

# РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ УСТОЙЧИВОСТИ К СТАРЕНИЮ И ВЯЗКОСТИ БИТУМОВ ОДМ 218.2.004-2006 Предисловие

1. Разработан ОАО "Союздорнии" (Открытое Акционерное Общество "Дорожный научно-исследовательский институт "Союздорнии") по заказу Росавтодора.
2. Внесен Управлением организации госзаказа и научно-технических исследований Федерального дорожного агентства.
3. Издан на основании Распоряжения Федерального дорожного агентства от 01.02.2007 N 28-р.
4. Имеет рекомендательный характер.

## 1. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящие рекомендации распространяются на дорожные битумы в части определения их устойчивости к старению (изменение нескольких показателей физико-механических свойств после прогрева) в тонком слое в соответствии с требованиями ГОСТ 18180-72.

В части определения вязкости настоящие рекомендации распространяются как на дорожные битумы, так и на другие органические вяжущие материалы, в частности на ПБВ на основе СБС.

В целях последующего нормирования как изменения предлагаемых показателей свойств вяжущих после старения, так и их вязкости целесообразно организовать набор таких данных в заводских лабораториях.

## 2. НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящих рекомендациях использованы ссылки на следующие документы:

ГОСТ 22245-90 Битумы нефтяные дорожные вязкие. Технические условия.

ГОСТ 11501-78 Битумы нефтяные. Метод определения глубины проникания иглы.

ГОСТ 11503-74 Битумы нефтяные. Метод определения условной вязкости.

ГОСТ 11505-75 Битумы нефтяные. Метод определения растяжимости.

ГОСТ 11506-73 Битумы нефтяные. Метод определения температуры размягчения по Кольцу и Шару.

ГОСТ 11507-78 Битумы нефтяные. Метод определения температуры хрупкости.

ГОСТ 18180-72 Битумы нефтяные. Метод определения изменения массы после прогрева.

EN 12607 часть 1, метод RTFOT - Европейский стандарт.

EN 12591:1999 "Битум и битумные вяжущие - требования к дорожным битумам" - Европейский стандарт.

## 3. ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящем методическом документе применяются следующие термины с соответствующими определениями:

битум - продукт окисления или компаундирования тяжелых нефтяных остатков;

ПБВ - полимерно-битумное вяжущее, получаемое введением полимера, в частности блоксополимера типа СБС, пластификатора и ПАВ в битум, и перемешиванием до однородного состояния;

органические вяжущие материалы - вяжущие, получаемые, как правило, на основе битумов или тяжелых нефтяных остатков путем введения в них органических наполнителей размером не более 1000 А с плотностью, сопоставимой с плотностью битума и его компонентов, пластификаторов и ПАВ;

вязкость - сопротивление материала сдвигу за единицу времени, а в данных рекомендациях предлагается определять условную вязкость, измеряемую по времени истечения определенного объема жидкого продукта, в частности горячего битума, через отверстие заданного диаметра.

#### 4. РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ УСТОЙЧИВОСТИ БИТУМОВ К СТАРЕНИЮ

Устойчивость битумов к старению рекомендуется определять по изменению, наряду с температурой размягчения, следующих показателей их физико-механических свойств после прогрева битума в слое 4 мм в течение 5 ч при температуре 163 °С в соответствии с ГОСТ 18180-72.

В число этих показателей входят: изменение массы (%), остаточная пенетрация при 25 °С (%), изменения абсолютных значений температуры хрупкости и величины индекса пенетрации (табл. 1).

Таблица 1

##### Рекомендуемые допустимые пределы изменения показателей свойств битумов при старении

№ пп	Показатель физико-механических свойств битумов после прогрева при 163 °С в слое 4 мм в течение 5 ч	Допустимые пределы изменения показателей свойств битумов									
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
1.	Изменение массы, %, не более	0,5	0,5	0,8	0,8	0,8	0,8	1,0	1,0		
2.	Остаточная пенетрация при 25 °С, %, не менее	50	50	46	43	43	43	37	35		
3.	Изменение температуры хрупкости, °С, не более	4	3	3	3	3	3	3	3		
4.	Изменение индекса пенетрации, не более	0,3	0,7	0,7	0,7	0,7	0,6	1,0	1,5		

Рекомендуется считать битум в достаточной степени устойчивым к старению, если изменение показателей его свойств будет находиться в пределах, представленных в табл. 1.

Определение таких показателей свойств битумов после прогрева, как глубина проникания иглы при 0 °С и растяжимости при 25 °С и 0 °С считаем нецелесообразным. Для битумов показатель растяжимости при 25 °С часто бывает более 100 см, а при 0 °С наступает хрупкий разрыв (образец раскалывается при приложении минимального растягивающего усилия). Изменение показателя глубины проникания иглы при 0 °С после прогрева битума дает хорошую информацию для оценки устойчивости битумов к старению, однако включение этого показателя существенно повысит трудоемкость проведения всего комплекса испытания, т.к. придется значительно увеличить число прогреваемых с битумом чашек Петри. При этом, поскольку не удастся разметить все чашки на одном уровне, пришлось бы либо проводить испытания в двух термостатах, либо удвоить время, затрачиваемое на получение результата.

## 5. РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВЯЗКОСТИ БИТУМОВ

Сущность рекомендаций по определению условной вязкости битумов заключается в измерении времени, в течение которого определенное количество органического вязущего протекает через калиброванное отверстие цилиндра аппарата при заданной температуре.

5.1. Для проведения испытаний рекомендуется использовать следующие аппаратуру и реактивы.

Аппарат для определения условной вязкости органических вязущих материалов ВУЛ-200 (рис. 1).

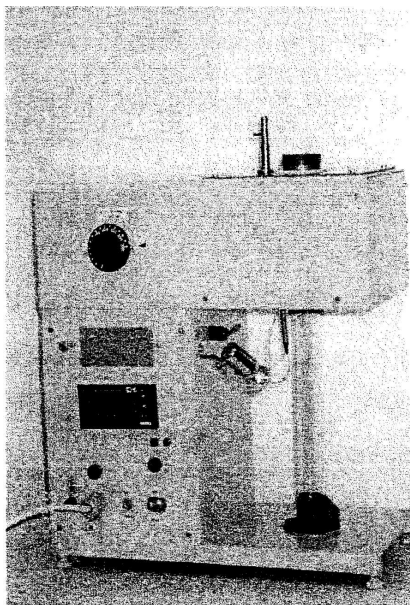


Рис. 1. Вискозиметр ВУЛ-200

Щитовой измеритель температуры ИТ-2511 (ТУ 4211-002-34913634-99).

Секундомер.

Сито с металлической сеткой N 07 по ГОСТ 6613-86.

Бензин или другой растворитель.

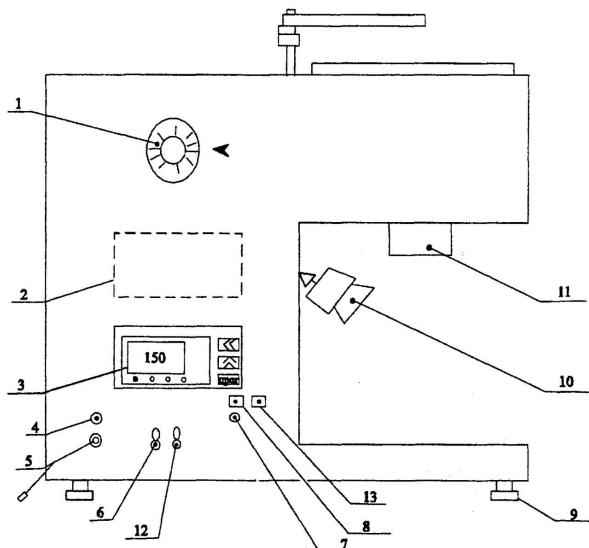
5.2. Перед испытанием рекомендуется подготовить прибор ВУЛ-200 к работе следующим образом.

5.2.1. Внутреннюю поверхность цилиндра аппарата, а также затвора тщательно промывают бензином или другим растворителем и просушивают. Цилиндр вставляют в прибор.

Сточное отверстие рабочего цилиндра закрывают затвором и подставляют под него мерный цилиндр.

Для контроля температуры на дно цилиндра опускают шуп измерителя температуры.

5.2.2. Аппарат ВУЛ-200 подсоединяют к электросети и включают с помощью тумблера "Сеть. Вкл.-Откл.", расположенного на передней панели прибора. Светится лампа "Защита". Ручку регулятора защиты от перегрева устанавливают в положении (200 - 300) °С напротив красного треугольника (рис. 2). При этом на дисплее измерителя-регулятора высвечивается показатель "4.10", который через 1 с автоматически меняется на значение температуры внутренней стенки прибора, с которой соприкасается рабочий цилиндр.



1 - ручка регулировки защиты от перегрева; 2 - место установки электронного секундомера; 3 - терморегулятор; 4 - предохранитель 5А; 5 - кабель питания; 6 - тумблер включения подсветки; 7 - кнопка включения нагрева; 8 - лампа индикации режима ("Нагрев"); 9 - ножки, регулируемые по высоте; 10 - лампа подсветки цилиндра; 11 - упор для мерного цилиндра; 12 - тумблер "Сеть"; 13 - лампа индикации режима "Защита"

Рис. 2. Вискозиметр ВУЛ-200 (экспериментальный образец)

5.2.3. Для того, чтобы задать требуемую для испытания температуру прибора, необходимо выполнить следующие операции.

5.2.3.1. Один раз нажать кнопку N 1 (прог) (рис. 3).

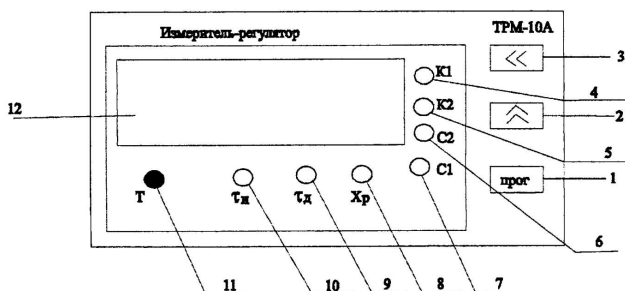



Рис. 3. Схема панели терморегулятора:

1 - кнопка "ПРОГ" - для перехода в режим индикации температуры стабилизации ( $T_{стаб}$ ) и записи нового значения  $T_{стаб}$  в память терморегулятора, а также для просмотра значений параметров настройки регулятора;

2 - кнопка  - для изменения значения одного из разрядов ( $0 \rightarrow 1 \rightarrow 2 \rightarrow 3 \dots 9 \rightarrow 0 \rightarrow 1$  и т.д.);

3 - кнопка  - для перехода к следующему разряду температуры стабилизации;

4 - свечение светодиода "K1" свидетельствует о выдаче терморегулятором управляющего сигнала на включение ТЭНа (термоэлектронагревателя);

5 - свечение светодиода "K2" свидетельствует о нормальном состоянии электронной защиты от перегрева, т.е. текущая температура меньше значения температуры защиты от перегрева;

6 - при свечении светодиода "C2" на дисплее индуцируется температура срабатывания электронной защиты от перегрева;

7 - при свечении светодиода "C1" на дисплее индуцируется значение температуры, при которой электронная защита разрешит повторное включение ТЭНа;

8 - при свечении светодиода " $T_i$ " на дисплее индуцируется параметр коэффициента интегрирования ПИД-регулятора;

9 - при свечении светодиода " $T_d$ " на дисплее индуцируется коэффициент дифференцирования ПИД-регулятора;

10 - при свечении светодиода "Xp" на дисплее индуцируется полоса пропорциональности ПИД-регулятора;

11 - при свечении светодиода "Т" на дисплее индуцируется заданная температура стабилизации;

12 - дисплей

Примечание. Значения  $\tau_{11}$ ,  $\tau_{12}$ , Хр, С1 и С2 устанавливаются изготовителем прибора-вискозиметра.

При этом загорается лампочка Т в левом нижнем углу панели, а на дисплее высвечивается заданная ранее температура с точностью до 0,1 °С. Последняя цифра, соответствующая десятым долям температуры, мерцает.

5.2.3.2. Начать установление требуемой для испытания температуры с мерцающей цифры. Для этого необходимо нажать кнопку N 2 (↖) столько раз, сколько нужно для появления требуемой цифры. При последовательном нажатии кнопки N 2 (↖) появляются цифры от 0 до 9 по кругу (8-9-0-1-2-...-9-0).

При необходимости изменить установленную цифру достаточно продолжить нажатие кнопки N 2 (↖).

5.2.3.3. Для установления следующего разряда цифр (единиц, десятков и сотен °С) требуемой температуры необходимо нажать кнопку N 3 (↗).

После этого начинает мерцать соответствующая цифра. Для установления требуемого значения следует нажать кнопку N 2 (↖) необходимое количество раз.

Аналогичным образом следует поступать при установлении единиц, десятков и сотен градусов.

5.2.4. По окончании набора требуемой температуры необходимо в обязательном порядке нажать кнопку N 1 (прог) для ввода ее значения в память терморегулятора прибора.

5.2.5. Переход в режим измерения текущей температуры возможен двумя путями.

5.2.5.1. Не нажимать никакие кнопки - через 20 с на дисплее появится показатель "4.10", а через 1 с высветится значение текущей температуры.

5.2.5.2. Для ускорения перехода в режим измерения текущей температуры нужно несколько раз нажать кнопку N 1 до появления на дисплее показателя "4.10", тогда через 1 с высветится значение текущей температуры.

5.2.6. Для проверки значения заданной температуры прибора необходимо выполнить действие по п. 5.2.5.2 и, не дожидаясь появления на дисплее значения текущей температуры, еще раз нажать кнопку N 1. При этом на дисплее высвечивается заданная ранее температура внутренней стенки прибора, с которой соприкасается рабочий цилиндр (см. п.п. 5.2.3.2 и 5.2.3.3).

Для установления принятой для определения вязкости вязущего температуры на приборе с твердотельным нагревающим устройством в рабочем стакане (160 +/- 0,5) °С необходимо задать температуру прибора (на дисплее прибора), равную 171 °С.

Нажать зеленую кнопку "Нагрев-Вкл." - загорится зеленая лампа "Нагрев", красная лампа "Защита" погаснет. Работу электромеханической защиты можно проверить при температуре выше 100 °С поворотом ручки регулятора защиты от перегрева (N 1, см. рис. 2) в сторону меньших значений. В том случае, если защита работает, то красная лампа "Защита" (N 13, см. рис. 2) загорится, а зеленая лампа "Нагрев" погаснет. Для продолжения работы надо снова нажать зеленую кнопку "Нагрев-Вкл."

Нагрев самого прибора (внутренней стенки) осуществляется за 20 - 25 мин, а дно рабочего стакана принимает требуемую температуру 160 °С не менее чем за 60 мин. Температура дна рабочего стакана измеряется щупом прибора ИТ-2511.

5.3. Подготовку и проведение работ по определению условной вязкости вязущего рекомендуется выполнять следующим образом.

5.3.1. Перед испытанием пробу вязущего, нагретого до 160 °С, процеживают через сито и тщательно перемешивают до полного удаления пузырьков воздуха.

5.3.2. Перед испытанием полимерно-битумных или других комплексных органических вязущих материалов, герметиков, гидроизоляций, кровельных материалов необходимо разогреть образец до температуры на 10 °С, превышающей температуру их приготовления, и тщательно перемешать до однородного состояния. Однородность следует оценивать в соответствии с методом, изложенным в ГОСТ Р 52056-2003. После этого вязущее процеживают через сито и перемешивают до полного удаления пузырьков воздуха.

Органическое вязущее, нагретое до температуры испытания, заливают в рабочий цилиндр аппарата при закрытом затворе до уровня отметки на затворе.

Органическое вязущее, залитое в цилиндр аппарата, хорошо перемешивают щупом измерителя температуры.

При достижении температуры испытания с погрешностью не более 0,5 °С быстро поднимают затвор.

В момент, когда уровень вязущего достигнет в измерительном цилиндре метки 25 см<sup>3</sup>, включают секундомер. Когда уровень продукта достигнет метки 75 см<sup>3</sup>, секундомер останавливают и вычисляют время испытания. Для удобства очистки мерного цилиндра после работы допускается перед определением споласкивать его мыльным раствором, легким минеральным маслом или смесью талька с глицерином. При этом уровень меток истечения 25 см<sup>3</sup> и последующих 50 см<sup>3</sup> смещается на соответствующую величину.

5.3.3. За условную вязкость, выраженную в секундах, принимают время истечения 50 см<sup>3</sup> органического вязущего.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух определений, округленное до целого числа.

5.3.4. Точность определения.

5.3.4.1. Сходимость.

Два результата определения, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

Предел вязкости, с	Сходимость, с	Воспроизводимость, с
До 20 включительно	2	7
Свыше 20 до 40 включительно	3	40% от среднего арифметического результата
Свыше 40 включительно	10% от среднего арифметического результата	То же

5.3.4.2. Воспроизводимость.

Два результата испытания, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значений, указанных в табл. 2.