
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЙ
НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ

ПНСТ
89—
2016

Дороги автомобильные общего пользования

**МАТЕРИАЛЫ ВЯЖУЩИЕ НЕФТЯНЫЕ
БИТУМНЫЕ**

**Метод определения низкотемпературных свойств
с использованием динамического сдвигового
реометра (DSR)**

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2016

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью «Инновационный технический центр» (ООО «ИТЦ»)

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 10 марта 2016 г. № 11-пнст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта и проведения его мониторинга установлены в ГОСТ Р 1.16—2011 (разделы 5 и 6).

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии собирает сведения о практическом применении настоящего стандарта. Данные сведения, а также замечания и предложения по содержанию стандарта можно направить не позднее чем за девять месяцев до истечения срока его действия, разработчику настоящего стандарта по адресу: tk418@bk.ru и в Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии по адресу: Ленинский просп., д. 9, Москва В-49, ГСП-1, 119991.

В случае отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты» и журнале «Вестник технического регулирования». Уведомление будет размещено также на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартиформ, 2016

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1	Область применения	1
2	Нормативные ссылки	1
3	Термины и определения	2
4	Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам и реактивам	2
5	Метод измерений	3
6	Требования безопасности и охраны окружающей среды	3
7	Требования к условиям измерений	3
8	Подготовка к выполнению измерений	3
9	Порядок выполнения измерения	4
10	Обработка результатов испытаний	5
11	Оформление результата испытания	5
12	Контроль точности результата испытания	6

Введение

Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений стандарта AASHTO T XXX-12 «Метод определения низкотемпературных реологических свойств битумных вяжущих с использованием динамического сдвигового реометра (DSR)» [AASHTO T XXX-12 «Standard Method of Test for Determining the Low Temperature Rheological Properties of Asphalt Binder Using a Dynamic Shear Rheometer (DSR)»] и входит в комплекс стандартов, нормирующих метод объемного проектирования асфальтобетонных смесей в Российской Федерации.

ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ**Дороги автомобильные общего пользования
МАТЕРИАЛЫ ВЯЖУЩИЕ НЕФТЯНЫЕ БИТУМНЫЕ****Метод определения низкотемпературных свойств с использованием динамического сдвигового реометра (DSR)**

Automobile roads of general use. Petroleum-based bitumen binders. Method of determining the low temperature properties using dynamic shear rheometer (DSR)

Срок действия — с 2016—06—01
по 2019—06—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на нефтяные битумные вяжущие материалы (далее — битумные вяжущие), применяемые в качестве вяжущего материала при строительстве, ремонте и реконструкции дорожных покрытий и оснований, и устанавливает метод определения низкотемпературных свойств битумного вяжущего с использованием динамического сдвигового реометра (DSR). Методика применима к битумным вяжущим с размером дискретных частиц не более 250 мкм.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.044—89 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения

ГОСТ 12.4.131—83 Халаты женские. Технические условия

ГОСТ 12.4.132—83 Халаты мужские. Технические условия

ГОСТ 12.4.252—2013 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты рук. Перчатки. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 3134—78 Уайт-спирит. Технические условия

ГОСТ 33140—2014 Дороги автомобильные общего пользования. Битумы нефтяные дорожные вяжущие. Метод определения старения под воздействием высокой температуры и воздуха (метод RTFOT)

ГОСТ Р 12.1.019—2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ПНСТ 82—2016 Дороги автомобильные общего пользования. Материалы вяжущие нефтяные битумные. Технические требования с учетом уровней эксплуатационных транспортных нагрузок

ПНСТ 84—2016 Дороги автомобильные общего пользования. Материалы вяжущие нефтяные битумные. Метод старения под действием давления и температуры (PAV)

ПНСТ 85—2016 Дороги автомобильные общего пользования. Материалы вяжущие нефтяные битумные. Технические требования с учетом температурного диапазона эксплуатации

ПНСТ 86—2016 Дороги автомобильные общего пользования. Материалы вяжущие нефтяные битумные. Порядок определения марки с учетом температурного диапазона эксплуатации

ПНСТ 87—2016 Дороги автомобильные общего пользования. Материалы вяжущие нефтяные битумные. Метод определения свойств с использованием динамического сдвигового реометра (DSR)

П р и м е ч а н и е — 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 термины по ПНСТ 87, а также 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.

3.2 **параметр m** (m -value): Абсолютное значение коэффициента наклона кривой зависимости десятичного логарифма жесткости битумного вяжущего от десятичного логарифма времени.

3.3 **параметр m_r** (m_r -value): Коэффициент наклона кривой зависимости десятичного логарифма модуля упругости битумного вяжущего G' от десятичного логарифма времени воздействия.

3.4 **жесткость битумного вяжущего $S(t)$** (bitumen stiffness): Величина, характеризующая ползучесть битумного вяжущего при отрицательной температуре.

3.5 **ползучесть битумного вяжущего** (bitumen creep): Зависимая от времени деформация битумного вяжущего под действием внешней нагрузки.

3.6 **критическое значение** (critical value): Максимальное или минимальное значение величины или показателя, при котором выполняется установленное техническое требование к битумному вяжущему.

3.7 **расчетные температуры (максимальная и минимальная) слоя дорожного покрытия** (determined temperatures of pavement coat): Температуры слоя дорожного покрытия на заданных глубинах, рассчитанные по специализированным методикам с использованием значений температур воздуха.

П р и м е ч а н и е — Допускается определение расчетных температур слоя дорожного покрытия по методикам в соответствии с ПНСТ 86, а также использование специализированных программ и документов, позволяющих определять данные температуры.

3.8 **верхнее значение марки битумного вяжущего X** (high temperature grade of the bitumen binder): Значение марки битумного вяжущего, по значению равное расчетной максимальной температуре дорожного покрытия.

3.9 **нижнее значение марки битумного вяжущего Y** (low temperature grade of the bitumen binder): Значение марки битумного вяжущего, по значению равное расчетной минимальной температуре дорожного покрытия.

П р и м е ч а н и е — В обозначении использован знак «минус», если данное значение меньше нуля, и «плюс» в остальных случаях.

3.10 **функция модуля релаксации $G(t)$** (function of relaxation modulus): Зависимость модуля упругости битумного вяжущего G' от времени воздействия.

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

При выполнении испытаний применяют средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы по ПНСТ 87.

5 Метод измерений

Сущность метода заключается в оценке низкотемпературных свойств битумного вяжущего путем определения комплексного модуля сдвига и фазового угла в диапазоне частот и расчете значений жесткости и параметра m , используя полученные данные.

6 Требования безопасности и охраны окружающей среды

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

При работе с битумами 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 Р 12.1.019 и инструкции по эксплуатации оборудования.

Битумы согласно ГОСТ 12.1.044 относят к трудногорючим жидкостям. Работы с применением битумов должны производиться с соблюдением требований пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004.

Испытанный материал утилизируют в соответствии с рекомендациями завода-изготовителя, указанными в стандарте организации на материал.

7 Требования к условиям измерений

При выполнении измерений соблюдают условия для помещений, в которых испытывают образцы в соответствии с ПНСТ 87.

8 Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

- подготовка к испытаниям;
- подготовка образцов.

8.1 Подготовка к испытаниям

При подготовке к испытаниям необходимо:

- настроить и подготовить прибор для проведения испытаний в соответствии с инструкцией и рекомендациями изготовителя;
- осмотреть поверхности плит испытательной системы и убедиться в отсутствии остатков битумного вяжущего. При наличии загрязнения очистить поверхность растворителем, затем протереть мягкой тканью;
- установить нулевой зазор при температуре $(30 \pm 1)^\circ\text{C}$ в соответствии с рекомендациями производителя оборудования. Перед установкой нулевого зазора необходимо довести температуру плит до $(30 \pm 1)^\circ\text{C}$ и поддерживать данную температуру в течение (20 ± 5) мин.

8.2 Подготовка образцов

Испытания проводят на битумном вяжущем, подготовленном в соответствии с ПНСТ 84.

Образец битума необходимо прогреть в сушильном шкафу при температуре $(70 \pm 5)^\circ\text{C}$. Время прогрева образца массой от 10 до 50 г должно составлять (30 ± 5) мин; время прогрева образца массой от 1 до 10 г — (15 ± 2) мин.

П р и м е ч а н и е — Образцы массой менее 1 г необходимо разогревать в атмосфере аргона с целью предотвращения окисления образца.

Температуру плит испытательной системы необходимо довести до температуры $(60 \pm 5)^\circ\text{C}$.

П р и м е ч а н и е — Для достижения достаточной адгезии образца битумного вяжущего и плит измерительной системы рекомендуется нагреть плиты измерительной системы, зафиксированные на расстоянии (5 ± 1) мм друг от друга при температуре $(60 \pm 5)^\circ\text{C}$ в течение не менее 1 мин.

Битумное вяжущее необходимо поместить на нижнюю плиту испытательной системы в количестве, достаточном для того, чтобы перед установкой испытательного зазора и формирования выпуклости надлежащей формы потребовалась обрезка битумного вяжущего.

Испытательный зазор необходимо выбрать в соответствии с размером испытательной системы. Для испытательной системы диаметром 4 мм выбирают испытательный зазор, равный 1,75 мм. Для испытательной системы диаметром 8 мм выбирают испытательный зазор, равный 2 мм.

Сразу после укладки образца на нижнюю плиту измерительной системы устанавливают зазор между плитами на 0,120 мм больше испытательного зазора при испытании с использованием плит диаметром 4 мм и на 0,150 мм для плит диаметром 8 мм.

Обрезают кромки образца слегка разогретым шпателем таким образом, чтобы образец не выступал за наружный диаметр плит. Для проверки качества обрезки рекомендуется использовать увеличительные стекла, внешний источник света и зеркальце.

После обрезки образца необходимо выдержать его при температуре $(60 \pm 5)^\circ\text{C}$ в течение (5 ± 1) мин.

Далее необходимо понизить температуру образца до $(30 \pm 1)^\circ\text{C}$ и довести зазор до величины испытательного.

Необходимо визуально убедиться, что на обрезанной поверхности образца образовалась небольшая выпуклость.

Затем образец необходимо выдержать при температуре $(30 \pm 1)^\circ\text{C}$ в течение (20 ± 1) мин.

9 Порядок выполнения измерения

9.1 Испытание необходимо проводить, используя один образец при двух выбранных температурах.

Температуры испытания выбирают на 10°C и 20°C выше нижнего значения марки битумного вяжущего ($Y + 10$ и $Y + 20$). При испытаниях битумного вяжущего неизвестной марки температуры испытания выбирают на 10°C и 20°C выше предполагаемого нижнего значения марки битумного вяжущего или предполагаемого критического значения низкотемпературной устойчивости. Испытания необходимо проводить при данных выбранных температурах: сначала на более низкой, затем на более высокой.

Примечание — Рекомендованная заданная деформация — 0,1 %.

9.2 Испытания необходимо проводить с контролем нормальных усилий. Зазор в процессе охлаждения образца и при проведении испытания допускается изменять для того, чтобы не допускать возникновения нормальных усилий свыше 0,2 Н. Рекомендуется использовать приборы, обеспечивающие автоматическое выполнение контроля нормальных усилий при испытании.

Испытание необходимо проводить при заданной деформации образца, значение которой лежит в линейном диапазоне при температуре испытания.

Примечание — Рекомендованная заданная деформация — 0,1 %.

9.3 Образец необходимо охладить до температуры испытания и выдержать при данной температуре в течение (20 ± 1) мин.

Далее необходимо приложить знакопеременную синусоидальную вращательную нагрузку к испытательной системе при заданной деформации образца и значениях частот от 0,1 до 50 рад/с. Количество выбранных для измерений частот должно быть не менее 15. Рекомендованные частоты указаны в таблице 1.

Таблица 1

Частота, рад/с														
0,1 0	0,1 5	0,2 5	0,3 9	0,6 3	1,0 0	1,5 8	2,5 1	3,9 8	6,3 1	10,0 0	15,8 5	25,1 2	39,8 1	50,0 0

Время испытания при каждой частоте может быть задано автоматически самим прибором либо оператором, но должно быть не менее 5 с. При этом система сбора и регистрации данных автоматически фиксирует показания датчиков, измеряющих вращающий момент, угловое смещение и температуру в каждый момент времени. На основании этих данных система автоматически производит расчет фазового угла δ и комплексного модуля сдвига G при каждом значении частоты.

Далее необходимо провести испытание при температуре согласно 9.3.

10 Обработка результатов испытаний

Используя массив данных, полученный при испытаниях в соответствии с разделом 9, необходимо получить теоретическую кривую зависимости модуля упругости от частоты $G(\omega)$ вида, соответствующего формуле (1), используя температурно-временную суперпозицию, принимая за основную температуру $(Y + 10) \text{ }^\circ\text{C}$

$$G(\omega) = G_g \cdot \left(1 + \left(\frac{\omega_c}{\omega} \right)^b \right)^{\left(\frac{-k}{b} \right)}, \quad (1)$$

где ω — круговая частота, рад/с;
 ω_c , G_g , b , k — коэффициенты, при которых выполняется функция (1).

Также необходимо определить функцию модуля релаксации $G(t)$ вида, соответствующего формуле (2), и определить соответствующие коэффициенты A , B , C .

П р и м е ч а н и е — Для получения коэффициентов ω_c , G_g , b и k , при которых выполняется функция (1), а также коэффициентов A , B , C допускается использование необходимых программно-вычислительных ресурсов.

Параметр m_r и значение $G(t)$ определяют из функции модуля релаксации $G(t)$, используют его значение в момент времени 60 с. Далее используют корреляционные формулы (4) и (5) для определения параметра $m(60)$ и жесткости $S(60)$ для оценки низкотемпературной устойчивости битумного вяжущего по ПНСТ 85 и ПНСТ 82.

$$\log G(t) = A \cdot (\log t)^2 + B \cdot \log t + C, \quad (2)$$

где A , B , C — коэффициенты;

t — время воздействия, рассчитываемое по формуле (3)

$$t = \frac{2}{\pi \cdot \omega}, \quad (3)$$

где ω — частота, рад/с;

$$S(60) = 12,72 + 2,01 \cdot G(60), \quad (4)$$

$$m(60) = |-0,1 + 0,72 \cdot m_r(60)|. \quad (5)$$

П р и м е ч а н и е — Алгоритмы расчета, применяемые для обработки результатов, могут быть представлены исследовательскими центрами и содержать лицензионные платные программы и ресурсы. Пользование настоящим стандартом возможно только персоналом, успешно прошедшим подготовку по применению данного стандарта.

П р и м е ч а н и е — Расчет критического значения температуры (когда $S(60) = 300$ МПа и $m(60) = 0,3$) производят методом экстраполяции.

11 Оформление результата испытания

Результат испытания оформляют в виде протокола, который должен содержать:

- идентификацию испытуемого образца;
- дату проведения испытания;
- название организации, проводившей испытание;
- ссылку на настоящий стандарт и отклонения от его требований;
- ссылку на тип испытательного оборудования;
- ссылку на акт отбора проб;
- температуры проведения испытаний с точностью до $0,1 \text{ }^\circ\text{C}$;
- значения коэффициентов A , B , C для каждой температуры испытания с точностью до $0,001$;
- значения $m_r(60)$ и $m(60)$ с точностью до $0,001$ при температурах испытания;
- значения $G(60)$ с точностью до 1 МПа при температурах испытания;
- значения $S(60)$ с точностью до 1 МПа при температурах испытания;
- критическое значение температуры (когда $S(60) = 300$ МПа и $m(60) = 0,3$), округленное до десятых, $^\circ\text{C}$.

12 Контроль точности результата испытания

Точность результата испытания обеспечена:

- 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.

УДК 625.856:006.354

ОКС 93.080.20

ОКП 57 1841

Ключевые слова: битумное вяжущее, динамический сдвиговой реометр, жесткость, деформация, частота, ползучесть

Редактор *А.А. Баканова*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 12.04.2016. Подписано в печать 18.04.2016. Формат 60 × 84 $\frac{1}{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 33 экз. Зак. 1095.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru