

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Дороги автомобильные общего пользования МАТЕРИАЛЫ ВЯЖУЩИЕ НЕФТЯНЫЕ БИТУМНЫЕ

Метод определения свойств с использованием динамического сдвигового реометра (DSR) Automobile roads of general use. Petroleum-based bitumen binders. Method for determination of the properties using a dynamic shear rheometer (DSR)

ОКС 93.080.20

Дата введения 2019-07-01

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Автономной некоммерческой организацией "Научно-исследовательский институт транспортно-строительного комплекса" (АНО "НИИ ТСК")

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 418 "Дорожное хозяйство"

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 21 июня 2019 г. N 324-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5 ДЕЙСТВУЕТ ВЗАМЕН ПНСТ 87-2016

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. N 162-ФЗ "О стандартизации в Российской Федерации". Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе "Национальные стандарты", а официальный текст изменений и поправок - в ежемесячном информационном указателе "Национальные стандарты". В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя "Национальные стандарты". Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования - на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на нефтяные битумные вяжущие материалы (далее - битумные вяжущие), предназначенные в качестве вяжущего материала при строительстве, ремонте и реконструкции дорожных покрытий и оснований и устанавливает метод определения комплексного модуля сдвига и фазового угла, характеризующих вязкостно-упругие свойства битумных вяжущих, при помощи динамического сдвигового реометра (DSR).

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.1.044 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения

ГОСТ 12.4.131 Халаты женские. Технические условия

ГОСТ 12.4.132 Халаты мужские. Технические условия

ГОСТ 12.4.252 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты рук. Перчатки. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 3134 Уайт-спирит. Технические условия

ГОСТ 33140 Дороги автомобильные общего пользования. Битумы нефтяные дорожные вязкие. Метод определения старения под воздействием высокой температуры и воздуха (метод RTFOT)

ГОСТ Р 58400.5 Дороги автомобильные общего пользования. Материалы вяжущие нефтяные битумные. Метод старения под действием давления и температуры (PAV)

Примечание - При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования - на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю "Национальные стандарты", который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам информационного указателя "Национальные стандарты" за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения национального стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1

битумное вяжущее (bitumen binder): Органический вяжущий материал, производимый из продуктов переработки нефти с добавлением при необходимости органических модифицирующих добавок.

[ГОСТ Р 58400.1-2019, пункт 3.1]

3.2 напряжение сдвига T , Па (shear stress T , Pa): Величина, определяемая отношением силы, производящей сдвигающее действие, к площади воздействия.

3.3 заданное напряжение сдвига (applied shear stress): Абсолютное значение максимального напряжения сдвига при испытании в течение цикла.

3.4 комплексный модуль сдвига G^* , Па (complex shear modulus G^* Pa): Величина, определяемая

отношением максимального абсолютного напряжения сдвига T к максимальной абсолютной деформации сдвига γ .

3.5 фазовый угол δ , рад (phase angle δ , rad): Угол, определяющий сдвиг фаз между деформацией и напряжением сдвига.

3.6 деформация сдвига γ , рад (shear strain γ , rad): Отношение произведения максимального угла поворота плиты и радиуса плиты к величине зазора между поверхностями плит.

3.7 заданная деформация (applied shear strain): Абсолютное значение максимальной деформации сдвига при испытании в течение цикла.

3.8 коррекционный температурный датчик (reference thermometer): Температурный датчик определения температуры образца, применяемый для определения величины температурной коррекции.

3.9 величина температурной коррекции (temperature correction): Разница между значениями температуры в области испытаний, которую определяет DSR, и температурой образца, которую определяет коррекционный температурный датчик.

3.10 цикл (loading cycle): Временной интервал испытания, равный периоду T осцилляционной сдвиговой деформации образца ($T = 2\pi/\omega$).

3.11 модуль потерь G'' , Па (loss shear modulus G'' , Pa): Величина, равная произведению комплексного модуля сдвига и синуса фазового угла.

3.12 модуль упругости G' , Па (storage shear modulus G' , Pa): Величина, равная произведению комплексного модуля сдвига и косинуса фазового угла.

3.13 испытательная система (testing system): Техническое устройство, состоящее из двух горизонтальных, параллельных, соосно расположенных поверхностей плит, между которыми помещается образец битумного вяжущего и к которым прикладывается вращательная нагрузка.

3.14 осцилляционная сдвиговая деформация (oscillatory shear load): Сдвиговая синусоидальная деформация образца во времени $\gamma(t)$ при угловой частоте ω под действием напряжения сдвига в соответствии с математической моделью $\gamma(t) = \gamma_{\max} \cdot \sin(\omega \cdot t)$.

3.15 линейность вязко-упругих свойств (linear viscoelastic properties): Поведение образца, при котором комплексный модуль сдвига не зависит от сдвигового напряжения или деформации.

Примечание - Если комплексный модуль сдвига изменяется менее чем на 15% при изменении величины деформации от 2% до 12%, то битумное вяжущее признается обладающим линейными вязко-упругими свойствами.

3.16 температурное равновесие (thermal equilibrium): Состояние, при котором температура битумного вяжущего, расположенного между плитами, остается постоянной в течение требуемого периода времени.

3.17 стерическое затвердевание (steric hardening): Процесс ассоциации молекул битумного вяжущего во время хранения при комнатной температуре.

Примечание - Стерическое затвердевание может увеличить комплексный модуль сдвига битумных вяжущих. Величина стерического затвердевания может быть значительной даже после нескольких часов хранения.

3.18 отжиг (доведение до подвижного состояния) (annealing): Нагревание битумного вяжущего после стерического затвердевания, до тех пор, пока оно не станет достаточно жидким.

Примечание - Динамическая вязкость битумного вяжущего в подвижном состоянии обычно не превышает 20

Па·с.

4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам и реактивам

При выполнении испытаний применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

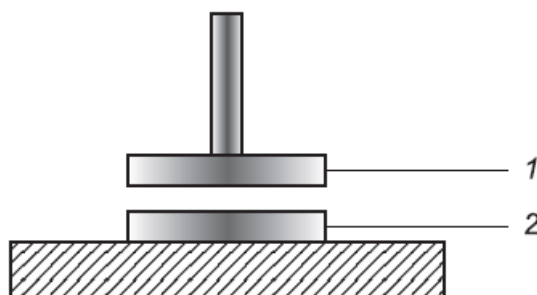
4.1 Реометр динамического сдвига (DSR)

Реометр динамического сдвига (DSR) состоит из следующих элементов:

1) система испытательная (см. рисунок 1), состоящая из плит в виде двух дисков одинакового диаметра из нержавеющей стали или алюминия, высотой не менее 1,5 мм.

Для испытаний образцов несостаренных (оригинальных) и состаренных битумных вяжущих в соответствии с ГОСТ 33140 применяют плиты диаметром $(25,00 \pm 0,05)$ мм.

Для испытаний образцов, состаренных по ГОСТ Р 58400.5, применяют плиты диаметрами $(8,00 \pm 0,02)$ и $(4,00 \pm 0,01)$ мм;



1 - верхний диск (подвижный); 2 - нижний диск (неподвижный)

Рисунок 1 - Схема испытательной системы

2) устройство, способное воспроизводить и поддерживать необходимую температуру в области испытаний в диапазоне от 3°C до 88°C (предельно допустимая погрешность воспроизведения и поддержания температуры 0,1°C).

Примечание - В случае необходимости проведения испытаний при температурах, не входящих в данный диапазон, устройство должно обеспечивать поддержание и измерение температуры с погрешностью не более 0,1°C;

3) устройство деформации для воспроизведения осцилляционной сдвиговой деформации образца с угловой частотой $(10,0 \pm 0,1)$ рад/с. В случае необходимости испытаний в диапазоне частот устройство нагружения должно обеспечивать необходимые угловые частоты $(\omega \pm 1\%)$ рад/с;

4) система сбора и регистрации данных, обеспечивающая измерение:

- комплексного модуля сдвига G^* в диапазоне от 100 Па до 10 МПа с относительной погрешностью не более $\pm 1\%$;

- фазового угла δ в диапазоне от 0° до 90° с абсолютной погрешностью не более 0,1°;

- температуры испытаний с абсолютной погрешностью измерений не более 0,1°C;

- угловой частоты с относительной погрешностью измерений не более 1%;
- угла отклонения с абсолютной погрешностью измерений не более 100 мкрад;
- вращающего момента с абсолютной погрешностью измерений не более 10 мН·м.

В случае необходимости выполнения испытаний с контролем нормальных усилий реометр динамического сдвига (DSR) должен позволять определять и поддерживать нормальные усилия в необходимом диапазоне с погрешностью не более 0,2 Н.

Допускается подтверждение метрологических характеристик устройства нагружения и системы сбора и регистрации данных реометра динамического сдвига (DSR) с применением стандартных образцов вязкости. Расхождение значений динамической или комплексной вязкости, полученных на реометре динамического сдвига (DSR), и аттестованных значений стандартного образца вязкости не должно превышать 3%. Оценку проводят с использованием не менее двух различных стандартных образцов вязкости. Испытания каждого образца проводят не менее чем при двух температурах испытаний.

Оценку метрологических характеристик следует проводить не реже, чем один раз в год.

4.2 Шпатель для обрезки образца.

4.3 Растворители* уайт-спирит для очистки элементов испытательной системы по ГОСТ 3134.

* Текст документа соответствует оригиналу. - Примечание изготовителя базы данных.

Примечание - Допускается использовать другой растворитель, обеспечивающий удаление остатков битумного вяжущего с элементов испытательной системы.

4.4 Шкаф сушильный, способный обеспечивать поддержание необходимой температуры с погрешностью не более 5°С.

4.5 Формы из силикона для подготовки образцов битумного вяжущего, выполненные в форме цилиндра, высотой (6±1) мм и внешним диаметром не менее 35 мм. В форме должно быть предусмотрено цилиндрическое углубление диаметром (18,0±0,5) мм и глубиной (2,0±0,1) мм - для испытательной системы диаметром 25 мм; (8,0±0,5) мм и глубиной (2,5±0,1) мм - для испытательной системы диаметром 8 мм.

Примечание - Допускается использование форм с размерами, отличными от указанных выше.

5 Метод измерений

Сущность метода заключается в оценке сдвиговой устойчивости битумного вяжущего путем осцилляционной сдвиговой деформации образца и определения значений комплексного модуля сдвига и фазового угла.

6 Требования безопасности и охраны окружающей среды

Битумные вяжущие согласно ГОСТ 12.1.007 относятся к 4-му классу опасности и являются малоопасными веществами по степени воздействия на организм человека.

При работе с битумными вяжущими используют специальную защитную одежду по ГОСТ 12.4.131 или ГОСТ 12.4.132. Для защиты рук используют перчатки по ГОСТ 12.4.252.

При выполнении измерений соблюдают правила по электробезопасности по ГОСТ 12.1.019 и инструкции по

эксплуатации оборудования.

Битумы согласно ГОСТ 12.1.044 относятся к трудногорючим жидкостям. Работы с применением битумов следует проводить с соблюдением требований пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004.

Испытанный материал утилизируют в соответствии с рекомендациями из паспорта безопасности химической продукции.

7 Требования к условиям измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия для помещений, в которых испытывают образцы:

- температура $(23\pm 3)^\circ\text{C}$;
- относительная влажность $(55\pm 20)\%$.

8 Подготовка к выполнению измерений

8.1 При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

- подготовка к испытаниям;
- подготовка образцов.

8.2 Подготовка к испытаниям

Настраивают и подготавливают прибор для проведения испытаний в соответствии с инструкцией и рекомендациями изготовителя.

Следует осмотреть поверхности плит испытательной системы и убедиться в отсутствии остатков битумного вяжущего. При наличии загрязнения необходимо очистить поверхность растворителем, затем протереть мягкой тканью.

Устанавливают нулевой зазор, если это предписано инструкцией по эксплуатации реометра динамического сдвига.

8.3 Подготовка образцов

Образец битумного вяжущего необходимо довести до подвижного состояния (отжиг), сначала нагревая в сушильном шкафу при температуре не выше 163°C , затем, не допуская локальных перегревов, довести температуру битума при постоянном перемешивании до температуры, при которой динамическая вязкость битумного вяжущего составляет $(0,28\pm 0,03)$ Па·с. Время нагревания битумного вяжущего при указанных условиях не должно превышать 50 мин.

Примечание - Если температура, при которой динамическая вязкость битумного вяжущего составляет $(0,28\pm 0,03)$ Па·с, выше чем 163°C , допускается разогрев в сушильном шкафу при температуре до 175°C . Для состаренных битумных вяжущих температуру нагрева допускается принимать равной температуре нагрева несостаренного битумного вяжущего. Для битумного вяжущего, состаренного по ГОСТ Р 58400.5, допускается разогрев в вакуумной печи при температуре до 175°C . Чтобы разогреть за заявленное время образец объемом более 1 л, его рекомендуется сначала разделить на образцы объемом менее 1 л, например с помощью разогретого ножа.

Битумное вяжущее заливают в соответствующую форму из силикона в количестве, достаточном для того, чтобы перед установкой испытательного зазора и формированием выпуклости надлежащей формы

потребовалась обрезка битумного вяжущего.

Дожидаются, пока форма с битумным вяжущим остынет при комнатной температуре. Испытание необходимо начать не позднее, чем через 2 ч после заливки битумного вяжущего в форму. Во избежание загрязнения материала на время остывания форму с образцом допускается накрывать.

Температуру плит при использовании испытательной системы с диаметром плит 25 мм доводят до начальной температуры испытаний, а при использовании испытательной системы с диаметром плит 8 мм - до температуры $(40 \pm 6)^\circ\text{C}$.

Битумное вяжущее помещают на верхнюю или нижнюю плиту. Для укладки битумного вяжущего на нижнюю плиту его необходимо извлечь из формы и поместить в центр плиты. Для укладки битумного вяжущего на верхнюю плиту его необходимо прижать к ней, не извлекая из формы, затем убрать форму, выдавив из нее битумное вяжущее, оставив его прилипшим к верхней плите.

Примечание - Допускаются другие способы укладки битумного вяжущего, в том числе непосредственная заливка битумного вяжущего на плиту, при использовании силиконовой формы допускается охлаждение заполненной формы в течение не более 10 мин для облегчения извлечения битумного вяжущего из формы.

Для испытательной системы с диаметром плит 25 мм выбирают испытательный зазор, равный $(1,00 \pm 0,01)$ мм, для испытательной системы с диаметром плит 8 мм выбирают испытательный зазор, равный $(2,00 \pm 0,02)$ мм.

Сразу после укладки образца на одну из плит вышеописанными способами устанавливают зазор между плитами примерно на 5% более выбранного испытательного зазора.

Обрезают кромки образца слегка разогретым шпателем так, чтобы образец не выступал за наружный диаметр плит.

Сразу после обрезки образца уменьшают зазор до величины испытательного зазора.

Необходимо визуально убедиться, что на обрезанной поверхности образца образовалась небольшая выпуклость, радиусом 25% величины испытательного зазора между плитами. Пример выпуклости надлежащей формы представлен на рисунках 2 и 3.



Рисунок 2 - Пример выпуклости надлежащей формы

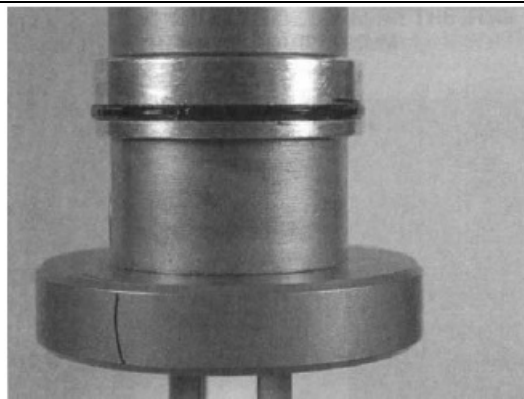


Рисунок 3 - Пример выпуклости надлежащей формы

9 Порядок выполнения измерений

9.1 Подготавливают оборудование и образец в соответствии с разделом 8.

9.2 Устанавливают температуру испытания с учетом температурной коррекции с точностью до $0,1^{\circ}\text{C}$.

Выдерживают образец при температуре испытания в течение $(10,0 \pm 0,1)$ мин для установления температурного равновесия.

Допускается проведение испытаний с контролируемой заданной деформацией сдвига образца или с контролируемым заданным напряжением.

При испытаниях с контролируемой заданной деформацией сдвига выбирают значения в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Битумное вяжущее	Рекомендованная заданная деформация сдвига, %	Допустимая заданная деформация, %
Несостаренное битумное вяжущее	12	От 9 до 15
Состаренное битумное вяжущее по методу RTFOT	10	От 8 до 12
Состаренное битумное вяжущее по методу PAV	1	От 0,8 до 1,2

При испытаниях с контролируемым заданным напряжением сдвига выбирают значения в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2

Битумное вяжущее	Рекомендованное заданное напряжение сдвига, кПа	Допустимое заданное напряжение, кПа
Несостаренное битумное вяжущее	0,12	От 0,09 до 0,15
Состаренное битумное вяжущее по методу RTFOT	0,22	От 0,18 до 0,26

Состаренное битумное вяжущее по методу PAV	50,0	От 40,0 до 60,0
--	------	-----------------

Испытания проводят при угловой частоте $(10,0 \pm 0,1)$ рад/с.

Проводят осцилляционную сдвиговую деформацию образца в течение 10 циклов без регистрации данных. Затем проводят осцилляционную сдвиговую деформацию образца в течение 10 циклов с регистрацией данных. При этом система сбора и регистрации данных автоматически фиксирует значения вращающего момента, углового отклонения и температуру испытания в каждый момент времени, а также автоматически проводит расчет фазового угла δ и комплексного модуля сдвига G^* за каждый цикл.

9.3 При необходимости проведения испытания на нескольких температурах допускается использование одного образца. Выполняют действия в соответствии с 9.2, выбирая следующую необходимую температуру испытаний.

10 Обработка результатов испытаний

При обработке результатов испытаний используются полученные системой автоматического сбора и регистрации данных комплексные модули сдвига G^* и фазовые углы δ .

Примечание - При расчете комплексного модуля сдвига G^* , Па, системой автоматического сбора и регистрации данных применяют следующую формулу:

$$G^* = \left(\frac{2h}{\pi \cdot r^4} \right) \cdot \left(\frac{\tau_B}{\theta} \right), \quad (1)$$

где τ_B - максимальный вращающий момент, Н·м;

θ - максимальное угловое смещение, рад;

h - толщина испытуемого образца, м;

r - радиус плиты, м.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значений комплексного модуля сдвига G^* и среднеарифметическое значений фазового угла δ , вычисленных в каждом из 10 циклов.

Сходимость двух результатов испытаний, полученных на образцах одной пробы битумного вяжущего одним исполнителем в одной лаборатории, обеспечивается при условии, что расхождение параметров от среднего значения Δ , %, вычисленное по формуле (2), не превышает значений, представленных в таблице 3.

$$\Delta = \frac{X_1 - X_2}{X_1 + X_2} \cdot 100, \quad (2)$$

где X_1 и X_2 - результаты испытаний.

Таблица 3

Битумное вяжущее	Обозначение параметра, кПа	Расхождение результатов от среднего значения Δ , %
Исходное битумное вяжущее	$G^* / \sin \delta$	3,2

Битумное вяжущее, состаренное по методу RTFOT	$G^*/\sin \delta$	4,5
Битумное вяжущее, состаренное по методу PAV	$G^* \cdot \sin \delta$	6,9

Воспроизводимость двух результатов испытаний, полученных на образцах одной пробы битумного вяжущего разными исполнителями в разных лабораториях, обеспечивается при условии, что расхождение параметров от среднего значения, рассчитанное по формуле (2), не превышает значений, представленных в таблице 4.

Таблица 4

Битумное вяжущее	Обозначение параметра, кПа	Расхождение результатов от среднего значения Δ , %
Исходное битумное вяжущее	$G^*/\sin \delta$	8,5
Битумное вяжущее, состаренное по методу RTFOT	$G^*/\sin \delta$	11,1
Битумное вяжущее, состаренное по методу PAV	$G^* \cdot \sin \delta$	20,1

11 Оформление результатов испытаний

Результаты испытаний оформляют в виде протокола, который должен содержать следующее:

- идентификация испытуемого образца;
- дата проведения испытания;
- наименование организации, проводившей испытание;
- обозначение настоящего стандарта и отклонения от его требований;
- ссылка на тип испытательного оборудования;
- ссылка на акт отбора проб;
- значение комплексного модуля сдвига G^* с точностью 0,01 кПа;
- значение фазового угла δ , град;
- угловая частота, рад/с;
- температура испытания, °С;
- $G^*/\sin \delta$ с точностью 0,01 кПа или $G^* \cdot \sin \delta$ с точностью до 1 кПа.

12 Контроль точности результатов испытаний

Точность результатов испытаний обеспечивается:

- соблюдением требований настоящего стандарта;
- проведением периодической оценки метрологических характеристик средств измерений;

- проведением периодической аттестации оборудования.

Лицо, проводящее измерения, должно быть ознакомлено с требованиями настоящего стандарта.

Приложение А
(обязательное)
Температурная коррекция

А.1 Необходимо проводить температурную коррекцию не реже чем один раз в полгода.

Температурную коррекцию необходимо проводить с помощью коррекционного температурного датчика, позволяющего определять температуру с абсолютной погрешностью не более 0,05°С. Значения температурной коррекции необходимо определять с шагом в 6°С на всем диапазоне испытательных температур. При проведении испытаний температуру испытания необходимо устанавливать с учетом значения температурной коррекции, полученной для ближайшего температурного значения.

УДК 625.7/.8:006.3/.8:006.354

ОКС 93.080.20

Ключевые слова: битумное вяжущее, динамический сдвиговой реометр, комплексный модуль сдвига, фазовый угол

Электронный текст документа
подготовлен АО "Кодекс" и сверен по:
официальное издание
М.: Стандартинформ, 2019