



MINISTÉRIO DOS TRANSPORTES
DEPARTAMENTO NACIONAL DE
INFRAESTRUTURA DE TRANSPORTES
DIRETORIA-GERAL
DIRETORIA DE PLANEJAMENTO E
PESQUISA
INSTITUTO DE PESQUISAS EM
TRANSPORTES
Setor de Autarquias Norte
Quadra 03 Lota A
Ed. Núcleo dos Transportes
Brasília – DF – CEP 70040-902
Tel./fax: (61) 3315-4831

FEVEREIRO 2024

NORMA DNIT 448/2024 – ME

Pavimentação – Ligante asfáltico – Determinação das propriedades reológicas de ligantes asfálticos usando reômetro de cisalhamento dinâmico – Método de ensaio

Autor: Instituto de Pesquisas em Transportes – IPR

Processo: 50600.012731/2023-10

Aprovada pela Diretoria Colegiada do DNIT na reunião de 06/02/2024.

Direitos autorais exclusivos do DNIT, sendo permitida reprodução parcial ou total, desde que citada a fonte (DNIT), mantido o texto original e não acrescentado nenhum tipo de propaganda comercial.

Palavras-chave:

Ligantes, propriedades viscoelásticas, DSR

Nº total de páginas

22

Resumo

Este documento estabelece a sistemática a ser empregada na determinação das propriedades viscoelásticas lineares de ligantes asfálticos, utilizando um reômetro de cisalhamento dinâmico (*Dynamic Shear Rheometer* – DSR) com geometria de placas paralelas. Este método de ensaio é apropriado para ligantes asfálticos com módulo dinâmico de cisalhamento variando entre 100 Pa e 10 MPa, quando ensaiados entre 4 °C a 88 °C, na frequência de 10 rad/s. Pode ser empregado com ligantes asfálticos virgens, envelhecidos a curto e longo prazo, ligantes extraídos, recuperados, oriundos de asfaltos diluídos de petróleo e de emulsões asfálticas. Este procedimento não é indicado para ligantes que contenham partículas maiores que 250 µm.

Abstract

This document establishes the systematics to be used to perform the determination of the linear viscoelastic properties of asphalt binders, using a dynamic shear rheometer (*Dynamic Shear Rheometer* – DSR) using parallel plate geometry. This test method is applicable to asphalt binders having dynamic shear modulus values in the range from 100 Pa to 10 MPa, obtained between 4 °C and 88 °C at 10 rad/s. This standard is appropriate for unaged asphalt binders, binders aged in short and long terms, binders extracted, recovered, from diluted

petroleum asphalts and asphalt emulsions. This procedure is limited to asphalt binders that contain particles with largest dimension less than 250 µm.

Sumário

Prefácio	2
1 Objetivo	2
2 Referências normativas	2
3 Termos e definições.....	2
4 Aparelhagem.....	3
5 Escopo do ensaio	5
6 Verificações e calibrações	6
7 Preparação do equipamento	8
8 Preparação da amostra	9
9 Procedimento.....	10
10 Relatório	11
11 Critérios de aceitabilidade	12
Anexo A (normativo) – Figuras	13
Anexo B (normativo) – Fluido de referência.....	14
Anexo C (normativo) – Seleção do <i>gap</i> extra	16
Anexo D (normativo) – Teste de linearidade	18
Anexo E (normativo) – Tempo de equilíbrio térmico....	20
Anexo F (informativo) – Bibliografia	21
Índice geral.....	22

Prefácio

A presente Norma foi preparada pelo Instituto de Pesquisas em Transportes – IPR conforme a Instrução Normativa nº 20/DNIT SEDE, de 1º de novembro de 2022 e a norma DNIT 001/2023 – PRO.

1 Objetivo

Esta Norma estabelece os métodos para determinação do módulo dinâmico de cisalhamento ($|G^*|$) e do ângulo de fase (δ) de ligantes asfálticos, utilizando um reômetro de cisalhamento dinâmico, com geometria de placas paralelas.

2 Referências normativas

Os documentos relacionados a seguir são indispensáveis à aplicação desta Norma. Para referências datadas, aplicam-se somente as edições citadas. Para referências não datadas, aplicam-se as edições mais recentes do referido documento (incluindo emendas):

- a) AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM D6373 – 23: Standard Specification for Performance-Graded Asphalt Binder.
- b) _____. ASTM D6521 – 22: Standard Practice for Accelerated Aging of Asphalt Binder Using a Pressurized Aging Vessel (PAV).
- c) _____. ASTM D7175 – 15: Standard Test Method for Determining Rheological Properties of Asphalt Binder Using a Dynamic Shear Rheometer.
- d) ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR 15235 – Materiais asfálticos – Determinação do efeito do calor e do ar em uma película delgada rotacional.

3 Termos e definições

Para os efeitos deste documento técnico, aplicam-se os seguintes termos e definições:

3.1 Ângulo de fase (δ)

Ângulo de defasagem entre o carregamento aplicado e a resposta resultante para um material viscoelástico linear

submetido a carregamento oscilatório. É a medida do atraso que existe entre a solicitação e a resposta mecânica.

3.2 Carregamento oscilatório

Carregamento cíclico com formato senoidal no qual a amplitude da carga aplicada varia em torno de um valor específico. No caso desta norma, a amplitude varia em torno de zero.

3.3 Equilíbrio térmico

Para o procedimento descrito nesta Norma, considera-se que ocorreu o equilíbrio térmico quando a variação de temperatura for inferior a 0,1 °C em um intervalo de cinco minutos.

3.4 Ligante asfáltico

Misturas complexas de hidrocarbonetos de elevada massa molar presentes no petróleo. Podem ser obtidos por evaporação natural de depósitos superficiais de petróleo ou por destilação industrial.

3.5 Materiais viscoelásticos

Materiais que, ao serem submetidos a deformações, apresentam comportamento com características viscosas e elásticas simultaneamente.

3.6 Módulo complexo de cisalhamento (G^*)

É o número complexo que define a relação entre tensão e deformação para um material viscoelástico linear, calculado a partir do módulo dinâmico e do ângulo de fase, pela Equação (1):

$$G^* = |G^*| \cos(\delta) + i |G^*| \sin(\delta) \quad (1)$$

Onde:

G^* é o módulo complexo de cisalhamento, expresso em unidade de pressão;

$|G^*|$ é o módulo dinâmico de cisalhamento, expresso em unidade de pressão;

δ é o ângulo de fase, expresso em graus (°);

i é o número imaginário.

3.7 Módulo de armazenamento (G')

Componente do módulo complexo que está relacionado à energia armazenada, sendo equivalente à parte real do módulo complexo, calculada pela Equação (2):

$$G' = |G^*| \cos(\delta) \quad (2)$$

Onde:

G' é o módulo de armazenamento, expresso em unidade de pressão;

$|G^*|$ é o módulo dinâmico de cisalhamento, expresso em unidade de pressão;

δ é o ângulo de fase, expresso em graus (°).

3.8 Módulo de perda (G'')

Componente do módulo complexo que está relacionado com a perda de energia dissipada, sendo equivalente à parte imaginária do módulo complexo, calculada pela Equação (3):

$$G'' = |G^*| \sin(\delta) \quad (3)$$

Onde:

G'' é o módulo de perda, expresso em unidade de pressão;

$|G^*|$ é o módulo dinâmico de cisalhamento, expresso em unidade de pressão;

δ é o ângulo de fase, expresso em graus (°).

3.9 Módulo dinâmico de cisalhamento ($|G^*|$)

Razão entre a amplitude de tensão de cisalhamento e a amplitude de deformação de cisalhamento, para um material viscoelástico linear submetido a carregamento oscilatório.

3.10 Regime viscoelástico linear

Região de comportamento dos materiais viscoelásticos

na qual as propriedades mecânicas fundamentais do material dependem da temperatura e do tempo de carregamento (ou frequência) e independem da magnitude do carregamento.

4 Aparelhagem

4.1 Estufa de filme fino rotativo (*Rolling Thin-Film Oven Test – RTFOT*)

Estufa de convecção elétrica, com insuflação forçada de ar, com paredes duplas, capaz de manter a temperatura de $(163,0 \pm 0,5)$ °C. Deve ser provida internamente de um carrossel vertical, adequado para suportar os recipientes de amostra. O equipamento e seus acessórios devem atender às especificações da norma ABNT NBR 15235.

4.2 Vaso de envelhecimento pressurizado (*Pressurized Aging Vessel – PAV*)

Equipamento utilizado para simular o envelhecimento a longo prazo de ligantes asfálticos. Consiste em um vaso de pressão equipado com estufa, dispositivos de controle de pressão e temperatura, dispositivos de medição de pressão e temperatura e um sistema de registro de pressão e temperatura. O vaso de pressão deve ser de aço inoxidável, projetado para operar com pressão de $(2,1 \pm 0,1)$ MPa e temperatura entre 90 °C e 110 °C. O equipamento e seus acessórios devem atender às especificações da norma ASTM D6521 – 22.

4.3 Reômetro de cisalhamento dinâmico (*Dynamic Shear Rheometer – DSR*)

O reômetro de cisalhamento dinâmico (DSR) deve ser composto por um dispositivo de aplicação de carga, um sistema de controle e aquisição de dados, placas metálicas paralelas e uma câmara para controlar a temperatura da amostra durante o ensaio. O fabricante do equipamento deve emitir um certificado garantindo que a frequência, o ângulo de fase e o torque são controlados e/ou medidos de forma acurada, apresentando erro inferior a 1 %. O reômetro deverá ser capaz de executar o ensaio em modo de controle de tensão ou de deformação.

Conforme a norma ASTM D7175 – 15, o DSR deve possuir os componentes seguintes:

4.3.1 Geometria de placas paralelas

Placas cilíndricas de aço ou alumínio, com superfícies polidas, diâmetros de $(8,00 \pm 0,02)$ mm e $(25,00 \pm 0,05)$ mm e espessura útil mínima de 1,50 mm. Devem ser confeccionadas com a configuração necessária para encaixar no DSR. Ver a Figura A1 do Anexo A.

4.3.2 Câmara térmica

Dispositivo para controle de temperatura, capaz de manter a temperatura da amostra colocada entre as placas paralelas na temperatura de ensaio, com uma precisão de 0,1 °C, incluindo gradientes térmicos. A câmara deve envolver completamente as placas superior e inferior para minimizar gradientes térmicos nos acessórios do DSR e no corpo de prova.

4.3.3 Controlador de temperatura

Sistema capaz de controlar a temperatura no interior da câmara térmica com uma precisão de 0,1 °C, em toda a faixa de temperaturas do ensaio. O controle de temperatura pode ser feito com a circulação de um fluido, como água, ar e nitrogênio, ou por elementos de aquecimento ativamente controlados por temperatura, como elementos Peltier de estado sólido, adequadamente arranjados ao redor da amostra.

NOTA 1: O meio para aquecer e resfriar a amostra na câmara térmica não deve afetar as propriedades do ligante asfáltico.

NOTA 2: Quando o ar do laboratório for usado para o condicionamento térmico, um secador adequado deve ser incluído no sistema para evitar a condensação de umidade nas placas do ensaio.

NOTA 3: Uma umidade de banho circulante, separada do DSR, que bombeia a água através da câmara térmica, pode ser necessária se um meio fluido for usado.

4.3.4 Medidor de temperatura interno

Resistência térmica de platina integrada ao DSR, montada dentro da câmara térmica, em contato com a

placa fixa. Deve ser capaz de medir temperaturas entre 4 °C e 88 °C, com precisão de 0,1 °C, fornecendo leituras contínuas durante a montagem, condicionamento e execução do ensaio.

4.3.5 Sistema de aplicação de carga

Dispositivo capaz de aplicar um carregamento oscilatório, por tensão ou deformação controlada, com frequência 10 rad/s e precisão de 0,1 rad/s. Para outras frequências, a precisão deve ser mantida em 1 %. O sistema deve ser capaz de aplicar o carregamento (tensão ou deformação) dentro da faixa necessária para fazer as medições descritas neste método de ensaio.

4.3.6 Sistema de aquisição de dados

O sistema de aquisição deve fornecer registros de temperatura, frequência, ângulo de deflexão e torque. O fabricante deve fornecer certificação garantindo que as leituras são registradas com precisão de 1 %.

4.4 Molde de amostras

Molde de silicone com espessura de no mínimo 5 mm, contendo em seu centro uma cavidade cilíndrica para colocar a amostra de ligante. O molde não pode ter aderência ao ligante asfáltico. Para amostras com 25 mm de diâmetro e 1 mm de altura, a cavidade do molde deve ter fundo côncavo com um diâmetro de 18 mm e uma profundidade de pelo menos 2 mm. Para amostras com 8 mm de diâmetro e 2 mm de altura, a cavidade do molde deve ter fundo côncavo de 8 mm de diâmetro e profundidade de pelo menos 2,5 mm.

4.5 Aparador de amostras

Ferramenta apropriada para remover o excesso de ligante asfáltico da amostra, de forma a produzir uma amostra com face suave e que seja paralela e coincidente com o diâmetro externo das placas superior e inferior.

4.6 Termômetro de referência

Termômetro mantido dentro do laboratório para medir a temperatura padrão de referência do ensaio. Pode ser um termômetro de mercúrio com faixa de leituras entre 0 °C e 88 °C e resolução de 0,1 °C, ou um termômetro digital com precisão de $\pm 0,05$ °C e resolução de 0,01 °C. Deve

ser aferido, pelo menos, uma vez a cada 12 meses, e, se necessário, calibrado ou substituído.

4.7 Termômetro portátil

Medidor de temperatura portátil que consiste em um dispositivo termométrico ou detector resistivo, um circuito eletrônico associado e um leitor digital. A espessura do detector deve ser compatível com o espaçamento vertical entre as placas (*gap*), de modo que possa ser inserido entre elas. Deve ser aferido, pelo menos, uma vez a cada seis meses, e, se necessário, calibrado ou substituído.

4.8 Amostra de referência (*dummy*)

Amostra cilíndrica de ligante asfáltico, ou outro material polimérico, colocada entre as placas do reômetro com o propósito único de medir a temperatura do material entre as placas, para efeito de calibração da temperatura.

4.9 Materiais de limpeza

Os materiais adequados para a limpeza das placas do reômetro são panos limpos, toalhas de papel, cotonetes ou outros materiais que não danifiquem a superfície das placas do reômetro.

4.10 Solventes

Os solventes adequados para a limpeza das placas do reômetro são óleo mineral, solventes à base de cítricos, aguarrás mineral, tolueno, querosene ou solventes semelhantes. Para remover resíduos de solvente da superfície das placas devem ser usados solventes orgânicos como heptano, acetona ou álcool etílico.

5 Escopo do ensaio

5.1 Descrição

O reômetro de cisalhamento dinâmico com geometria de placas paralelas é utilizado para determinar o módulo dinâmico de cisalhamento ($|G^*|$) e o ângulo de fase (δ) de ligantes asfálticos que possuem valores de $|G^*|$ na faixa de 100 Pa a 10 MPa. Essa faixa de valores de módulo, geralmente, é obtida em temperaturas entre 4 °C e 88 °C, com frequência angular de 10 rad/s, dependendo do tipo de ligante asfáltico, da temperatura do ensaio e do envelhecimento da amostra.

Durante o ensaio, uma das placas paralelas é posta em oscilação, em relação à outra, com frequências e amplitudes de deformação rotacional (ou de torque) previamente determinadas. As frequências de oscilação do carregamento usados neste método podem variar de 1 rad/s a 160 rad/s, usando onda de forma senoidal. As amplitudes são determinadas em função do valor do módulo dinâmico de cisalhamento do ligante asfáltico que está sendo ensaiado, de forma a garantir que o material esteja no regime de comportamento viscoelástico linear.

Os valores de *gaps* empregados para as placas de 8 mm e 25 mm, são de 2 mm e 1 mm, respectivamente. Em termos de faixas operacionais, placas de 25 mm são apropriadas para valores de módulo variando entre 100 Pa a 100 kPa e placas de 8 mm são apropriadas para valores de módulo variando entre 100k Pa a 10 MPa.

O módulo dinâmico de cisalhamento é um indicador da rigidez ou da resistência do ligante asfáltico à deformação sob carga. O módulo dinâmico de cisalhamento e o ângulo de fase definem a resistência à deformação por cisalhamento do ligante asfáltico na região viscoelástica linear e são usados para calcular os critérios de desempenho de acordo com a norma ASTM D6373 – 23.

5.2 Interferências

- O material particulado no ligante asfáltico está limitado a partículas menores do que 1/4 do valor do *gap* utilizado. Para uma caracterização precisa de materiais bifásicos contendo materiais particulados, é convencional o uso de amostras com espessura quatro vezes maior do que o tamanho máximo da partícula presente.
- O cálculo do módulo dinâmico de cisalhamento é dependente de uma medida precisa do diâmetro da amostra. No procedimento, assume-se que o diâmetro da amostra é igual ao diâmetro das placas paralelas. Somente se pode assumir esta premissa se a remoção dos excessos da amostra for realizada corretamente.
- As propriedades dos ligantes asfálticos são muito suscetíveis à temperatura e ao seu histórico térmico. Portanto, o controle da temperatura e do número de

aquecimentos prévios ao ensaio são fatores essenciais para a repetitividade e reprodutibilidade dos resultados.

- d) Para reômetros que empregam rolamento pneumático, o fornecimento de ar ao rolamento deve ter uma válvula de abertura e fechamento, que deve ser aberta antes de ligar o instrumento e fechada quando fora de uso.
- e) Quando as duas placas não estiverem visualmente alinhadas, deve-se requisitar a presença do fornecedor do equipamento para realinhar a geometria de placas.

6 Verificações e calibrações

Deve-se verificar o DSR e seus componentes, conforme descrito nesta seção, após a instalação, as manutenções e a movimentação do equipamento, ou se houver suspeita de imprecisão do DSR ou de qualquer um de seus componentes.

6.1 Inspeção das placas paralelas

- a) Avaliar as superfícies das placas paralelas de ensaio, descartando aquelas amassadas, com deformações ou com ranhuras profundas.
- b) Medir o diâmetro das placas, em três posições diferentes, com distância angular de 120°, descartando aquelas com dimensões fora dos valores especificados.

6.2 Aferição do termômetro portátil

Deve-se aferir o termômetro portátil, no mínimo, a cada 6 meses, utilizando o termômetro de referência do laboratório (devidamente calibrado e aferido). Termômetros eletrônicos devem ser verificados usando os mesmos medidores e circuitos (fiação) utilizados nas medições de temperatura entre as placas.

Recomenda-se que a aferição do termômetro portátil seja feita como segue:

- a) Colocar o termômetro de referência em contato íntimo com o detector do termômetro portátil e colocar os dois em um banho de água agitado e

controlado termostaticamente com precisão de 0,1 °C.

- b) Certificar-se de que água utilizada é desionizada, para evitar a ocorrência de condução elétrica entre os elétrodos do elemento resistivo sensível à temperatura.
- c) Se a água do banho não for desionizada, colocar o termômetro de referência e o detector do termômetro portátil em um saco plástico à prova d'água antes de colocá-lo no banho.
- d) Obter medições de temperatura em intervalos de 6 °C, dentro da faixa de temperaturas do ensaio, permitindo que o banho atinja o equilíbrio térmico em cada temperatura, antes de registrar a temperatura.
- e) Se as leituras do termômetro portátil e do termômetro de referência diferirem em 0,1 °C ou mais, registrar a diferença em cada temperatura como uma correção de temperatura e manter as correções em um registro.

NOTA 4: Caso o termômetro de referência também seja utilizado como termômetro portátil para medir a temperatura entre as placas de ensaio, este também deve ser aferido a cada seis meses, conforme descrito neste item, e um outro termômetro (devidamente calibrado e aferido) deve ser utilizado como referência.

NOTA 5: Para manter o termômetro de referência e o detector do termômetro portátil em contato íntimo, pode-se utilizar um elástico ou fita adesiva.

6.3 Compensação térmica

Gradientes térmicos dentro do reômetro podem causar diferenças entre a temperatura real da amostra e a temperatura indicada no termômetro do DSR. Se estes desvios forem iguais ou maiores que 0,1 °C, deve-se determinar uma correção de temperatura, usando um medidor de temperatura acoplado a uma pastilha de borracha de silicone ou um termômetro portátil com uma amostra *dummy*. A compensação térmica deve ser determinada toda vez que o termômetro portátil for aferido.

Os desvios de temperatura devem ser determinados da seguinte forma:

- a) Se for utilizada um medidor acoplado a uma pastilha de borracha de silicone, posicionar a pastilha entre as placas de 25 mm e fechar as placas, para que fiquem completamente em contato com a borracha de silicone, garantindo a transferência de calor adequada. Se necessário, aplicar uma fina camada de graxa de petróleo, vaselina ou composto antiaderente, para preencher completamente qualquer espaço vazio.
- b) Se for utilizada uma amostra *dummy*, posicionar a amostra entre as placas (8 mm ou 25 mm), inserir o detector do termômetro portátil e fechar as placas até o *gap* do ensaio, mantendo o detector centralizado vertical e radialmente na amostra. Em seguida, aquecer as placas, conforme o necessário, para permitir que a amostra preencha completamente o espaço entre as placas. Não é necessário aparar a amostra *dummy*, mas deve-se evitar o excesso de material nas bordas das placas.
- c) Obter medidas simultâneas de temperatura com o termômetro do DSR e com o termômetro posicionado entre as placas, em incrementos de 6 °C, cobrindo toda faixa de temperatura do ensaio.
- d) Em cada incremento de temperatura, registrar as temperaturas medidas somente após o equilíbrio térmico.
- e) Traçar um gráfico correlacionado a diferença entre as medições do termômetro do DSR e do termômetro portátil, Figura A2 do Anexo A. Essa diferença será a correção de temperatura que deve ser aplicada ao controlador de temperatura do DSR para obtenção da temperatura desejada na amostra entre as placas.
- f) Reportar o valor da correção da temperatura para a respectiva temperatura de ensaios e a temperatura entre as placas corrigida como a temperatura de ensaio.
- g) Alternativamente, a correção de temperatura poderá ser inserida no software do DSR.

NOTA 6: A diferença entre as duas medições de temperatura pode não ser uma constante para um determinado reômetro, mas pode variar com as diferenças entre a temperatura de ensaio e a temperatura ambiente do laboratório, bem como com as flutuações na temperatura ambiente. A diferença entre as duas medições de temperatura é causada em parte por gradientes térmicos no corpo de prova e nos aparatos.

6.4 Calibração do DSR

Um reômetro recém-instalado ou reconicionado deve ser verificado semanalmente, até que uma verificação aceitável seja demonstrada, conforme descrito a seguir. Recomenda-se manter o registro dos dados na forma de um gráfico de controle, onde as medições de verificação são plotadas em relação à data.

6.4.1 Verificação do transdutor de torque

Verificar a calibração do transdutor de torque pode ser feita das duas formas seguintes:

6.4.1.1 Verificação com fluido de referência

Determinar a viscosidade dinâmica do fluido de referência, calculada como a razão entre o seu módulo dinâmico de cisalhamento e a frequência angular (rad/s), nas condições de ensaio especificadas pelo fabricante do fluido.

A viscosidade dinâmica do fluido de referência deve ser comparada com a viscosidade capilar informada pelo fabricante do fluido. O fluido de referência é especificado no Anexo B.

A calibração do transdutor de torque será considerada válida se a diferença entre os dois valores for igual ou inferior a 3 %. Se a variação for maior que 3 %, a calibração do transdutor será considerada suspeita e deve-se interromper o uso do DSR e consultar o seu fabricante ou uma empresa especializada.

6.4.1.2 Verificação com acessórios

Verificar a calibração do transdutor de torque usando os acessórios fornecidos pelo fabricante do DSR, de acordo com as instruções especificadas pelo fabricante.

6.4.2 Verificação do transdutor de deslocamento angular

Verificar a calibração do transdutor de deslocamento angular utilizando acessórios fornecidos pelo fabricante do DSR, de acordo com as instruções especificadas pelo fabricante. Se os acessórios adequados não estiverem disponíveis, essa verificação pode ser dispensada.

7 Preparação do equipamento

7.1 Limpeza das placas paralelas

- a) Remover qualquer resíduo de ligante asfáltico das placas utilizando materiais de limpeza adequados que não danifiquem a superfície das placas.
- b) Para auxiliar a limpeza, pode-se aquecer as placas e utilizar solventes considerados adequados para limpeza das placas.
- c) Após a limpeza, não deve haver resíduos na superfície das placas, nem mesmo do solvente utilizado para a limpeza.

7.2 Montagem do equipamento

- a) Preparar o DSR e seus acessórios de acordo com as instruções do fabricante. Os requisitos específicos podem variar conforme o modelo e o fabricante do equipamento.
- b) Acoplar firmemente os acessórios e as placas limpas ao reômetro, garantindo que as placas estejam visualmente paralelas e concêntricas entre si. Após a acoplagem, a placa móvel deve girar sem nenhuma oscilação observável na horizontal ou na vertical.

7.3 Definição do *gap* zero entre as placas

- a) Se o DSR possuir sistema de compensação térmica, o *gap* zero deve ser definido a partir da temperatura mais baixa do ensaio, executando a compensação térmica; se não possuir, o *gap* zero deve ser determinado na temperatura média da faixa de temperaturas do ensaio.
- b) Aquecer o DSR até a temperatura definida na alínea (a) desta subseção e aguardar até que a temperatura

estabilize com precisão de $\pm 0,1$ °C.

- c) Após a estabilização da temperatura, a posição do *gap* zero deve ser determinada seguindo uma das três formas seguintes:
 - Ajuste automático: Para equipamentos com sistema de compensação térmica, a posição do *gap* zero pode ser definida executando o procedimento de compensação, conforme instruções do fabricante;
 - Transdutor de força normal: Para equipamentos com transdutor de força normal, a posição do *gap* zero pode ser definida reduzindo o *gap* e monitorando a força normal. Depois de estabelecer o contato entre as placas, o *gap* zero é definido como a posição em que a força normal é aproximadamente zero;
 - Ajuste manual: Pode-se definir a posição do *gap* zero girando levemente a placa móvel e reduzindo o *gap*, até que a placa móvel toque a placa fixa. O *gap* zero é alcançado quando a placa móvel parar de girar completamente.

É muito importante que a posição do *gap* zero seja definida corretamente antes de cada ensaio a ser realizado, pois a configuração incorreta do *gap* produz erros significativos, conforme a Figura A3 do Anexo A.

7.4 Pré-aquecimento das placas

- a) Após a definição da posição do *gap* zero, afastar as placas para uma posição próxima a do *gap* do ensaio (um pouco maior) e pré-aquecer as placas para promover a adesão do ligante asfáltico.
- b) As placas de 25 mm devem ser pré-aquecidas até a menor temperatura da faixa de temperaturas em que o ensaio será conduzido.
- c) As placas de 8 mm devem ser pré-aquecidas até a temperatura de 52 °C.

NOTA 7: Para ligantes mais rígidos, especialmente aqueles com alto grau de modificação, empregar temperatura de pré-aquecimento 20 °C acima do ponto de amolecimento.

O pré-aquecimento é importante para garantir adesão adequada entre o ligante asfáltico e as placas, especialmente quando se usa o molde de silicone para preparar a amostra de ligante asfáltico para a transferência para as placas e quando se utiliza a placa de 8 mm de diâmetro. Se o ligante for colocado diretamente na placa aquecida, o calor melhora a adesão, desde que as placas sejam imediatamente colocadas em contato com o ligante.

8 Preparação da amostra

8.1 Reaquecimento do ligante asfáltico

O reaquecimento do ligante asfáltico quebra as associações moleculares reversíveis (enrijecimento histórico) que ocorrem normalmente quando o ligante é estocado à temperatura ambiente. Essas estruturas desenvolvidas durante o armazenamento podem resultar na superestimação do módulo em até 50 %.

O ligante asfáltico que será utilizado para preparar a amostra do ensaio descrito nesta Norma deve ser reaquecido antes do ensaio da forma seguinte:

- a) Aquecer o ligante, em estufa, até atingir uma temperatura que o torne suficientemente fluido para ser vertido.
- b) Para ligantes convencionais não envelhecidos, a temperatura não deve ultrapassar 135 °C. Para ligantes modificados ou envelhecidos (alta viscosidade) pode ser necessário o aquecimento em temperaturas superiores a 135 °C.
- c) Para todos os casos, a temperatura e o tempo de aquecimento devem ser os menores possíveis, para evitar o enrijecimento do ligante.
- d) Durante o aquecimento, cobrir o recipiente contendo o ligante e agitá-lo, ocasionalmente, para garantir a homogeneidade. Essa agitação deve ser suave, para evitar a formação de bolhas de ar.

NOTA 8: Após o reaquecimento, o ensaio deve ser concluído dentro de duas horas. Caso contrário, a amostra deve ser descartada.

8.2 Transferência da amostra para as placas

A transferência da amostra de ligante para as placas do DSR deve ser feita por uma das formas seguintes:

8.2.1 Transferência com molde de silicone

- a) Despejar o ligante asfáltico quente no molde de silicone, formando uma superfície livre convexa (menisco).
- b) Deixar o molde e a amostra esfriarem livremente sobre uma bancada plana, à temperatura ambiente.
- c) Após o resfriamento, soltar a amostra do molde de silicone, flexionando levemente o molde.
- d) Posicionar a amostra de forma centralizada em uma das placas do DSR (pré-aquecidas conforme a subseção 6.4) e pressionando a superfície convexa contra a placa, forçando a aderência entre o ligante e a placa.
- e) Retirar o molde de silicone da amostra e aproximar as placas até que o *gap* seja igual ao valor determinado conforme a subseção 8.3.
- f) Executar imediatamente o procedimento da subseção 8.3.

NOTA 9: O molde de silicone deve ser limpo utilizando apenas um pano limpo e seco. Não devem ser utilizados solventes.

NOTA 10: O molde de silicone deve ser descartado, caso, com o tempo, comece a aderir ao ligante, dificultando a retirada da amostra.

8.2.2 Transferência direta

Alguns tipos de ligantes asfálticos não podem ser removidos do molde de silicone à temperatura ambiente, necessitando de resfriamento. No entanto, o resfriamento abaixo da temperatura ambiente resulta em um histórico térmico desconhecido que pode afetar os valores medidos de módulo e ângulo de fase. Além disso, o resfriamento excessivo também pode resultar na formação de umidade na superfície da amostra, o que irá interferir na adesão do corpo de prova às placas.

Se a amostra de ligante não puder ser removida do molde em temperatura ambiente, recomenda-se que o ligante aquecido seja transferido diretamente para a placa inferior do DSR por umas das formas seguintes:

- a) Verter o ligante quente diretamente sobre a placa inferior, de uma altura entre 15 mm e 25 mm acima da superfície da placa.
- b) Transferir o ligante asfáltico quente para a placa inferior usando uma haste de vidro ou metal, espátula ou ferramenta similar.

Em ambas as formas de transferência direta, deve-se despejar uma quantidade de ligante suficiente para formar a amostra, deixando uma pequena porção da borda da placa sem ligante.

Imediatamente após transferir o ligante, aproximar as placas até que o *gap* seja igual ao valor determinado, conforme a subseção 8.3 e executar o procedimento da subseção 8.3.

NOTA 11: A remoção da placa inferior só é permitida se o DSR estiver equipado com uma placa que pode ser removida e reinstalada sem afetar a referência do *gap* zero.

8.3 Ajuste das dimensões da amostra

A amostra utilizada no ensaio deve possuir um formato de pastilha cilíndrica, com pequena espessura, topo e base planos e paralelos (colados às placas do DSR) e lateral livre levemente abaulada. Para obter esse formato, as dimensões da amostra devem ser ajustadas da seguinte forma:

- a) Imediatamente após transferir o ligante para uma das placas do DSR, conforme descrito na subseção 8.2, aproximar as placas até que o *gap* entre elas seja igual ao *gap* necessário para o ensaio acrescido de um pequeno *gap* extra, necessário para gerar o abaulamento da lateral da amostra.
- b) Aparar o excesso de ligante na lateral da amostra, movendo o aparador de amostras aquecido ao redor das bordas das placas para que o ligante asfáltico fique nivelado com o diâmetro externo das placas.

- c) Após aparar o excesso de ligante, aproximar as placas, eliminando o *gap* extra, até obter o *gap* necessário para o ensaio, gerando o abaulamento da lateral da amostra.

NOTA 12: Valores típicos para o *gap* extra são 0,05 mm para a placa de 25 mm e 0,10 mm para a placa de 8 mm. No entanto, o *gap* extra adequado depende das características do reômetro e da diferença de temperatura entre a aparada da amostra e o ensaio. No Anexo C, apresentam-se recomendações para a determinação do valor apropriado para o *gap* extra.

NOTA 13: O aparador de amostras deve estar quente o suficiente para permitir a remoção do excesso de ligante, mas não deve estar excessivamente quente para não causar pirólise na borda da amostra.

Os resultados do ensaio são calculados assumindo que o diâmetro da amostra é igual ao diâmetro das placas. Portanto, grandes alterações no diâmetro real da amostra podem resultar em medidas não confiáveis. Recomenda-se que os ajustes das dimensões da amostra sejam realizados com extremo cuidado, especialmente quando utilizar asfaltos modificados.

9 Procedimento

- a) Realizar o teste de linearidade do Anexo D para cada ligante virgem ou envelhecido no RTFOT a ser utilizado no ensaio.
- b) Selecionar a temperatura do ensaio entre 4 °C e 88 °C, podendo-se empregar múltiplas temperaturas, com incrementos de até 10 °C. Quando o ensaio for efetuado em múltiplas temperaturas, iniciar pela menor temperatura para a placa de 25 mm e pela maior temperatura para a placa de 8 mm.
- c) Ajustar o controlador de temperatura do DSR para a temperatura do ensaio, incluindo qualquer correção de desvio de temperatura necessária, conforme a subseção 6.3.
- d) Após a colocação da amostra entre as placas do DSR, conforme a Seção 8, aquecer o DSR até a

temperatura do ensaio e aguardar 10 min para que a amostra atinja o equilíbrio térmico, com variação máxima de ± 0,1 °C. Caso a amostra não atinja o equilíbrio térmico em 10 min, deve-se determinar o tempo necessário conforme o Anexo E.

- e) Se o ensaio for realizado em modo de controle de deformação, selecionar a deformação apropriada para o ensaio a partir da Tabela 1.

Tabela 1 – Valores para ensaio com deformação controlada

Material	kPa	Deformação (%)	
		Valor	Variação
Ligante original	1,0 G* /sen(δ)	12	9 a 15
Ligante RTFOT	2,2 G* /sen(δ)	10	8 a 12
Ligante PAV	5000 G* .sen(δ)	1	0,8 a 1,2

Fonte: ASTM D7151 – 15

- f) Se o ensaio for realizado em modo de controle de tensão, selecionar a tensão apropriada para o ensaio a partir da Tabela 2.

Tabela 2 – Valores para ensaio com tensão controlada

Material	kPa	Tensão (kPa)	
		Valor	Variação
Ligante original	1,0 G* /sen(δ)	0,12	0,09 a 0,15
Ligante RTFOT	2,2 G* /sen(δ)	0,22	0,18 a 0,26
Ligante PAV	5000 G* .sen(δ)	500	400 a 600

Fonte: ASTM D7151 – 15

NOTA 14: Alguns ligantes podem não apresentar comportamento linear dentro das faixas de carregamento das Tabelas 1 e 2. Quando se observar esta situação, deve-se realizar o ensaio na região de linearidade, conforme o Anexo D, e registrar as condições do ensaio.

- g) Iniciar o ensaio após o equilíbrio térmico, para cada temperatura de ensaio. Se o ensaio for realizado com mais de uma frequência, iniciar pela menor frequência e aumentar até a frequência mais alta.
- h) O ensaio com temperaturas subsequentes deve ser feito o mais rápido possível, para minimizar o efeito da associação molecular, que pode causar um aumento no módulo. Ao utilizar múltiplas temperaturas, o ensaio deve ser concluído dentro de

duas horas após a preparação da amostra.

- i) Iniciar a aplicação de carga e obter as medidas de módulo, ângulo de fase e frequência após a aplicação de 8 a 16 ciclos de carga.
- j) As medidas do ensaio devem ser calculadas como as médias dos dados de 8 a 16 ciclos de carga adicionais, usando a técnica analítica e o software fornecido pelo fabricante.
- k) Se o ensaio for realizado em mais de uma frequência, iniciar pela menor frequência e aumentar até atingir a frequência mais alta.

10 Relatório

O relatório deve conter as seguintes informações:

- a) fabricante e modelo do DSR;
- b) código de identificação do DSR, se o laboratório tiver mais de um equipamento;
- c) versão do software utilizado;
- d) código do arquivo do ensaio;
- e) data;
- f) nome do operador;
- g) identificação da amostra;
- h) tempo total do ensaio;
- i) o diâmetro da placa utilizada, com precisão de 0,1 mm;
- j) *Gap* do ensaio, em µm;
- k) temperaturas do ensaio, com precisão de 0,1 °C;
- l) correções de temperatura;
- m) modo de aplicação da carga;
- n) frequência do ensaio, em rad/s;
- o) amplitude de deformação, em %, ou o torque, em mN.m, ambos com três algarismos significativos;

- p) módulo dinâmico de cisalhamento, em kPa, com três algarismos significativos;
- q) ângulo de fase (δ), com precisão de 0,1 graus;
- r) módulo dinâmico de cisalhamento dividido pelo seno do ângulo de fase $[|G^*|/\text{sen}(\delta)]$, para ligantes virgens e envelhecidos no RTFOT;
- s) módulo dinâmico de cisalhamento multiplicado pelo seno do ângulo de fase $[|G^*| * \text{sen}(\delta)]$, para ligantes envelhecidos no PAV.

11 Critérios de aceitabilidade

O critério para julgar a aceitabilidade dos resultados obtidos por este método de ensaio são descritos nas Tabelas 3 e 4. O coeficiente de variação (CV) é calculado com a razão entre o desvio-padrão e a média das amostras, expresso em porcentagem.

Tabela 3 – Repetibilidade

Condição	CV (%)	CV (%)
	3 amostras	2 amostras
Ligante Original: $ G^* /\text{sen}(\delta)$	2,3	6,4
RTFO (resíduo): $ G^* /\text{sen}(\delta)$	3,2	9,0
PAV (resíduo): $ G^* . \text{sen}(\delta)$	4,9	13,8

Fonte: ASTM D7151 – 15

Dois resultados obtidos pelo mesmo operador, no mesmo laboratório, usando o mesmo equipamento e o mesmo material serão considerados suspeitos se a diferença entre eles, expressa pelo CV, exceder os valores da Tabela 3.

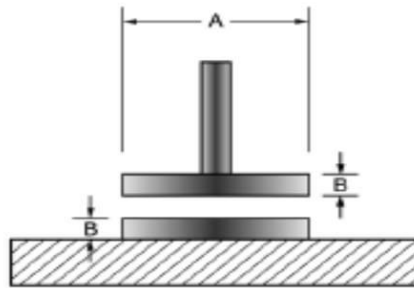
Tabela 4 – Reprodutibilidade

Condição	CV (%)	CV (%)
	3 amostras	2 amostras
Ligante Original: $ G^* /\text{sen}(\delta)$	6,0	17,0
RTFO (resíduo): $ G^* /\text{sen}(\delta)$	7,8	22,2
PAV (resíduo): $ G^* . \text{sen}(\delta)$	14,2	40,2

Fonte: ASTM D7151 – 15

Dois resultados obtidos por dois operadores diferentes, em equipamentos diferentes, com o mesmo material, serão considerados suspeitos se a diferença entre eles, expressa pelo CV, exceder os valores da Tabela 4.

Anexo A (normativo) – Figuras



Dimensão	Diâmetro 8-mm	Diâmetro 25-mm
A	8±0,1 mm	25±0,1 mm
B	> 1,5 mm	> 1,5 mm

Figura A1 – Dimensões das placas de teste

Fonte: ASTM D7175 – 15

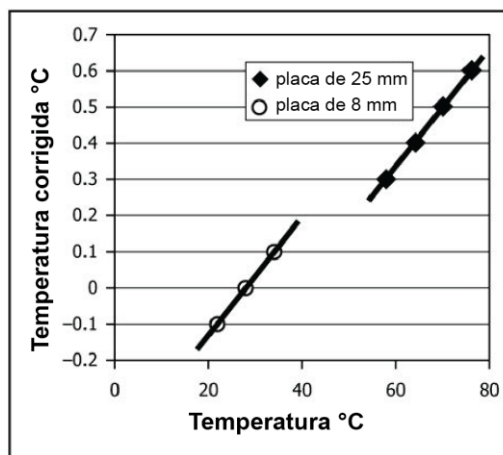


Figura A2 – Determinação da correção da temperatura

Fonte: ASTM D7175 – 15

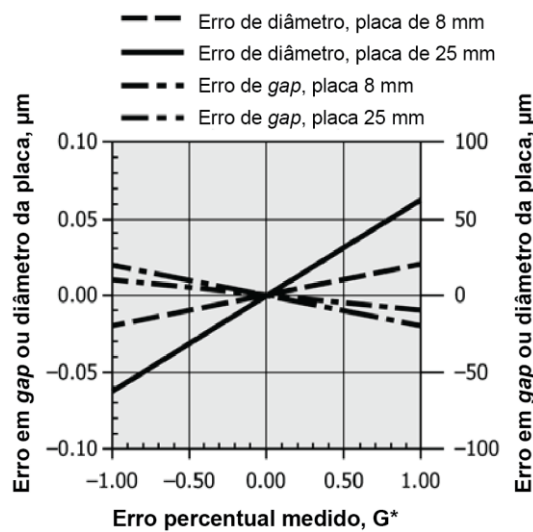


Figura A3 – Efeito do erro no gap

Fonte: ASTM D7175 – 15

Anexo B (normativo) – Fluido de referência

Um polímero orgânico produzido pela *Cannon Instrument Company*, como padrão de Viscosidade N2700000SP, é um material adequado para ser utilizado como fluido de referência para verificar a calibração do DSR. Este polímero é apenas um exemplo de produto adequado comercialmente disponível. Esta informação é dada para facilitar aos usuários desta Norma e não constitui um endosso, por parte do DNIT, ao uso exclusivo do produto citado. Portanto, materiais com características similares produzidos por outras empresas podem ser usados como fluido de referência, seguindo o procedimento descrito a seguir com as alterações necessárias.

Os seguintes cuidados devem ser tomados ao usar um fluido de referência:

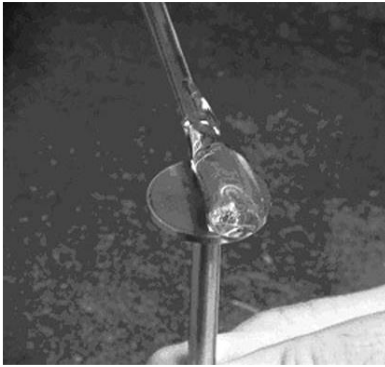
- a) O Fluido não pode ser usado para verificar a precisão da medida do ângulo de fase.
- b) O Fluido não pode ser aquecido além da temperatura de referência da viscosidade especificada, pois o aquecimento acarreta variações na viscosidade.
- c) O Fluido deve ser usado depois que a verificação da temperatura do reômetro for efetuada.
- d) O Fluido não pode ser usado para calibrar o transdutor de torque, apenas para verificar a calibração. O fornecedor ou representante deve realizar a calibração do reômetro com instrumentos de calibração projetados especificamente para este fim. Estes instrumentos não estão disponíveis nos laboratórios.
- e) O Fluido deve ser testado na frequência de 10 rad/s e dentro da faixa de temperatura especificada. Para o fluido utilizado como exemplo, a faixa de temperatura é de 58 °C a 64 °C.
- f) Deve-se tomar cuidado para não produzir bolhas durante o preparo da amostra entre as placas. As bolhas no fluido podem causar erros na medida da viscosidade dinâmica. Portanto, o fluido utilizado deve estar isento de bolhas.
- g) O fluido deve ser descartado após o uso.

Inicialmente, é necessário realizar a limpeza das placas com uso de acetona para garantir a qualidade dos resultados. Após a limpeza, o fluido deve ser transferido para a placa inferior. Recomendam-se três formas de transferir o fluido para a placa: utilizando um bastão de vidro, utilizando uma espátula ou despejando o fluido diretamente sobre a placa.

No método do bastão de vidro, Figura B1(a), deve-se inserir um bastão de vidro no fluido e girar o bastão. Continuar girando o bastão e puxá-lo lentamente do fluido, carregando uma pequena massa do fluido aderida ao bastão. Tocar a massa de fluido na placa para transferir o fluido para a placa.

No método da espátula, Figura B1(b), deve-se usar uma espátula cuidadosamente para transferir o fluido. Deve-se tomar cuidado especial para não reter ar à medida que o material é transferido. Espalhar a massa da espátula na placa e cortar a massa da espátula passando a espátula pela borda da placa. Este método é difícil de implementar e é o menos recomendado dos três métodos.

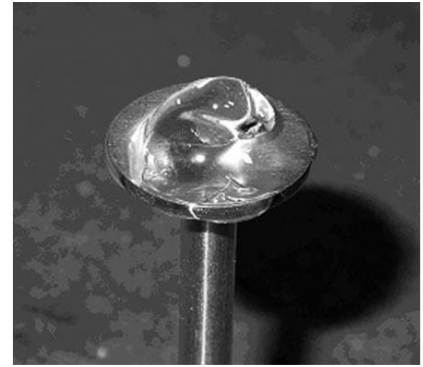
O método de transferência direta, Figura B1(c), só deve ser usado se o reômetro estiver equipado com placas que podem ser removidas e reinstaladas sem afetar a referência do *gap*. Nesse caso, remover a placa inferior e encostar a superfície da placa na superfície do recipiente contendo o fluido. Puxar a placa do recipiente, trazendo uma massa do fluido junto. Inverter a placa e deixar o fluido escorrer, ficando em forma de cogumelo.



(a) Bastão de vidro em uso para colocação do fluido de referência na placa.



(b) Espátula em uso para colocação do fluido de referência na placa



(c) Colocação do fluido de referência na placa com uso do toque direto

Figura B1 – Formas de transferir o fluido de referência para as placas do DSR

Fonte: ASTM D7175 – 15

Após transferir o fluido para a placa, executar ajuste da amostra, conforme a subseção 8.3, e realizar a determinação do $|G^*|$ conforme a Seção 9, não sendo necessário realizar o teste de linearidade para o fluido.

A partir do valor de $|G^*|$ determinado e da frequência utilizada no ensaio é possível estimar a viscosidade do fluido de referência, utilizando o modelo empírico de Cox-Merz que correlaciona as viscosidades dinâmica e estacionária de polímeros. O método apresenta, em termo simplificados, a seguinte aproximação:

$$\eta^* = \frac{|G^*|}{\omega} \sim \eta \quad (B1)$$

Onde:

η^* é a viscosidade dinâmica, expressa em unidade de pressão multiplicada por segundo;

$|G^*|$ é o módulo dinâmico de cisalhamento do fluido, expresso em unidade de pressão;

ω é a frequência angular do ensaio, expressa em radianos por segundo;

η é a viscosidade capilar do fluido, especificada pelo fabricante, expressa em unidade de pressão multiplicada por segundo.

Para validar a calibração do DSR, a viscosidade dinâmica determinada deve apresentar diferença máxima de $\pm 3 \%$ da viscosidade capilar reportada pelo fabricante do fluido de referência;

O material utilizado como exemplo de fluido de referência se comporta como fluido viscoso a $64 \text{ }^\circ\text{C}$ e fornece uma estimativa precisa de $|G^*|$ acima de $64 \text{ }^\circ\text{C}$. Em temperaturas abaixo de $58 \text{ }^\circ\text{C}$, esse material fornece valores incorretos de $|G^*|$, com erros que aumentam à medida que a temperatura se afasta de $64 \text{ }^\circ\text{C}$.

Anexo C (normativo) – Seleção do *gap* extra

A determinação do diâmetro da amostra é uma das etapas mais críticas do procedimento. A precisão das grandezas medidas depende do diâmetro da amostra. O diâmetro é assumido igual ao das placas. Por esta razão, tanto o *gap* quanto o aparamento do excesso de ligante podem formar um ligeiro abaulamento lateral na amostra. Quando o *gap* é limitado para sua dimensão final, o abaulamento deve ser suficiente para compensar qualquer retração do ligante e, conseqüentemente, evitar a superfície côncava mostrada na Figura C1(a). O diâmetro da amostra teste na Figura C1(a) se aproxima de (*d*) mais do que (*d'*) que é o diâmetro da placa. O módulo dinâmico de cisalhamento é calculado pela Equação (C1):

$$|G^*| = \frac{2h}{\pi r^4} \times \frac{\tau}{\theta} \quad (C1)$$

Onde:

$|G^*|$ é o módulo dinâmico de cisalhamento, expresso em unidade de pressão;

h é a espessura da amostra, expressa em unidade de comprimento;

r é o raio da placa utilizada, expresso unidade de comprimento;

τ é o torque aplicado à amostra, expresso em unidade de comprimento multiplicada por unidade de força;

θ é o deslocamento angular, expresso em radianos.



(a) Superfície côncava inadequada na amostra no *gap* de ensaio. (b) Superfície convexa adequada na amostra no *gap* de ensaio.

Figura C1 – Representação das superfícies laterais de amostras de ligante

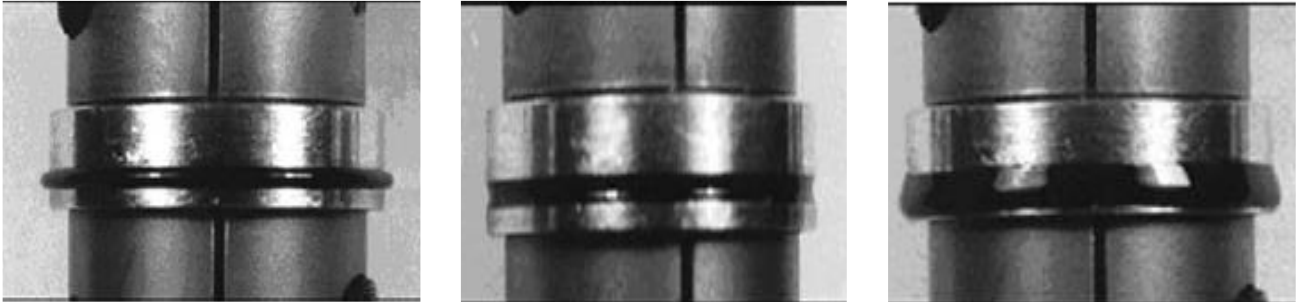
Fonte: Adaptado de ASTM D7175 – 15

De acordo com a Equação (C1), o módulo depende do raio (ou diâmetro) elevado à quarta potência. Portanto, uma pequena concavidade na superfície externa da amostra de teste, como mostrado na Figura C1(a), terá um grande efeito no módulo medido. Para uma determinada concavidade, o efeito no módulo medido é maior para a placa de 8 mm do que para a placa de 25 mm. Resultado mais desejável é um ligeiro abaulamento convexo, ilustrado na Figura C1(b), garantindo uma adequada transferência de esforços para a amostra. Deve-se notar que erros no diâmetro da amostra não incidem nos valores medidos de ângulo de fase.

Valores recomendados de *gap* extra para formação de abaulamento adequado são de 50 μm e 100 μm , respectivamente, para as placas de 25 mm e 8 mm. Embora estes valores possam ser apropriados para muitos reômetros, materiais e temperaturas, eles não são universais. Se na condição do *gap* de ensaio a amostra não apresentar um abaulamento apropriado, os valores recomendados devem ser ajustados. A avaliação final da amostra deve ser feita na temperatura de ensaio ou na temperatura intermediária considerando uma faixa de 25 °C para a mesma amostra.

Abaulamentos apropriados e inapropriados estão mostrados nas Figuras C2(a), C2(b) e C2(c). Uma lente de aumento é útil

para o exame da forma do abaulamento. Independentemente do *gap* de ensaio, para produzir abaulamento desejável, o *gap* atual empregado deve ser usado nos cálculos.



(a) Tamanho ideal de abaulamento

(b) Abaulamento côncavo
(inadequado)

(c) Abaulamento excessivo
(inadequado)

Figura C2 – Exemplos de superfícies laterais de amostras de ligante

Fonte: ASTM D7175 – 15

Os fatores que podem influenciar a formação do abaulamento na temperatura de ensaio são:

- a) O valor total do *gap* usado para criar o abaulamento.
- b) A diferença entre a temperatura do aparelhamento, a temperatura em que o abaulamento foi criado e a temperatura do ensaio.
- c) Contração e expansão térmica do reômetro.
- d) Contração e expansão térmica do ligante asfáltico.
- e) A superfície côncava é mais susceptível de ser formada a temperaturas intermediárias do que a altas temperaturas (mais na placa de 8 mm do que na placa de 25 mm). De fato, a altas temperaturas, o material em excesso pode ser prensado pelas placas conforme Figura C2(c). Esta situação deve ser evitada e pode requerer um *gap* extra ligeiramente menor que o valor recomendado.

Anexo D (normativo) – Teste de linearidade

Para a determinação das propriedades reológicas de um ligante asfáltico virgem ou envelhecido no RTFOT, deve-se empregar um nível de carregamento que garanta que o comportamento do material esteja dentro do regime viscoelástico linear, para as condições de temperatura e frequência de ensaio. Por isso, antes de iniciar um ensaio, com deformação ou tensão controlada, deve-se testar a região de linearidade do material.

A região de comportamento linear do material é determinada com base na variação do módulo dinâmico de cisalhamento, obtido na temperatura de ensaio com frequência de 10 rad/s, aumentando a amplitude de deformação ou tensão aplicada.

Essa varredura do nível de carregamento é realizada da seguinte forma:

- a) Preparar o DSR de acordo com a Seção 7 desta norma.
- b) Preparar uma amostra para ensaio com a placa de 25 mm, conforme Seção 8 desta norma.
- c) Selecionar a temperatura de ensaio e realizar o ensaio conforme o procedimento da Seção 9 desta Norma, exceto pela definição do carregamento que deve ser feita conforme as alíneas seguintes.
- d) Para ensaio com deformação controlada, obter o módulo dinâmico de cisalhamento com deformações de 2 %, 4 %, 6 %, 8 %, 10 % e 12 %, nesta ordem.
- e) Para ensaio com tensão controlada, obter o módulo dinâmico de cisalhamento com tensões de 0,015 kPa, 0,030 kPa, 0,045 kPa, 0,060 kPa, 0,075 kPa e 0,090 kPa, nesta ordem.
- f) Calcular a razão entre cada módulo dinâmico de cisalhamento obtido e o módulo obtido com o menor nível de carga.
- g) Plotar em um gráfico os valores de módulo obtidos e os valores da razão entre os módulos versus o nível de carregamento aplicado, conforme as Figuras D1e D2.
- h) A região de comportamento viscoelástico linear é definida como sendo a faixa de carga para a qual a razão entre os módulos é igual ou superior a 95 %.
- i) Se o ligante utilizado não apresentar comportamento linear para os valores de carga anteriores (tensão ou deformação), refazer o teste de linearidade utilizando níveis de carga menores.

Após concluir o teste de linearidade, reportar as informações seguintes para cada nível de carga (tensão ou deformação):

- j) Frequência, com precisão de 0,1 rad/s.
- k) Temperatura, com precisão de 0,1 °C.
- l) Níveis de deformações aplicadas, com precisão de 0,1 % (deformação controlada).
- m) Níveis de tensões aplicados, com precisão de 0,001 kPa (tensão controlada).
- n) Módulo dinâmico de cisalhamento para cada nível de carga, com três algarismos significativos.

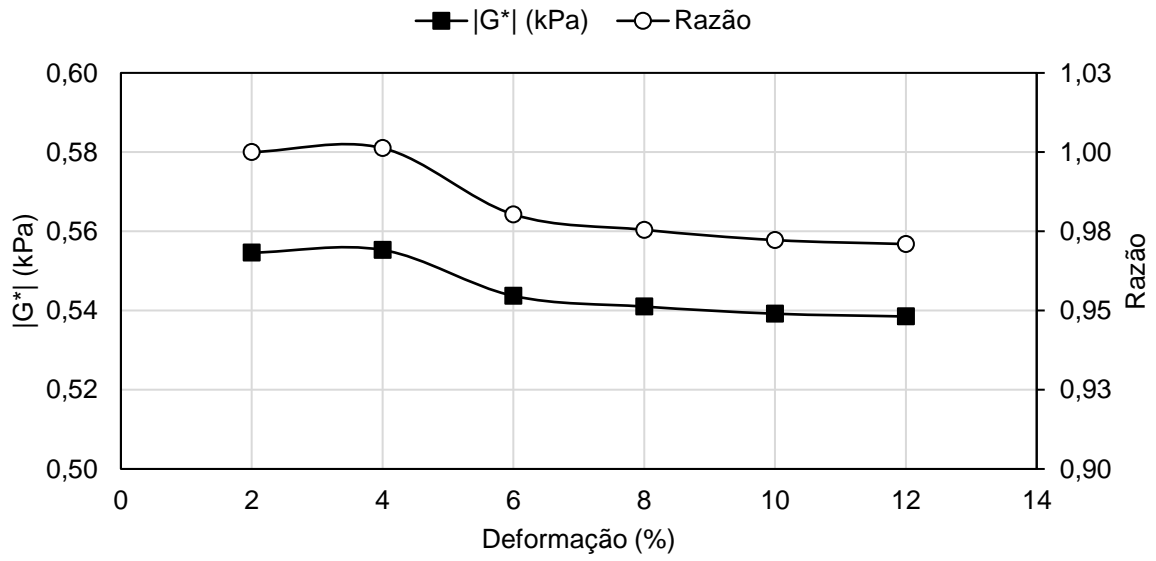


Figura D1 – Exemplo de resultado de teste de linearidade realizado com deformação controlada

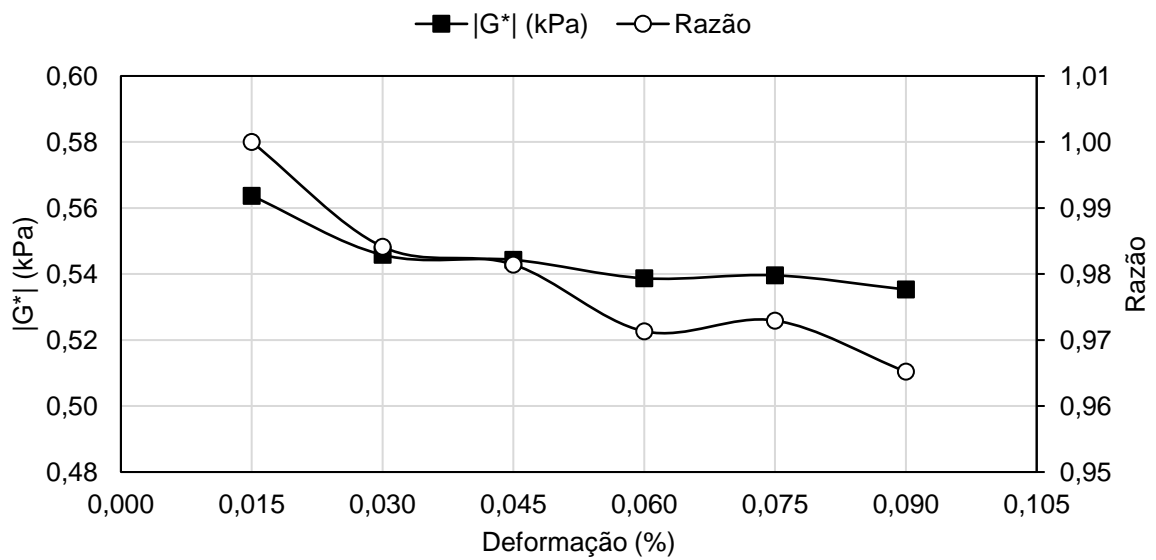


Figura D2 – Exemplo de resultado de teste de linearidade realizado com tensão controlada

Anexo E (normativo) – Tempo de equilíbrio térmico

Após a colocação da amostra de ligante entre as placas metálicas do reômetro, é necessário aguardar um período de tempo, para garantir o equilíbrio térmico entre a amostra e as placas. Devido aos gradientes térmicos entre as placas e a amostra, pode levar mais tempo para a amostra atingir o equilíbrio térmico do que o tempo indicado pelo termômetro DSR. Portanto, é possível que em alguns casos o tempo de espera de 10 minutos não seja suficiente para que a amostra atinja o equilíbrio térmico, sendo necessário determinar experimentalmente o tempo necessário.

O tempo necessário para o equilíbrio térmico depende das características do DSR, da eficiência do sistema de controle de temperatura, das dimensões das placas utilizadas, da temperatura ambiente e das temperaturas iniciais da amostra e do equipamento. Reômetros que utilizam fluidos para o controle de temperatura são mais eficientes. Nesses equipamentos, o tempo de espera de 10 minutos costuma ser suficiente para garantir o equilíbrio térmico entre a amostra e as placas metálicas, na maioria das condições de ensaio. Entretanto, para reômetros que utilizam sistemas de controle de temperatura por correntes de ar, o equilíbrio térmico para cada temperatura/condição de ensaio deve ser estabelecido.

Uma estimativa confiável do tempo necessário para o equilíbrio térmico pode ser obtida pelo monitoramento da temperatura do DSR e do módulo dinâmico de cisalhamento de uma amostra colocada entre as placas metálicas. Como o módulo é altamente sensível a variações de temperatura, ele é um excelente indicador do equilíbrio térmico. O monitoramento deve ser feito da seguinte forma:

- Preparar o DSR de acordo com a Seção 7 desta norma.
- Preparar uma amostra para ensaio, conforme Seção 8 desta norma, usando um ligante não modificado.
- Selecionar a temperatura de ensaio e operar o DSR em modo contínuo a 10 rad/s, utilizando um valor de deformação que forneça medidas dentro do regime viscoelástico linear (conforme o Anexo D).
- Registrar o módulo dinâmico de cisalhamento em intervalos de tempo de 30 segundos e plotar o gráfico de módulo de cisalhamento dinâmico versus tempo (ver Figura E1).

O tempo para atingir o equilíbrio térmico será o tempo necessário para os valores de módulo permanecerem constantes (determinado visualmente, conforme Figura E1). Normalmente, este intervalo deve ser maior que o tempo requerido para se obter uma leitura de temperatura constante no termômetro do DSR. Deve ser atribuído um tempo para equilíbrio térmico para cada temperatura de ensaio.

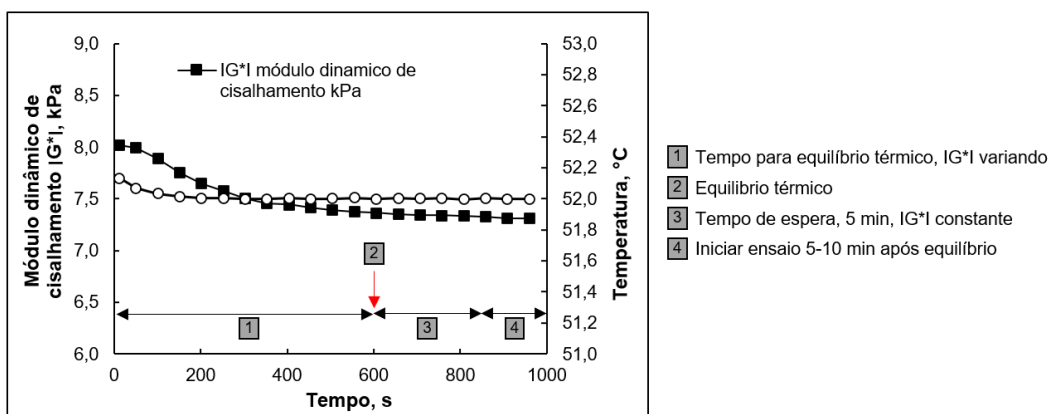


Figura E1 – Determinação do tempo de equilíbrio térmico

Fonte: ASTM D7175 – 15

Anexo F (informativo) – Bibliografia

- a) AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM C670 – 15. Standard Practice for Preparing Precision and Bias Statements for Test Methods for Construction Materials.
- b) _____. ASTM D2872 – 22. Standard Test Method for Effect of Heat and Air on a Moving Film of Asphalt Binder (Rolling Thin-film Oven Test).
- c) _____. ASTM D6521 – 22. Standard Practice for Accelerated Aging of Asphalt Binder Using a Pressurized Aging Vessel (PAV).
- d) _____. ASTM D7175 – 15 Standard Test Method for Determining the Rheological Properties of Asphalt Binder Using a Dynamic Shear Rheometer.
- e) _____. ASTM D7643 – 22. Standard Practice for Determining the Continuous Grading Temperatures and Continuous Grades for PG Graded Asphalt Binders.
- f) _____. ASTM E1 – 14(2020). Standard Specification for ASTM Liquid-in-Glass Thermometers.
- g) _____. ASTM E220 – 19. Standard Test Method for Calibration of Thermocouples by Comparison Techniques.
- h) _____. ASTM E644 – 11(2019). Standard test methods for testing industrial resistance thermometers.
- i) AMERICAN ASSOCIATION OF STATE HIGHWAY AND TRANSPORTATION OFFICIALS. AASHTO M 320. Standard Specification for Performance-Graded Asphalt Binder.
- j) _____. AASHTO R 29. Standard Practice for Grading or Verifying the Performance Grade (PG) of an Asphalt Binder.
- k) _____. AASHTO T 315. Standard Method of Test for Determining the Rheological Properties of Asphalt Binder Using a Dynamic Shear Rheometer (DSR).
- l) EUROPEAN STANDARD NORME. EN 14770. Bitumen and bituminous binders – Determination of complex shear modulus and phase angle – Dynamic Shear Rheometer (DSR).
- m) NATIONAL COOPERATIVE HIGHWAY RESEARCH PROGRAM. NCHRP Report 7. Precision Estimates for AASHTO Test Method T 308 and the Tests Methods for Performance-Graded Asphalt Binder in AASHTO Specification M 320.

_____ /Índice geral

Índice geral

Abstract.....	1	Módulo dinâmico de cisalhamento.....	3.9.....3
Aferição do termômetro portátil	6.26	Molde de amostras.....	4.4.....4
Ajustes das dimensões da amostra.....	8.3 10	Montagem do equipamento	7.2.....8
Amostra de referência (<i>dummy</i>)	4.85	Índice geral.....	22
Anexo A (normativo) – Figuras	13	Objetivo	1.....2
Anexo B (normativo) – Fluido de referência	14	Pré-aquecimento das placas	7.4.....8
Anexo C (normativo) – Seleção do <i>gap</i> extra.....	16	Prefácio	2
Anexo D (normativo) – Teste de linearidade	18	Preparação da amostra	8.....9
Anexo E (normativo) – Tempo de equilíbrio térmico	20	Preparação de equipamento.....	7.....8
Anexo F (informativo) – Bibliografia.....	21	Procedimento	9.....10
Ângulo de fase.....	3.12	Reaquecimento do ligante asfáltico	8.1.....9
Aparador de amostras	4.55	Referências normativas	2.....2
Aparelhagem	43	Regime viscoelástico linear.....	3.10....3
Calibração do DSR	6.47	Relatório.....	10.1...11
Câmara térmica	4.3.2 ...4	Reômetro de cisalhamento dinâmico (<i>Dynamic Shear Rheometer – DSR</i>).....	4.3.....3
Carregamento oscilatório.....	3.22	Resumo.....	1
Critérios de aceitabilidade	11 12	Relatório.....	10.....11
Compensação térmica.....	6.36	Sistema de aquisição de dados	4.3.6...4
Controlador de temperatura.....	4.3.3 ...4	Sistema de aplicação de carga.....	4.3.5...4
Definição do <i>gap</i> zero entre as placas	7.38	Solventes	5
Descrição	5.15	Sumário.....	1
Equilíbrio térmico	3.32	Termômetro de referência.....	4.6.....4
Escopo de ensaio	55	Termômetro portátil.....	4.7.....5
Estufa de filme fino rotativo (<i>Rolling Thin-Film Oven Test – ROFOT</i>)	4.13	Termos e definições.....	3.....2
Geometria de placas paralelas	4.3.1 ...4	Transferência da amostra para as placas.....	8.2.....9
Índice geral	22	Transferência direta	8.2.2...9
Inspeções das placas paralelas.....	6.16	Transferência com molde de silicone.....	8.2.1...9
Interferências	5.25	Vaso de envelhecimento pressurizado (<i>Pressurized Aging Vessel – PAV</i>).....	4.2.....3
Ligante asfáltico.....	3.42	Verificação com acessórios	7
Limpeza das placas paralelas	7.18	Verificação com fluido de referência	8
Materiais de limpeza.....	4.95	Verificação do transdutor de deslocamento angular	6.4.2...8
Materiais viscoelásticos	3.52	Verificação do transdutor de torque.....	6.4.1...7
Medidor de temperatura interno	4.3.4 ...4	Verificações e calibrações	6.....6
Módulo complexo de cisalhamento	3.62		
Módulo de armazenamento	3.73		
Módulo de perda.....	3.83		