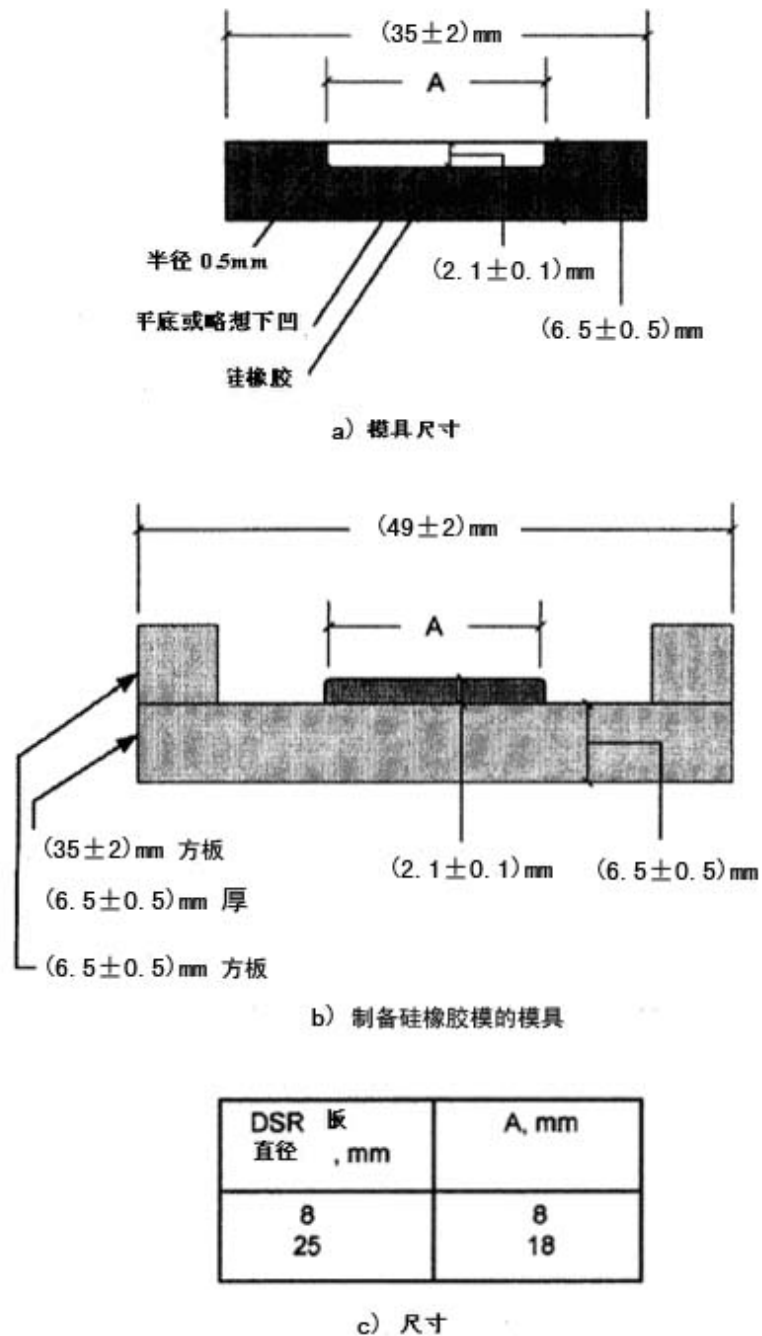


图 2 硅橡胶模

- 6.3 试件修整刀——直刀，宽度至少为 4 mm 的试件修整刀。
- 6.4 擦拭材料——清洁棉布、纸巾、棉花签或其他用于擦拭试件板的合适的材料。
- 6.5 清洁溶剂——矿物油溶剂、柑橘提炼物溶剂、矿物精剂、甲苯或其他类似溶剂用于清洁试板，丙酮将去除试板板上的溶剂残留物。
- 6.6 基准温度计——作为试验室保持温度标准的 NIST 溯源的玻璃管液体温度计或 NIST 溯源的数字式温度计作为试验室温度标准。
- 6.7 玻璃管液体温度计——NIST 溯源玻璃管液体温度计，具有合适的范围和分度值为 0.1

℃, 温度计应是部分浸入式温度计, 具有冰点温度并按 ASTM E563 标定的。

6.8 光学观察装置——当使用玻璃管液体基准温度计读数时, 光学读数装置能增强读数可读性和减少视差。

6.9 电子温度计——带有电阻传感器(注4)的电子温度计, 精密度为 $\pm 0.05^{\circ}\text{C}$, 分辨力为 0.01°C , 电子温度计应由商业标定服务机构用 ASTM E77 试验方法每年至少用 NIST 溯源的基准标准标定一次。

6.10 便携式温度计——标定过的便携式温度计包括电阻式探头以及相应的电路和数字式读数仪, 探头的厚度不应大于 2mm 以便放入试验板之间。如果探头适合模拟试件尺寸大小如 9.6.1 和 9.6.2 所述那么基准温度计(6.6)可用于这个目的。

7 危险性

制备试件时, 在处理热沥青胶结料时应采用标准试验室保护措施。

8 设备的准备

8.1 根据生产商的建议准备试验设备, 根据不同的 DSR 型号和不同的生产商, 应制定相应的说明。

8.2 检验试验板表面和废除任何有锯齿状的缺口或圆的边缘或刻痕深的板。用有机溶剂如矿物油溶剂、柑橘提炼物溶剂、矿物精剂或甲苯清洁试验板上任何沥青胶结料残留物。用蘸过丙酮的棉花签或软布擦拭试验板表面的残余溶剂, 必要时用干棉花签或软布擦拭以保证试验板上无水分凝结。

8.3 在试验夹具上紧固已检查过的干净试验板。

8.4 根据沥青胶结料等级或根据预先选好的试验进程选择试验温度(注5)。让 DSR 稳定在试验温度的 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 以内。

注5——M320 规范和 R29 实践提供了选择试验温度的指导。

8.5 在试验温度下或在期望的试验温度范围中值, (1) 通过手动旋转试验板来建立零间隙水平, 当旋转可转动板时, 减少间隙直至转动板接触固定板(零间隙指转动板完全停止旋转的位置), 或(2) 对具有常规力传感器的流变仪, 减少间隙和观察常规力直至两板的确接触, 在大致零法向力处确定为零间隙。

8.6 一旦按 8.5 节建立了零间隙, 取去板并预热板, 预热板是为了促进沥青胶结料与板的黏结, 特别是中间等级温度。

8.7 如果试验要做不只有一个温度的话, 那么用试验温度或最低试验温度预热 25mm 板。用 $34\sim 46^{\circ}\text{C}$ 温度预热 8mm 板。

注6——为了使沥青胶结料和试验板获得足够的黏结, 试验板必须预热。预热对于用硅橡胶模制样, 又转移到 8mm 板进行试验来说特别重要。当直接浇注时, 当板一接触到沥青胶结料, 沥青胶结料的热量改善了黏结, 适当黏结的预热温度取决于沥青胶结料的等级和性质和试验的温度(8mm 或 25mm 板), 对于某些较稠的沥青胶结料, 尤其是改性剂掺量较高的胶

结料，预热到 46℃可能还不足以保证沥青胶结料和试验板的适当黏结，尤其是使用硅橡胶模制件和用 8mm 板做试验时。

8.8 将板移开，对直径为 25 mm 的试件建立 (1 ± 0.05) mm 的间隙，对直径为 8 mm 的试件建立 (2 ± 0.05) mm 的间隙。

注 7——因为温度改变可能引起 DSR 中的框架、探头和夹具尺寸的改变，从而引起零间隙随温度的改变而改变。在规定的温度范围内进行温度测量时不需要对零间隙进行调节。应该在试验温度下设定间隙，或在试验温度范围内进行试验在期望的试验温度的中部设定间隙。对于大多数仪器，只要试验温度在间隙设定温度的 $\pm 12^\circ\text{C}$ 内，不需要进行间隙调节。

9 校验和标定

9.1 当安装新的 DSR，移动地点或怀疑 DSR 精密度以及它的任何部件时，按本节叙述校验 DSR 和它的部件。四项内容需要校验：试验板直径、DSR 扭矩传感器、便携式温度计和 DSR 试样温度。在验证扭矩传感器前，先验证 DSR 温度传感器。

9.2 板直径校验—第一次使用上下板前，测量它的直径，精确到 0.02mm，保持记录作为试验室质量控制计划的一部分，这样每个板的测量就可清晰辨认。

9.3 当直径测量精确达到 0.01mm 时，直径范围 7.90~8.10mm 和 24.5~25.50mm 的试验板才可以使用，测量值保存在记录中，实际测量值输入 DSR 软件用于计算，图 3。

注 8——对 25mm 板来说， $\pm 0.05\text{mm}$ 的误差会导致 0.8%复数模量的误差，而对 8mm 板来说， ± 0.01 、 ± 0.02 和 $\pm 0.05\text{mm}$ 的误差，会导致复数模量的误差分别为 0.5%、1.0%和 2.5%。

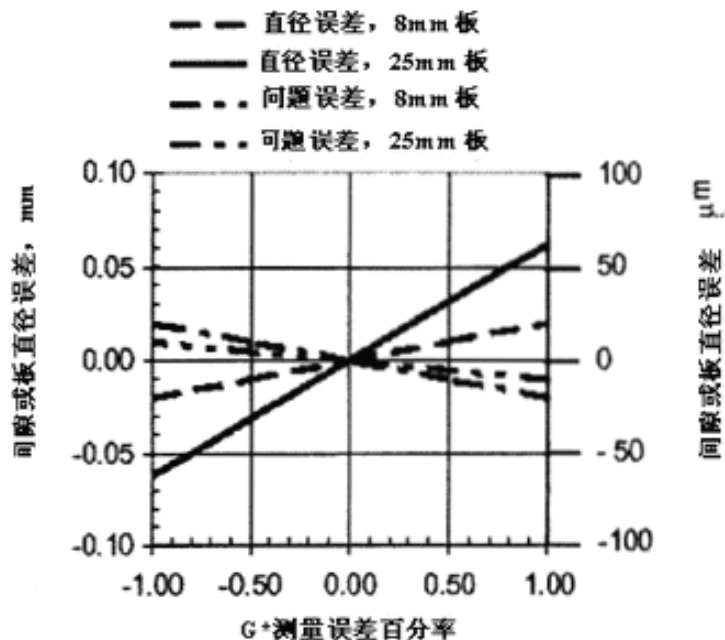


图 3 间隙误差的影响

9.4 便携式温度计校验——每隔6个月或更短的时间需采用实验室基准温度计校验便携式温度计（用于测量试验板间的温度）。如果基准温度计（6.6）作为便携式温度计来测量试验板间的温度，那么基准温度计要按6.10进行标定。当用电子温度计来测量板间的温度，那么要对同一仪表和电路进行校验。

9.5 校验步骤——将基准准温度计和便携式温度计的探头紧密接触在一起，然后放入由温度控制器控制和搅动的水浴中（注9）。确认使用脱离子水以防止电阻温度敏感元件的电极之间产生电导。如果没有脱离子水，那么在放入水浴前就将基准温度计和便携式温度计探头放入防水塑料袋中。以6℃的温度间隔进行测量，要使每个温度时都要到达热平衡。如果便携式温度计和基准温度计读数差别为0.1℃或更大，那么记录每个温度的差就作为温度修正和保持的修正记录作为试验室质量控制项目的一部分。

注9——推荐类似ASTM D2170和ASTM D2171黏度浴将搅动水浴控制在±0.1℃。将便携式温度计

的探头和基准温度计紧密连成一个部件。用橡皮筋绑效果比较好。将部件浸入水浴中，使水浴达到热平衡。记录当达到热平衡时每个仪器的温度。

注10——如果两个仪器的读数差为0.05或更大时，便携式温度计的标定或工作性就值得怀疑，这可能需要重新标定或更换。如果温度修正随时间不断变化，那么便携式温度计也不可信。

9.6 温度修正——流变仪的温度梯度可引起试件的温度和DSR流变仪显示的温度的差（也同时用于控制DSR温度）。当差别为0.1℃或更大时，用安装在硅橡胶夹心圆片内的温度传感器来确定温度修正（9.6.1）或放置一个将便携式温度计安装在沥青胶结料的模拟试件上来确定温度修正（9.6.2）。

9.6.1 使用硅橡胶夹心圆片——将圆片放置在25mm板之间，接近间隙，使圆片接近上下板，使硅橡胶夹心圆片紧密接触上下试验板，如果需要，可在夹心圆片和板上涂上一薄层矿物油润滑脂或抗扯裂化合物。完全接触是必要的，以保证试验板和夹心圆片之间热的传递，用9.7确定温度修正。

注11——在五金店和汽车零件配件商店中可以买到的抗扯裂化合物，和石油基润滑脂相比不容易污染循环水。

注12——现行可购买到的硅橡胶夹心圆片是2mm厚，直径比25mm稍稍大一点。

9.6.2 使用模拟试件方法——模拟试件可由沥青胶结料或其他聚合物很容易在

板之间制成。在两个板之间安放模拟试件，将便携式温度计的传感器（探头）插入模拟试件，将间隙调节到试验间隙（25mm直径板1mm间隙，8mm的直径板2mm间隙），使探头放在垂直中心位置。如需要加热板使模拟试件完全填充间隙。不需要对模拟试件进行修整，但要避免在板边缘有过量的材料。按9.7节确定温度修正。

注13——一种硅基聚合物（Silly putty）可以在试样板表面上残留硅油残留物，正因为如此，所以不推荐用它制作模拟试件。

9.7 确定温度修正——在试验温度范围内以6℃间隔获得DSR流变仪和便携式温度计的同

步温度测量结果，在每个温度增加达到热平衡后，记录便携式温度计和流变仪显示的温度，精确到 0.1℃，温度平衡是指在 5min 内 DSR 温度计和便携式温度计变化不再超过 0.1℃，测量动态剪切模量整个温度范围内的温度修正。

9.7.1 绘出修正值和试件温度图—用 9.6 获得的数据，准备一张两个温度测量差值与便携式温度计测量温度的关系图，如图 4 所示。这个差值即温度修正必须应用到 DSR 温度控制器上，以获得在两个板中的试件要求的温度。报告从图上相应的试验温度的温度修正值和作为试验温度的两板之间的试验温度。另外，仪器软件可以写入这些温度修正。

注 14——测量的两个温度之间测量的差值对于已知的流变仪可能不一定是恒定的，可能随着试验温度和试验室温度的变化以及周围环境温度波动而产生差异。两个试验温度测量的差值一部分因素可能是试件和夹具温度梯度引起的。

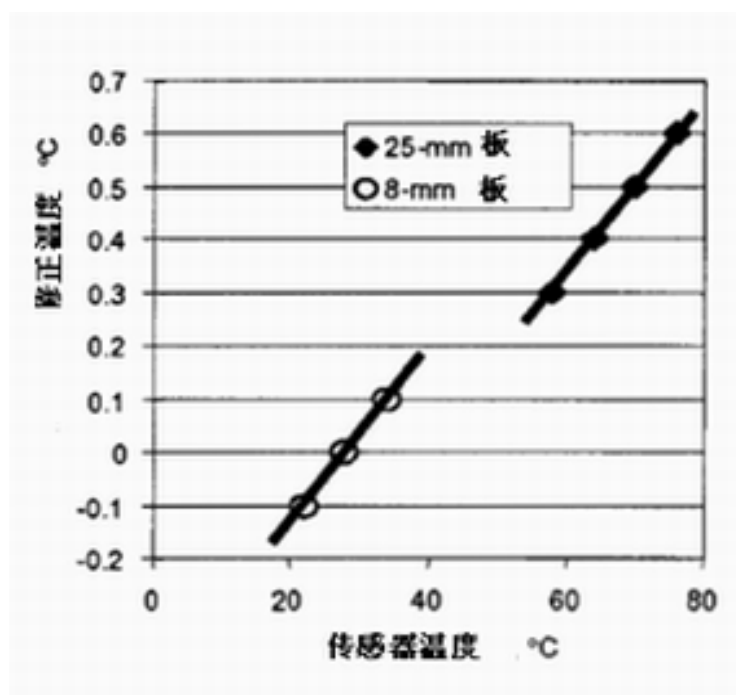


图 4 温度修正的确定

9.8 DSR 校验—当新安装 DSR 或将 DSR 转移到新位置，每 6 个月或 DSR 测量精密度受到怀疑时，要校验扭矩传感器和角位移传感器的精密度。

注 15——每周用 9.8 方法对新安装的或重新设置过的 DSR 进行校验，直到结果显示可以接受。校验结果建议以数据控制表的格式保存并显示对应日期（见附录 B）。

9.8.1 扭矩传感器校验——当怀疑扭矩传感器的标定或黏度变化时，由基准流体测量表明扭矩传感器没有达到标定要求时，用基准流体或制造商提供的夹具对扭矩传感器的标定进行校验。

9.8.1.1 用基准流体校验扭矩传感器——DSR 测量的复数黏度应在制造商用基准流体测量的毛细管黏度的 3% 以内，否则扭矩传感器的标定就视为值得怀疑。计算复数黏度为复数模量， G^* 除以角频率， rad/s ，附录 C 给出了使用基准流体校验的推荐实践。

注 16——一种合适的基准流体黏度标准号为 N270000SP 可从 Cannon Instrument Company 获得。

9.8.1.2 用夹具校验扭矩传感器—根据制造商提供的说明书并用制造商提供的夹具来校验扭矩传感器的标定,合适的制造商提供的扭矩夹具不是到处可以得到的,如果没有合适的夹具,那么这一要求可以忽略。

9.8.2 角度位移传感器的校验—如果有制造商提供的夹具,每6个月或怀疑DSR的标定时,要进行验证标定,如果没有合适的夹具,那么这一要求可以忽略。

9.8.3 如果DSR不能成功地通过9.8验证,那么就不能用本标准进行试验,直到由制造商或其他有资质的服务人员进行正确标定。

10 样品和试件的准备

10.1 准备试验样品——若试验材料是未老化的沥青胶结料,按T40采取试验样品。

10.1.1 通过加热对需要制备试件的沥青胶结料进行退火(anneal),直到沥青胶结料有足够的流动用来浇注试件。在试验前进行退火是为了消除在室温储藏下发生的可逆分子缔合(空间硬化)。加热温度不要超过163℃。在加热过程中给样品加盖,并偶尔进行搅拌以保证样品的均匀性和带走气泡。为了避免样品硬化,要使用最低的加热温度和最少的加热时间。

注17——建议沥青胶结料在最低浇注温度产生的黏度与SAE 10W30机油(容易浇注但不过分流动)在室温下具有相同的黏度。应避免将未老化的沥青胶结料加热到高于135℃,但是对于一些改性沥青严重老化的沥青胶结料,可能要求浇注温度高于135℃。

10.1.2 在试验前从储藏罐中得到的冷却的材料必须进行退火。在储藏过程中形成的结构可导致多达50%超估计模量值。

10.2 制备试件——按8的规定对间隙进行调零。仔细清洁和干燥试验板表面,以保证沥青胶结料均匀强劲的黏到两个试验板上。当用8mm试件时,将环境箱温度L至约45℃。当用25mm试件时将环境箱温度L至试验温度或试验温度范围(见注7)。这样做的目的是对上下板进行预热使试件黏到两个板上。用第10.3.1,10.3.2或10.3.3节规定的任何一种方法制备试件。

10.3 通过浇注向其中一块试验板转移沥青胶结料(10.3.1),直接转移(10.3.2)或使用硅橡胶模(10.3.3)。最好使用浇注和直接转移方法。

注18——最好使用直接转移或浇注方法,因为试验结果比硅橡胶模方法要较少受位阻硬化的影响。当板和沥青胶结料接触时,由于直接转移和浇注会有较高的沥青胶结料温度,改善了黏结。因为这个原因,在浇注和直接转移后立刻使沥青胶结料和板接触也十分重要。

10.3.1 浇注——移走可转动板,当持有的样品容器高出试验板表面大约15mm时将沥青胶结料倒在上面试验板的中心处,让沥青胶结料几乎完全覆盖整个板,留出距周边约有2mm宽的空隙。等几min让试件变硬后将试件安装在流变仪中,准备进行试验。

注19——滴管或注射器可用于将热沥青转移到板上。

10.3.2 直接转移—用玻璃棒或金属棒、刮刀或类似工具转移热沥青胶结料到一个板上,在将热胶结转移到一个板上后立刻进行10.4修整试件和形成鼓形。

注20——用于分析天平称粉状材料小的、窄不锈钢小铲刀适合作为转移热胶结料。当使用棒时,通过棒的旋转来形成试件足够大小的质量。这种旋转方法可控制棒上的质量,4-

5mm 直径的棒合适，玻璃棒的操作技巧对形成 8mm 板试件尤其有用。

10.3.3 硅橡胶模——将热的沥青胶结料浇注到硅橡胶模中使沥青从小球状变成与上板大致相同直径和厚度大约 1.5 倍的试验间隙。可以将装了沥青的试模放在试验室平的桌子上冷却到室温。试样可以安放在上板或者下板。如果安放在下板，从模中取出试样放入 DSR 下板中央。若安放在上板，试样连同硅胶膜一起贴在上板。轻轻按住试样并小心移走试模试样就会黏在上板上了。

注 21——不能用溶剂来清洁硅橡胶模。用清洁棉布来擦拭和去除任何沥青胶结料的残留物。随着模子的多次使用，模子被沥青胶结料污染，因此从模子中去除胶结料是很困难的，如果黏结已成为问题，那就必须废弃试模。

10.3.3.1 浇注好的模允许放在试验台上自然冷却而不允许强制冷却。冷却到室温以下可能导致未知的温度历史，可能影响模量和相位角的测量值，冷却也可能会导致试件表面形成水分从而影响试件板表面黏结。

注 22——某些胶结料不冷却到室温以下可能无法脱模。如 52-34、46-34 和 58-34 等级的胶结料在室温下不能自动脱模，如果胶结料不冷却无法自动脱模，那么建议使用直接转移或浇注方法。

10.4 修整试件——在试件按上述方法安放在一个板上后，立刻一起调节试验板间隙直到两板的间隙等于试验间隙再加上产生鼓形需要的间隙（10.5 产生鼓形需要的附加间隙）。用加热的修整工具沿板的边缘修除过量的胶结料直至与板的外径齐平。

注 23——修整工具的温度要足够热使能修整，但不能太热以致试件边缘裂解。

10.5 鼓状外形——当完成修整试件后，按要求减少间隙使试样外侧微微凸出。用于制成鼓形的间隙是按照流变仪和其他因素的要求来决定，比如流变仪的设计以及修整试件和试验的温度差。用于制成鼓形的推荐闭合值：0.05mm 对应 25mm 试验板，0.1mm 对应 8mm 试验板。附录 D 描述了根据正确制成鼓形的要求来验证间隙闭合的实践。

注 24——复数模量是根据试件直径等同于试验板直径的假定来计算的。如果胶结料形成的凹形的外形，那么该假定就不成立，那么模量会低估。计算的模量与半径是四次方关系。推荐大致为间隙的四分之一的微凸。附录 D 给出了确定合适的闭合值以形成可接受的间隙的方法。

11 试验步骤

11.1 将试件温度 L 到试验温度的 $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$ 。见注 5。

注 25——应在试验温度的起点设置间隙（11.1.1）或期望试验温度范围的中点处设置间隙（11.1.2）。设定试验间隙可参照注 7 的指导。通常来说，对单一的试验样品，用 8~25 mm 的试验板，间隙设定温度在 12°C 以内的温度可得到可靠的试验结果。

11.1.1 当用 M320 规范验证沥青胶结料等级时，从 M320 中的表 1 中选择合适的试验温度。

11.1.2 当进行温度扫描时，从试验温度的中点开始增加或降低试验温度，以达到希望的试验温度范围（R29 中的 6 和 7）。

11.2 将温度控制器设定到所需试验温度，包括 9.7.1 要求的温度修正。RTD 显示的温度达

到希望的温度，使温度保持在所需温度的±0.1℃处，至少 10min 后才能开始进行试验，图5。

注 26——由不同生产商生产的 DSR 不可能规定单一的有效的平衡时间。环境控制温度系统（液体浴或空气烘箱）和起始温度的设计决定了达到试验温度所需要的时间。

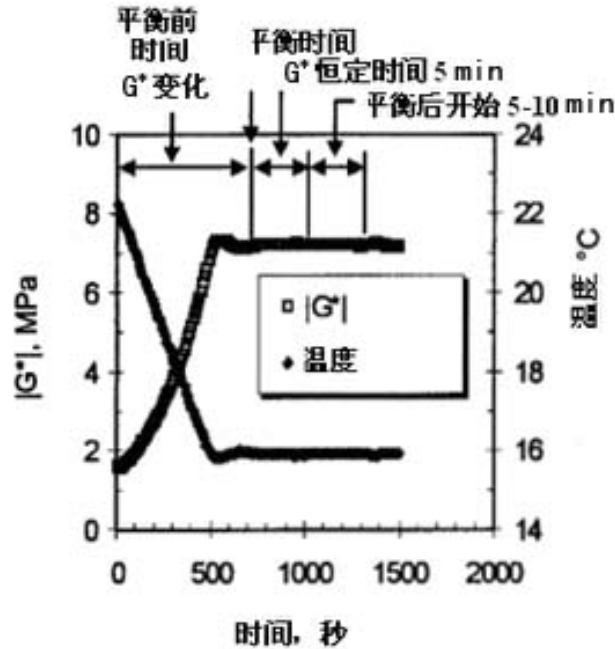


图 5 确定热平衡时间

11.3 应变控制模式—当在应变控制模式下操作时，根据复数模量值决定应变值。将应变值控制在由公式 1 中计算的目标值的 20%以内。

$$\gamma, \% = 12.0 / (G^*)^{0.29} \quad (1)$$

式中：

γ ——剪切应变的百分数；

G^* ——复数模量，kPa。

11.3.1 当用 M320 规范对试件进行验证试验时，从表 2 中选择合适的应变值。动态剪切流变仪软件可以自动选择而无需要操作者手动操作。

表 2 目标应变值

材料	kPa	应变 (%)	
		目标值	范围
原样沥青胶结料	1.0 $G^*/\sin \delta$	12	9~15
RTFO 残留物	2.2 $G^*/\sin \delta$	10	8~12
PAV 残留物	5000 $G^*\sin \delta$	1	0.8~1.2

11.4 应力控制模式—当在应力控制模式下操作时，根据复数模量值决定应力水平。将应力控制在由方程 2 计算得到的目标值的 20%以内。

$$\tau = 12.0 / (G^*)^{0.71} \quad (2)$$

其中:

τ ——剪切应力, kPa;

G^* ——复数模量, kPa。

11.4.1 当用 M320 规范对试件进行验证试验时, 从表 3 中选择合适的应力水平, 动态剪切流变仪软件自动控制应力级别而无需操作者手动操作。

表 3 目标应力水平

材料	kPa	应力, kPa	
		目标水平	范围
原样沥青胶结料	$1.0 G^*/\sin \delta$	0.12	0.09~0.15
RTFO 残留物	$2.2G^*/\sin \delta$	0.22	0.18~0.26
PAV 残留物	$5000 G^*\sin \delta$	50.0	40.0~60.0

11.5 当温度达到平衡时, 在 10rad/sec 的频率下, 按所需应变施加 8~16 个周期来预处理试件 (见注 27)。通过记录附加的 10 个周期的数据来得到试验测量值。从第二个 8~16 周期产生的数据产生复数模量和相位角值。通常用快速傅立叶转换 (FFT) 产生数据。用得到的多个数据来检查试验样品是否正确制备。试验板与沥青胶结料未黏在一起或样品断裂可导致重复测量中模量的降低。一些沥青胶结料连续施加剪切应力 (多个测量) 可能会显示复数模量降低。当正确工作状态时数据采集系统将自动地获取和处理数据。当在多个频率下进行试验时, 应从最低频率开始试验然后增加到最高频率。

注 27——使用 10 rad/sec 的标准频率进行 M320 规范验证试验。

11.6 在正确工作状态下数据采集系统按 6.1.4 节所规定自动从得到的试验数据中计算 G^* 和 δ 。

11.7 当制备和修整试件结束后, 立即进行试验。在随后的温度下进行试验时, 应尽可能快地进行, 以使分子间的缔合作用 (空间硬化) 减少到最小。因为如果试件在流变仪中放置的时间延长, 分子间的缔合作用会引起模量的增加。当在多个温度下进行试验时, 所有试验应在 4h 内完成。

12 结果解释

12.1 动态模量和相位角取决于剪切应变的大小。对未改性和改性沥青胶结料的模量和相位角会随剪切应变的增加而降低 (图 6)。图 6 中是通过逐渐增加荷载或应变大小而产生的应变扫描进而产生的图。在正常的规范试验不是必须产生这样的扫描, 但是这个图可用来证实线性区的界限。

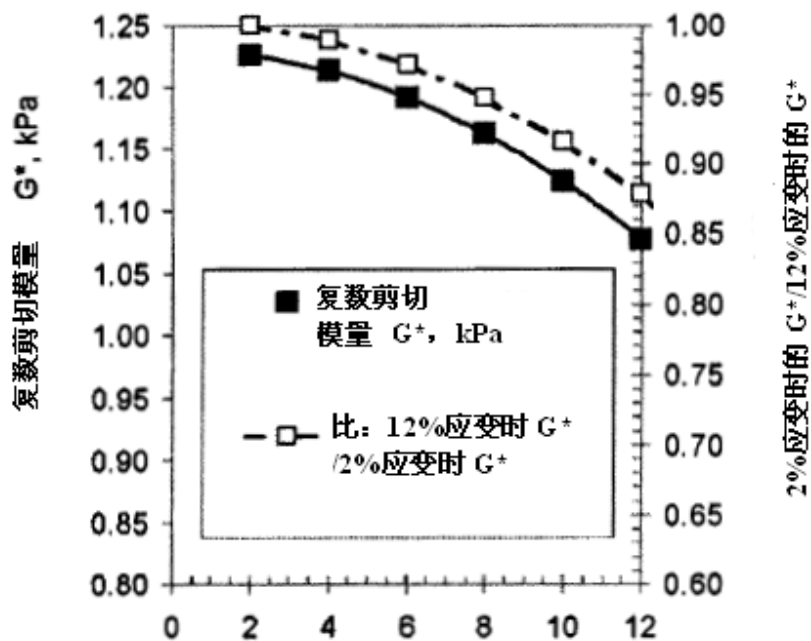


图6 沥青的应变扫描举例

12.2 可以将线性区定义为在较小的应变下模量是相对独立于剪切应变的区域。这个区域会随着复数模量的大小发生变化。把复数模量等于或高于 95%零应变值的应变范围定义为线性区。

12.3 从板的中心到板的边缘剪切应力从零到最大值线性地变化。从施加或测量的扭矩、测量或施加的应变以及试件的几何尺寸计算剪切应力。

13 报告

13.1 附录 F 提供了一个试验报告样本。对所用试验材料进行全面识别和描述，包括材料名称代码、来源、样品容器类型。

13.2 对试验所用的仪器描述（包括型号），是恒应变流变仪或恒应力流变仪、环境箱的类型和其他需要用来描述流变仪的信息。

13.3 选用表 2 和 3 中规定的应变和应力水平来保证一个常用的参考点，该参考点在普通的和改性沥青的线性区域内。有些系统在这个区域可能不是线性的。当观察到这种情况，在推荐的应力或应变级别下报告模量，但是要说明试验条件不在线性区内。

13.4 对每个试验，报告内容如下：

13.4.1 试验板直径，精确到 0.1mm；试验间隙，精确到 $1\ \mu\text{m}$ ；

13.4.2 试验温度，精确到 0.1°C ；

13.4.3 试验频率，精确到 0.1rad/s ；

13.4.4 应变大小，精确到 0.01%，或扭矩，精确到 $\text{mN}\cdot\text{m}$ ；

13.4.5 10 次测得的复数模量 G^* ，单位 kPa，精确到 3 位有效数字；

13.4.6 第二个 10 个周期的相位角 (δ), 精确到 0.1° ;

14 精密度和偏差

14.1 精密度——表 4 给出了用这个方法得出的动态剪切结果的可接受性的判断标准。表中的第二列数字是正好对应第 1 列中描述的试验条件的变异系数。

注 28——表 4 中估计的精度是基于 4 组 AMRL 由 40~128 个试验室参与的比对试验样品的试验结果进行分析的基础上提出的。这些分析包括四个沥青胶结料等级: PG64-28、PG52-34、PG76-22、PG64-22。

14.1.1 单一操作者精度(重复性)——同一操作者用同一台设备在相同试验室得到的两个结果, 如果两个结果的差(用平均值的百分数表示)不超过表 4 中第 3 列给出的值, 就认为两个试验结果是可靠的。

14.1.2 多个试验室的精度(再现性)——由两个不同的操作者在两个不同的试验室对同一样品进行试验得到的两个结果, 如果两个结果的差(用平均值的百分数表示)不超过表 4 中第 4 列给出的值, 就认为两个试验结果是可靠的。

表 4 精密度估计值

条件		变异系数 (1S%) ^a	两个结果的可接受范围 (D2S%) ^a
单一操作者精密度	原样沥青胶结料: $G^*/\sin \delta$ (kPa)	3.4	9.5
	RTFO/TF0 残留物: $G^*/\sin \delta$ (kPa)	3.9	11.0
	PAV 残留物: $G^*/\sin \delta$ (kPa)	7.9	22.4
多个试验室精密度	原样沥青胶结料: $G^*/\sin \delta$ (kPa)	10.3	29.1
	RTFO/TF0 残留物: $G^*/\sin \delta$ (kPa)	11.1	31.3
	PAV 残留物: $G^*/\sin \delta$ (kPa)	19.8	56.1

^a 代表 ASTM 规范 C670 中描述的 1S%和 D2S%范围。

14.2 偏差——因为没有可接受的参考值, 没有规定偏差。

15 关键词

动态剪切流变仪 DSR 复数模量 沥青胶结料

附录(强制信息)

A1 沥青胶结料的线性试验

A1.1 范围

这个过程用来确定未老化沥青胶结料在各自性能分级高温下是否表现出线形或者非线性，例如 52℃，58℃，64℃，70℃，76℃和 82℃。该测定是基于以 10 rad/s 频率，应变由 2%增加到 12%的时候复数剪切模量的变化。

A1.2 步骤：

A1.2.1 根据本规范 9 校验 DSR 及部件。

A1.2.2 根据本规范 10 准备 DSR。

A1.2.3 根据本规范 11 准备 25mm 试验板的试件。如果对该试样有疑问，应选择该试样高温等级温度开始试验。

A1.2.4 除了以下注释情况外，根据本规范第 12 节测试步骤进行在 2%~12%应变下的复数剪切模量测量。总是先从低的应变开始然后到高一级应变。

A1.2.4.1 对应变控制的流变仪，如果 DSR 软件提供自动执行多点应变，设置 DSR 程序应变从 2%，4%，6%，10%和 12%测量复数剪切模量。如果没有自动功能，那么手动选择 2%，4%，6%，10%和 12%应变测量。

A1.2.4.2 对于应力控制流变仪—根据复数剪切模量 G^* 和剪应力， τ_G 计算开始应力，在胶结料分级中用较高温度下测定这个温度时，复数模量 G^* 将是 $\geq 1.00\text{kPa}$ ，剪应力 τ_G 将在 $0.090\sim 0.150\text{kPa}$ 之间（表 2），计算开始应力 $\tau_G/6.00\text{kPa}$ ，以 $\tau_G/6.00\text{kPa}$ 5 的倍数增加应力。

注 29——样品计算，假定 PG64-22 等级沥青胶结料 $G^*=1.29\text{kPa}$ （64℃），剪应力， $\tau_G=0.135\text{kPa}$ ，

开始应力 $1.35\text{kPa}/6=0.225\text{kPa}$ ，试验开始为 0.225kPa 然后 0.450kPa 、 0.675kPa 、 0.900kPa 、 1.13kPa 和 1.35kPa 。

A1.3 画出复数模量和应变图—准备画复数模量和应变百分比的图，如图 6 所示，根据该图确定 2%~12%应变时的模量。

A1.4 计算：

A1.4.1 计算模量比，在 12%应变时的复数剪切模量除以 2%时的复数剪切模量。

A1.5 报告：

A1.5.1 报告下列信息：

A1.5.2 复数剪切模量，精确到三位有效数字；

A1.5.3 应变，精确到 0.1%；

A1.5.4 频率，精确到 0.1rad/s；

A1.5.5 模量比是按照以 12%应变的模量除以 2%应变时模量的比值。

A1.6 数据解释：

如果按 A1.4 计算的模量比 < 0.900 ，则测量是在材料线性范围内进行，如果模量比 ≥ 0.900 ，则测量是在材料非线性范围内进行。如果材料在非线性范围内的测试的结果，根据 M320 或 MP1a 规范，该结果将视为无效。

附录 B (非强制性信息)

B1 控制图

B1.1 控制图

B1.2 控制图通常用于不同行业，包括公路施工行业，用来控制产品质量。控制图提供了组织、保存和解释试验数据的手段。有鉴于此，控制图也是组织、保存和解释 DSR 验证试验数据极佳的手段。应用统计原理正式方法来绘制控制图和决策过程是统计质量控制的一部分。

质量控制图是简单地用图形来表示试验数据和时间的。通过控制图方式画出试验室基准流体测量值，就很容易发现：

- 测试结果是很好控制的以及仪器和操作人员的操作是正常的。
- 测试结果正在随时间变化，可能表示试验设备或操作人员有问题。
- 试验室测试结果从平均来看是在目标值（基准流体）之上还是之下。

许多优秀的软件程序可用于生成和保存控制图。某些计算机统计分析软件包含有方法可用于生成

控制图。如微软 Excel 电子表格（表 5 打印示例）可用来产生控制图，当然控制图也可用人工产生。

B1.3 仔细选择数据：

用于产生控制图的数据的获得要小心。随机的概念是很重要的，但不需要变得过分复杂。我们要说明为什么随机取样是必要的，试验室总是在一班或一天的开始进行基准流体的测试。这种测试可能有开始误差的偏差，如当仪器刚启动时，温度不够稳定。随机取样保证测试是代表性的过程或试验的材料，换句话说，随机取样对任何其他样品有相同的机会，总之在每天开始或结束或刚在休息前进行测试或取样，就没有这种机会。

B2 示例

B2.1 使用下面表 5 获得的 DSR 验证数据来说明控制图的功能，适用于质量控制图的其他 DSR 验证数据包括确定温度修正的测试，标定电子温度计，保存内部产生沥青胶结料基准样品数据。对于本例，报告的基准流体的黏度为 $271\text{Pa}\cdot\text{s}$ ，因此计算值 G^* 是 2.71KPa ，这个 G^* 标记上“ G^* 基准流体”图 7。在没有试验室偏差的情况下，试验室获得这个值应是平均值。

星期	测量 G^* , KPa
1	2.83
2	2.82
3	2.77
4	2.72
5	2.69
6	2.72

7	2.77
8	2.75
9	2.71
10	2.82
11	2.66
12	2.69
13	2.75
14	2.69
15	2.73
16	2.77
17	2.72
18	2.67
19	2.66
20	2.78
21	2.74
22	2.69
平均值	2.73
标准差	0.051
变异系数 CV%	1.86

B2.2 对比 22 周的试验室基准流体计算的 G*平均值:

B2.2.1 22 周试验室测试平均值标准为“22 周试验室平均”图 7, 过去的 22 周的测试平均值为

2.73kPa。这个值很容易与计算的基准值 2.71kPa 比较, 与平均值只差 0.7%, 这表明了在这个数据中

只有一点试验室偏差。

B2.3 试验室测试变异系数和比对试验变异系数 (CV) 的比较:

从以前的比对试验研究, 对于基准流体的试验室内标准差 (d1s) 为 0.045 (CV=1.67%)。22 周测量的 G*值的标准差 G*为 0.051 (CV=1.86%), 与比对试验结果 0.045 (CV=1.67%) 相比。应指出的是 22 周的 CV, 1.86%也包括了每天的变异性, 而比对试验 d1s 值中没有包含变异性的成分。根据这个资料试验室测试结果的变异性是可以接受的。

B2.4 测试值的变异性:

图 7 中从基准流体计算的 G*用实线表示。两条点划线代表从基准液体计算的 G*的 $\pm 2d1s$, d1s 值是来源于比对试验。计算的基准流体为 2.71kPa, 标准差为 0.045, 因此 $2d1s$ 的值,

$$2.71\text{kPa} \pm (2)(0.045) = 2.80\text{kPa}, 2.62\text{kPa}. \quad (3)$$

如果试验室的程序是受控制的, 设备正确标定, 无试验室偏差, 95%的测量值应落在 2.62kPa 和 2.80kPa 范围内。那么试验室测试值超出这个值应视为怀疑, 而且要对超出点的原因进行分析。超出点可能是试验变异性或试验室偏差。图 7 中第 10 周的测试值超出 $\pm 2d1s$

范围，应对试验步骤和校验进行调查。

如果测试值偏离目标值,如基准流体的 G^* 大于 $\pm 3d1s$, 那么要开始采取改正措施。如果试验室程序是受控, 设备正确标定, 那么 $\pm 3d1s$ 的范围为 99.7%。

B2.5 测试值的趋势

控制图也可用于判断数据中不理想的趋势。例如, 从第 1 周到第 5 周可以看到测量值一直稳定的下降。这要引起注意和研究这种趋势的原因。用于控制图分析趋势的更复杂规则参见其他资料。

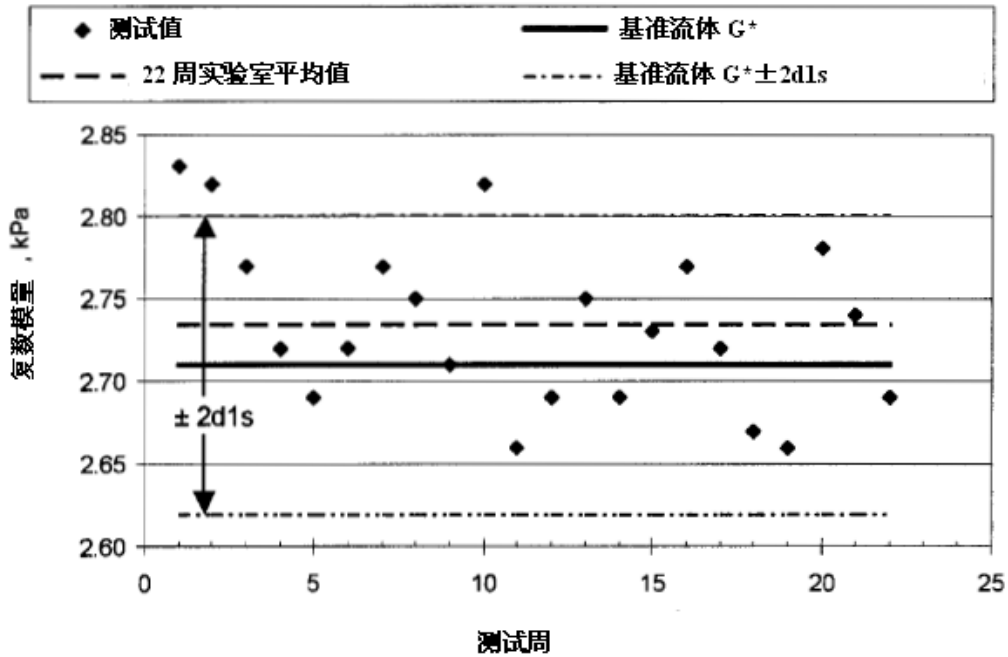


图 7 控制图

附录 C 非强制性信息

C1 基准流体的使用

C1.1 基准流体的来源

C1.2 由 Cannon Instrument Company 生产有机聚合物作为黏度标准 N2700000SP 适合于验证 DSR 的标定之用。液体的黏度由 NIST 溯源的毛细管黏度计测定, 在 64°C 时大约 $270\text{Pa}\cdot\text{s}$ 。然而, 流体黏度随批次略有不同, 具体批次黏度标在瓶上。

C2 使用基准流体注意事项

C2.1 当使用基准流体时的某些注意事项有:

- 流体不能用来验证相位角测量的精密度。
- 流体不能加热, 当加热后会使流体降解引起黏度变化。
- 流体只有当 DSR 温度校验后才能用于验证。

——流体不能用来标定扭矩传感器, 由制造商或其他有资质的服务人员用专用流变仪标定仪器方能进行标定。这种标定仪器通常操作试验室不具备。

——当 10rad/s 试验时，基准流体只能使用在温度 58℃和 64℃或更高。这种基准流体较低温度是黏弹性的，因此由 Cannon 公司提供的黏度 η 将和测量的复数黏度 $\eta^* = G^*/10\text{rad/s}$ 不一致。

一流体中的气泡将极大地影响测量的 G^* 值，瓶中流体不应有气泡，而且在准备试样时必须小心不能将气泡带入试样。准备试样的建议方法见 C4。

C3 从准态黏度测量结果计算 G^*

C3.1 在聚合物动态和准态黏度转换的几种不同方法中，最常用和最成功的是所谓 Cox-Merz 经验公式，简化的公式如下近似值。

$$G^*/\omega \sim \eta \quad (4)$$

式中：

G^* ——复数模量

ω ——角频率, rad/s

η ——由基准流体供应商报告的与剪切速率无关的毛细管黏度。

这个经验公式应用测量黏度范围其相位角接近 90° 。复数黏度值大约是 10 倍的毛细管黏度，例如，如果毛细管黏度是 270,000MPa·s，复数模量是：

$$G^*, \text{kPa} \approx (270,000\text{mPa}\cdot\text{s}) (1\text{kPa}/1,000,000\text{MPa}) (10\text{rad/s}) = 2.70\text{kPa}\cdot\text{rad} \quad (5)$$

基准流体在 64℃或以上的性能为黏性，在 64℃以能提供很精确的 G^* 估计。当低于 58℃，液体给出不正确的 G^* 值，随着离 64℃越远误差增加。在 64℃和更高温度时， G^* 除以频率，以 rad/s 计，与瓶上标签的黏度值差别不应大于 3%。

C4 将流体转移到试板的方法

C4.1 有三种将流体转换成试板建议的方法：

玻璃棒方法 (C4.2)，刮刀方法 (C.3) 和直接方法，即握住可移动的板直接与瓶中流体相接触 (C4.4)。

C4.2 玻璃棒方法 (图 8)。

C4.2.1 玻璃棒插入流体并在液体中旋转 (步骤 1)，继续旋转玻璃棒并慢慢从液体中拉出来，(步骤 2)，在棒上带有少量流体，将棒接触板 (步骤 3)，将流体转移到板上，图 8。

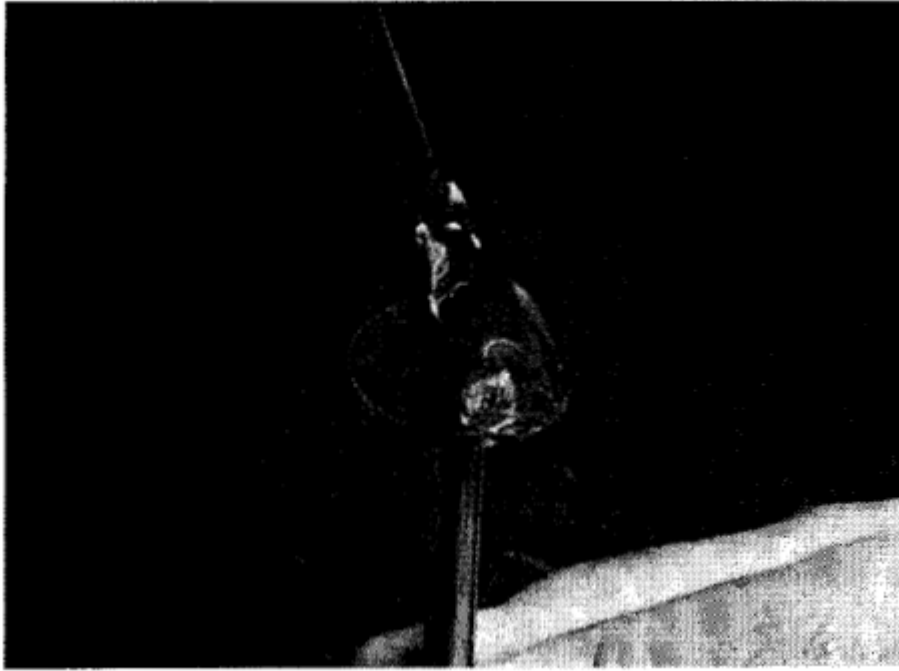


图8 用玻璃棒将基准流体放到板上

C4.3 刮刀方法（图9）。

C4.4 使用刮刀时也可以转移流体，当刮刀从瓶中取出材料时必须非常小心不要带入空气（步骤1）将刮刀上的流体滴到板上（步骤2），通过把刮刀拉回板边缘切断流体（步骤3），这个方法似乎是三个方法中最难应用的，也是最不推荐使用的方法。



图9 用刮刀将基准流体放到板上

C4.5 直接接触法（图10）——如果流变仪的板可取出，而重新放置不会影响间隙基准，取出一个板，将板表面和瓶中流体表面接触（步骤1）。将板从瓶口拉开，让板带出一点流体（步骤2）。将板倒过来让流体流出成蘑菇状（步骤3）。



图 10 直接接触法将基准流体放在板上

C4.6 按 11.5 立刻进行修整基准流体试样并形成微微凸形。

C4.7 按 12 测试基准流体试样。

附录 D 非强制性信息

D1 获得鼓形闭合间隙的选择

D1.1 精确测量试件直径的必要性。

D1.2 DSR 测试的精确度取决于试件直径的精确测量。试件直径假定等于试板直径，因此在 DSR 试验方法中，修整多余的胶结料和最终闭合间隙以产生鼓形是十分重要的步骤。当间隙闭合到最终尺寸，鼓形有足够的尺寸来补偿胶结料的任何收缩和避免在表面形成凹形，如图 11。图 11 中的试件直径接近 d ，而不是 d' ，试验板直径。用下列公式计算模量 G^*

$$|G^*| = \left(\frac{2h}{\pi r^4} \right) \cdot \left(\frac{\tau}{\Theta} \right) \quad (6)$$

式中：

G^* ——复数模量；

τ ——作用到试件的扭矩；

h ——试件厚度；

Θ ——角旋转，弧度；

r ——试件板半径（或直径）。

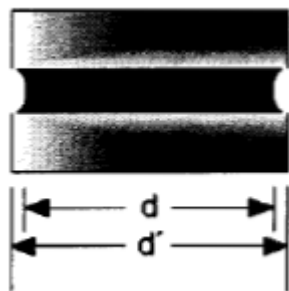


图 11 修整后由不充分的闭合间隙导致的凹形

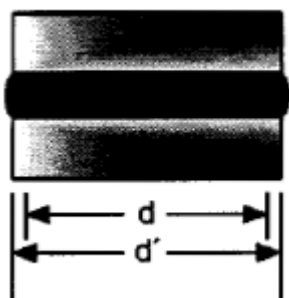


图 12 正确的凸形

D1.3 根据公式 6，模量取决于半径的四次方。因此，试件外侧的小小的凹形，如图 11 所示，将对测量的模量有很大的影响，因为实际试件直径将小于板的直径。对于一个已知的凹形量，8mm 板要比 25mm 板对测量的模量的影响要大。着重强调是如图 12 所示有一点微微凸出来。剪应力不会直接作用到悬起的胶结料上，因此，即使对稍稍凸出试件模量测量的影响要小于稍稍凹进去的影响，也应注意试件直径的误差不会影响到相位角的测量。

D2 建议的闭合间隙值

要求试验温度时形成类似于图 12 显示的凸形，在 10.5 中对 8 mm 和 25 mm 板建议的闭合间隙分别是 $50\ \mu\text{m}$ 和 $100\ \mu\text{m}$ 。虽然这些值对许多流变仪是合适的，但可能不是对所有流变仪都合适。这些值应用到特定的流变仪时，应采用建议的闭合间隙来准备试件，观察闭合间隙后和试验温度设定试件的后凸出来的形状来确定。如果建议的闭合值不能给出适当的凸形，那么建议的闭合值要进行调整。

正确的和不正确的凸形图 13 到图 15，玻璃放大镜用来检验凸形状是很有用的。不管产生要求的凸形的闭合间隙值多少，计算中要使用实际间隙。

D3 影响产生凸形的因素

在试验温度时有许多因素可能影响鼓形的形成，它们包括：

- 用于产生鼓形的闭合间隙大小。
- 修整温度和鼓形产生的温度，以及试验温度之间的差别。
- 流变仪的热胀冷缩特性。

——沥青胶结料的热胀冷缩。

中等温度比较高温更容易形成凹形（8 mm 板比 25 mm 板更容易形成凹形）。事实上，在较高温下过量的材料可从板上挤出，如图 15 所示。应避免这种情况发生和将闭合间隙适当比推荐值稍小一些。

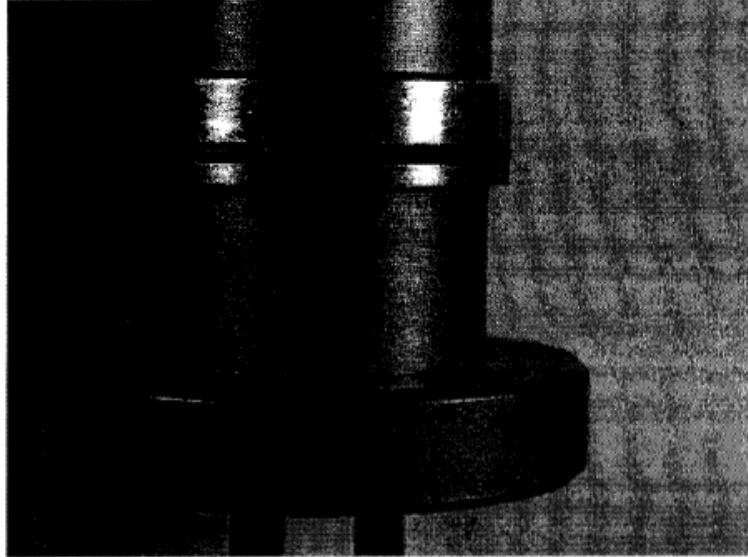


图 13 好的凸形尺寸

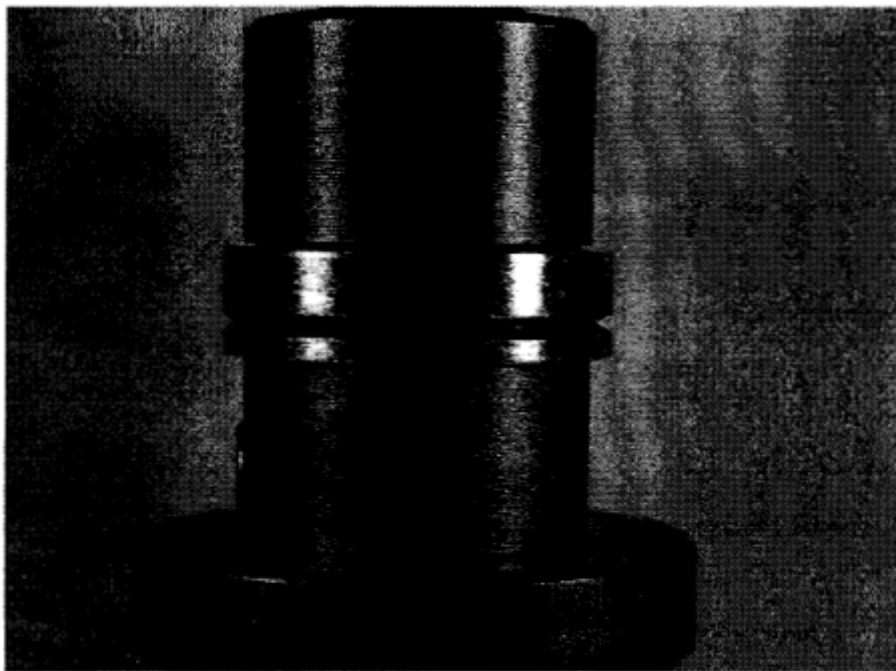


图 14 凹的“鼓”形

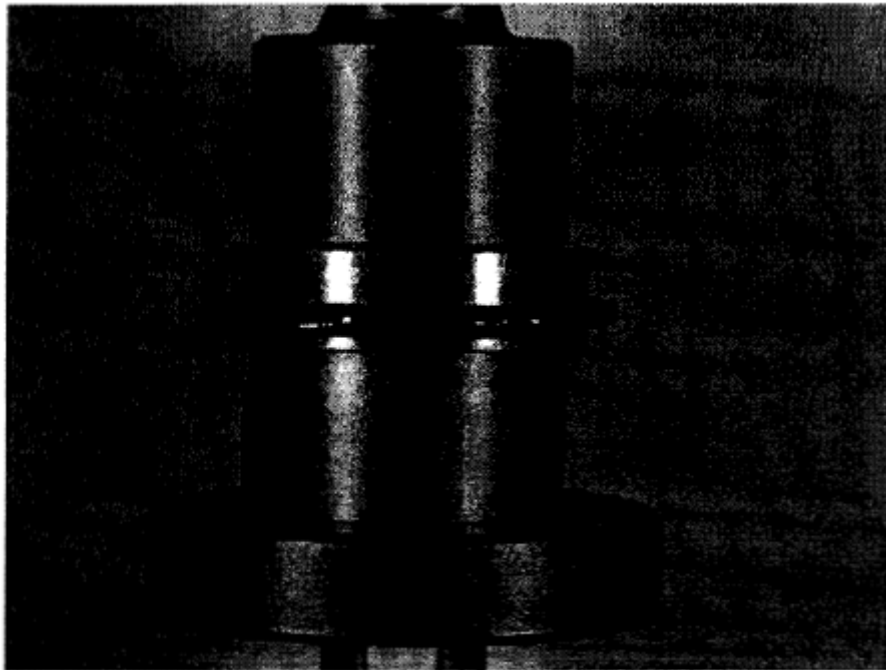


图 15 过大的凸形

附录 E （非强制性信息）

E1. 热平衡时间的确定

E1.1 确定达到热平衡要求时间的理由：

E1.1.1 在试件装在 DSR 后，需要一定的时间在沥青胶结料和试板之间达到热平衡。由于试板和试件的温度梯度的原因，试件达到热平衡的时间要比 DSR 流变仪指示的时间要长一些。因此，有必要用试验方法确定试件达到热平衡所需要的时间。

E1.1.2 获得热平衡所需要的时间随流变仪的不同而不同。影响达到热平衡所需要的时间的因素包括：

E1.1.3 流变仪的设计冷热介质是空气还是液体；

E1.1.4 室温和试验温度的差别，是在低于室温还是高于室温下试验的差别；

E1.1.5 修整试件和试验温度的差别；

E1.1.6 板的尺寸，8 mm 和 25 mm 板的不同。

E1.2 规定单一达到热平衡所需要的时间是不可能的。例如液体控制流变仪达到热平衡要快于空气冷却的流变仪。这就要求不同流变仪在典型的修整和试验温度和试验条件时，建立达到热平衡的时间。

E2. 确定达到热平衡所需时间的方法

E2.1 通过监测 DSR 温度和试验板中试样的复数模量可以可靠建立达到热平衡所需要的时间。因为模量对温度十分敏感，这是热平衡最好的指示。建议使用下述方法来建立达到热平衡的时间：

E2.2 按通常方法将胶结料试件装入 DSR。产生凸形并将试验箱或液体设到试验温度。

E2.3 用不改性沥青胶结料——一种不会随着重复剪切改变模量的材料，在连续的 10rad/s 方式下运行流变仪。使用最小的应变以得出高测量精度。

E2.4 记录在 30s 时间间隔的模量，画出模量与时间关系图（图 5）。

E2.5 达到热平衡所需要的时间就是达到模量恒定的时间。一般来说，这个时间将大于 DSR 流变仪达到恒定读数的时间。

E2.6 由于达到热平衡所需要的时间随试验温度和试验条件而变化，因此对中等温度和高温温度测量要分别建立达到热平衡所需要的时间。一旦热平衡时间已经建立，除非试验条件改变否则不必重复进行。

附录 F （非强制性信息）

F1. 试样报告

标题信息

项目	数据组 1	项目	数据组 2
操作者姓名:	24 字母-数字	试验日期 (日/月/年)	__/__/__
试件编号:	18 字母	试验时间: (小时:分)	__:__
项目编号:	12 字母-数字	DSR 制造商	12 字母-数字
文件名称:	12 字母-数字	DSR 型号	12 字母-数字
试板直径, 精确 0.01mm	00.00	DSR 序列号或其他标识号:	18 字母-数字
试板频率, rad/s:	0.00	软件版本:	12 字母-数字
试板间隙, 0.01 mm	00.00		

下划线由操作者手工输入。斜体字项是默认值，也可由操作者改写。所有其他项值由 DSR 软件产生。

分级试验结果（每个试验温度用单个列）

测试	数据组 3	数据组 4	数据组 5	数据组 6
试件温度, 0.1°C	0.00	0.00	0.00	0.00
试验温度时温度修正 0.1°C	0.00	0.00	0.00	0.00
应力振幅, kPa	0.00	0.00	0.00	0.00
应变振幅, 百分比	0.00	0.00	0.00	0.00
复数模量, G*, kPa	0.00	0.00	0.00	0.00
相位角, 度	00.0	00.0	00.0	00.0
复数模量/sin (相位角)	0.00	0.00	0.00	0.00
复数模量*sin (相位角)	00.0	00.0	00.0	00.0
DSR 软件产生的评述（如“该材料合格”）				
注：文件最后 276 字母长度可由操作者撰写的评述或由 DSR 软件产生的评述。				

线性确定试验结果

测试	数据组 7					
试件温度, 0.1°C	0.00					
在试验温度时的温度修正, 0.1°C	0.00					
	数据组 8	数据组 9	数据组 10	数据组 11	数据组 12	数据组 13
测试		0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
应力振幅, kPa	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
应变振幅, 百分比	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
复数模量, G*, kPa	0.00	00.0	00.0	00.0	00.0	00.0
相位角, 度	00.0	00.0	00.0	00.0	00.0	00.0
文件最后 276 字母长度可由操作者撰写的评述或由 DSR 软件产生的评述。						

F2 参考文献

F2.1. Superpave PG 分级体系沥青胶结料试验实践手册, Anderson, D.A. and M Marasteanu. “Manual of Practice for Testing Asphalt Binders in Accordance with the Superpave PG Grading System” The Pennsylvania Transportation Institute, The Pennsylvania State University, PTI 2K07, November 1999(Revised February 2002)

F2.2. 工程和科学统计方法手册, Wadsworth, Harrison, ed “Handbook of Statistical Methods for Engineers and Scientists”, McGraw-Hill, New York, NY, 1990

F2.3. SHRP 沥青胶结料试验, 试验室内和试验室间变异性确定的试验室试验项目, Anderson, D.A., C.E. Antle, K.KNechtel, and Y. Liu “Interlaboratory Test Program to Determine the Inter- and Intra-laboratory Variability of the SHRP Asphalt Binder Tests. FHWA, 1997”

F2.3.1 动态和准流动黏性的相关性, Cox, W.P. and E.H. Merz. “Correlation of

Dynamic and Steady Flow Viscosities ” , Journey of Polymer Science. Volumer 28,
1958, pp619-622.