



НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
ТРАНСПОРТНО-СТРОИТЕЛЬНОГО КОМПЛЕКСА



Современные подходы в оценке процессов старения битумных вяжущих



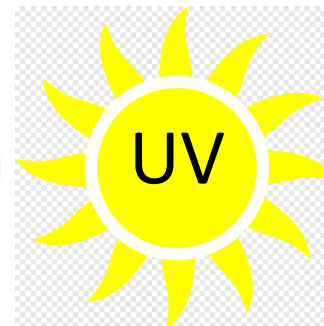
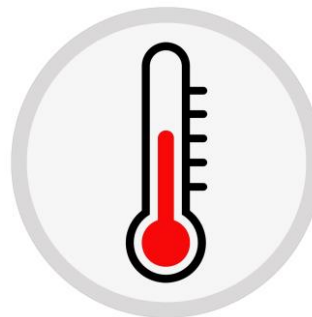
СМОТРЕТЬ
ВИДЕО

Харпаев А.В.

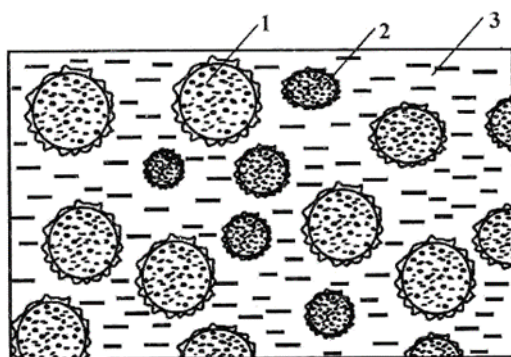


Что такое старение битума?

изменение состава
под влиянием
внешних факторов



Процессы, происходящие во время старения битума.



- 1 асфальтены
- 2 смолы
- 3 масла

Масла
↓
Смолы
↓
Асфальтены





Лабораторное старение битума

RTFOT



PAV



История развития методик старения в России

ГОСТ 2400-51

| | | |
|---|-------------------------------------|------------------------|
| СССР Управление по стандартизации при Совете Министров Союза ССР | ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ | ГОСТ 2400—51 |
| | Битумы нефтяные МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ | Взамен * Группа Б49 |

Настоящий стандарт распространяется на методы определения следующих показателей физико-химических свойств нефтяных битумов:

- растворимость;
- потеря в весе при 160° С;
- время размягчения остатка.

Примечание. Определение температуры вспышки нефтяных битумов производится по ГОСТ 4333—48, определение содержания воды по ГОСТ 2477—65.

I. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

1. Перед всеми определениями показателей физико-химических свойств нефтяных битумов по настоящему стандарту испытуемый образец битума предварительно обезвоживают.

Обезвоженный образец битума в количестве не менее 1 кг расплавляют при помешивании палочкой на песчаной либо масляной бане или в сушильном шкафу до подвижного состояния, нагревая жидкие битумы не выше 60—80° С, а твердые и полутвердые битумы не выше 120—180° С, в зависимости от их вязкости, но не перегревая битум, затем процеживают через сито с сеткой № 07 по ГОСТ 3584—53 (0,7 мм) и тщательно перемешивают до полного удаления пузырьков воздуха.

II. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГЛУБИНЫ ПРОНИКНИЯ ИГЛЫ — по ГОСТ 11501—65.

III. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЯЗКОСТИ — по ГОСТ 11503—65.

IV. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА — по ГОСТ 11504—65.

* ГОСТ 2400—44, ОСТ 17872, М. И. 66—40, 66—40, ОСТ 7872—39, М. И. 35а, 36а, 36в.

| | |
|--|---|
| Внесен Министерством нефтяной промышленности | Утвержден Управлением по стандартизации 19/ХІ 1951 г. |
|--|---|

ГОСТ 11954-66

| | | |
|--|--|---------------|
| СССР Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР | ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ | ГОСТ 11954—66 |
| | БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ ДОРОЖНЫЕ ВЯЗКИЕ, УЛУЧШЕННЫЕ Технические требования Improved road pavement bitumens. Technical requirements | Группа Б49 |

1. Настоящий стандарт распространяется на нефтяные вязкие битумы, применяемые в качестве вяжущего при строительстве дорожных и аэродромных покрытий.

2. Устанавливаются следующие марки нефтяных вязких дорожных битумов: БНД-200/300; БНД-130/200; БНД-90/130; БНД-60/90; БНД-40/60.

3. Для изготовления нефтяных вязких дорожных битумов применяют нефти и продукты переработки нефтей, отвечающих требованиям, указанным в приложении.

Битумы получают из окисленных и неокисленных продуктов прямой перегонки нефти и компаундированием окисленных продуктов с неокисленными, получаемыми при прямой перегонке нефти и при селективном разделении нефтепродуктов (асфальты деасфальтизации, экстракты селективной очистки и др.).

Применение продуктов деструктивной переработки нефти (каталитического и термического крекинга и др.), а также новых видов сырья допускается по согласованию с Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР (БашНИИНИ) и Министерством транспортного строительства СССР (СоюзДОРНИИ).

4. Нефтяные вязкие дорожные битумы могут изготавливаться как с добавлением поверхностно-активных веществ, так и без добавления их. В качестве поверхностно-активных веществ рекомендуется применять катионоактивные вещества типа высокомолекулярных алифатических амфинов и динилов, а также анионоактивные вещества типа высокомолекулярных карбоновых кислот и мыл тяжелых и щелочноземельных металлов этих кислот.

5. Нефтяные вязкие дорожные битумы должны соответствовать требованиям, указанным в таблице.

| | |
|--|---|
| Внесен в действие и принят Министерством транспортного строительства | Утвержден Комитетом стандартов и измерительных приборов при Совете Министров 4/30/ІІІ 1966 г. |
|--|---|

ГОСТ 18180-72

| | |
|---|--|
| ГОСТ 18180—72 | |
| МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ | |
| БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ | |
| МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ИЗМЕНЕНИЯ МАССЫ ПОСЛЕ ПРОГРЕВА | |
| Издание официальное | |

ГОСТ Р 58400.5-2019

| | |
|---|----------------------------|
| ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ | |
| | ГОСТ Р 58400.5— 2019 |
| Дороги автомобильные общего пользования | |
| МАТЕРИАЛЫ ВЯЖУЩИЕ НЕФТЯНЫЕ БИТУМНЫЕ | |
| Метод старения под действием давления и температуры (PAV) | |
| Издание официальное | |
| Москва Стандартфорум 2019 | |

ГОСТ 33140-2014

| | |
|--|------------------------|
| МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ (ИКС) INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION (ISC) | |
| МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ | ГОСТ 33140— 2014 |
| Дороги автомобильные общего пользования | |
| БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ ДОРОЖНЫЕ ВЯЗКИЕ | |
| Метод определения старения под воздействием высокой температуры и воздуха (метод RTFOT) | |
| Издание официальное | |
| Москва Стандартфорум 2019 | |



ГОСТ 2400-51

чашки металлические цилиндрической формы с плоским дном;
внутренние размеры чашки: диаметр 55 ± 1 мм, высота 35 ± 1 мм;
термостат на 160°C

| СССР — Управление по стандартизации при Совете Министров Союза ССР | ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ | ГОСТ 2400—51 |
|--|-------------------------------------|-----------------|
| | Битумы нефтяные МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ | Взамен * |

Настоящий стандарт распространяется на методы определения следующих показателей физико-химических свойств нефтяных битумов:
растворимость;
потеря в весе при 160°C ;
время размягчения остатка.

Примечание. Определение температуры вспышки нефтяных битумов производят по ГОСТ 4333—48, определение содержания воды по ГОСТ 2477—65.

I. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

1. Перед всеми определениями показателей физико-химических свойств нефтяных битумов по настоящему стандарту испытуемый образец битума предварительно обезвоживают.
Обезвоженный образец битума в количестве не менее 1 кг расплавляют при помешивании палочкой на песчаной либо масляной бане или в сушильном шкафу до подвижного состояния, нагревая жидкие битумы не свыше $60\text{--}80^\circ \text{C}$, а твердые и полутвердые битумы не свыше $120\text{--}180^\circ \text{C}$, в зависимости от их вязкости, но не перегревая битум, затем процеживают через сито с сеткой № 07 по ГОСТ 3584—53 (0,7 мм) и тщательно перемешивают до полного удаления пузырьков воздуха.

II. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГЛУБИНЫ ПРОНИКНЕНИЯ ИГЛЫ — по ГОСТ 11501—65.

III. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЯЗКОСТИ — по ГОСТ 11503—65.

IV. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА — по ГОСТ 11504—65.

* ГОСТ 2400—44, ОСТ 17872, М. И. 66—40, 6а—40, ОСТ 7872—39, М. И. 35а, 36а, 36в.

| | | |
|---|---|------------------------------|
| Выпущен Министерством нефтяной промышленности | Утвержден Управлением по стандартизации 19/XI 1951 г. | Срок введения 1/1 1952 г. |
|---|---|------------------------------|



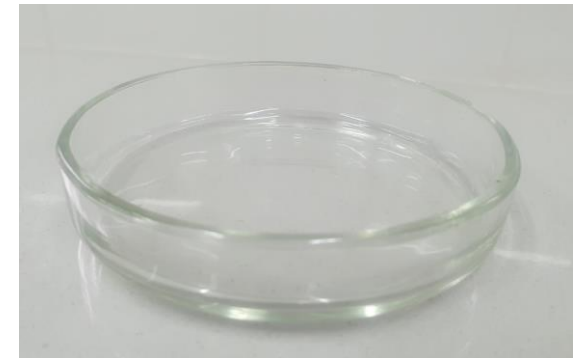
В предварительно взвешенную с точностью до 0,0002 г чашку наливают около **50 мл** расплавленного, свободного от воды битума.

Взвешенную с битумом чашку помещают в термостат, нагретый предварительно до $160 \pm 1^\circ \text{C}$, где выдерживают при этой температуре в течение **5 ч**



ГОСТ 11954-66

| | | |
|---|---|--|
| СССР Комитет стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР | ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ | ГОСТ 11954--66 Группа 543 |
| | БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ ДОРОЖНЫЕ ВЯЗКИЕ, УЛУЧШЕННЫЕ Технические требования Изготовлен по решению Ученого Совета, Техникой переработки | |
| <p>1. Настоящий стандарт распространяется на нефтяные вязкие битумы, применяемые в качестве вяжущего при строительстве дорожных и аэродромных покрытий.</p> <p>2. Устанавливаются следующие марки нефтяных вязких дорожных битумов: БНД-200/300; БНД-130/200; БНД-90/130; БНД-60/90; БНД-40/60.</p> <p>3. Для изготовления нефтяных вязких дорожных битумов применяют нефти и продукты переработки нефтей, отвечающих требованиям, указанным в приложении.</p> <p>Битумы получают из окисленных и неокисленных продуктов прямой перегонки нефти и компаундированием окисленных продуктов с изоолефинами, получаемыми при прямой перегонке нефти и при селективной разгонки нефтепродуктов (асфальты деасфальтизации, экстракты селективной очистки и др.).</p> <p>Применение продукта деструктивной переработки нефти (каталитического и термического крекинга и др.), а также новых видов сырья допускается по согласованию с Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР (БашНИИНИ) и Министерством транспортного строительства СССР (СовздорНИИ).</p> <p>4. Нефтяные вязкие дорожные битумы могут изготавливаться как с добавлением поверхностно-активных веществ, так и без добавления их. В качестве поверхностно-активных веществ рекомендуется применять катионактивные вещества типа высокомолекулярных алифатических амминов и динаминов, а также анионактивные вещества типа высокомолекулярных карбоновых кислот и мыл тяжелых и щелочноземельных металлов этих кислот.</p> <p>5. Нефтяные вязкие дорожные битумы должны соответствовать требованиям, указанным в таблице.</p> | | |
| Внесено Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промыш- ленности СССР и Министер- ством транспортного строи- тельства СССР | | Утвержден Комитетом стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР 30/III 1966 г. |
| | | Срок введения 1/1 1967 г. |



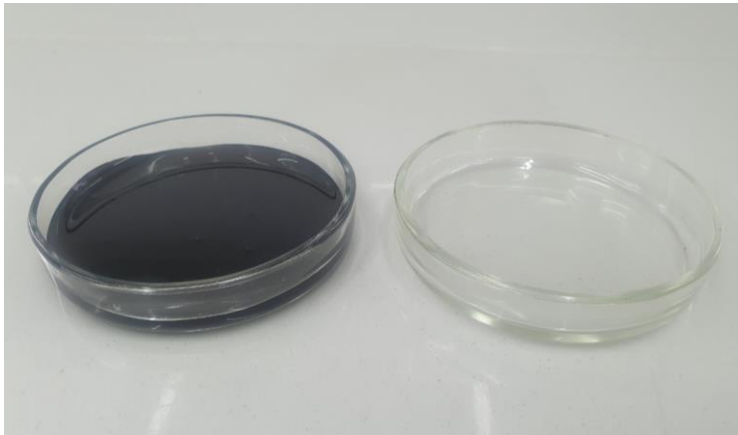
Оставлен метод старения в пенетрационной чашке

битум, помещенный в металлическую или стеклянную чашку слоем около 1 мм располагали в термостате, разогретом до температуры $(160 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ и выдерживали при этой температуре в течение 5 ч

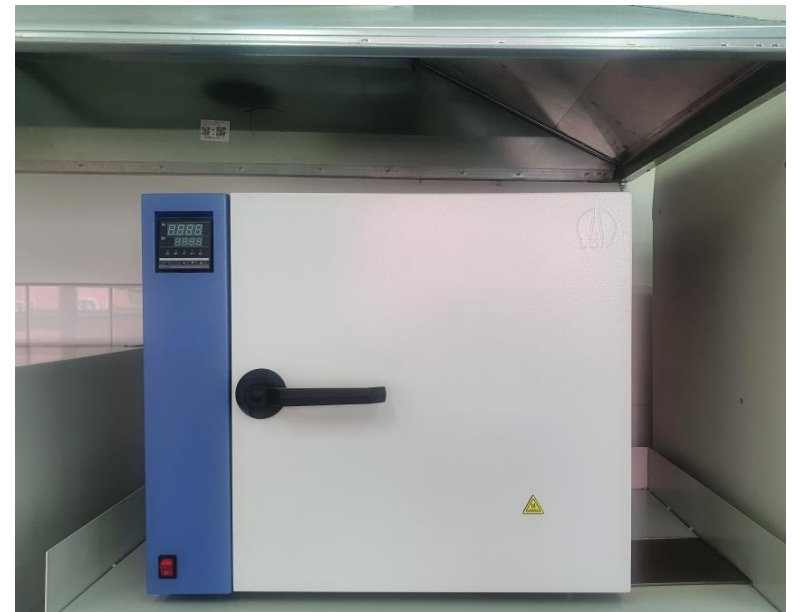
| | | | | | | |
|--|---|--|----|----|----|---|
| 6. Глубина проникания иглы в остаток после прогрева в течение 5 ч при 160°C в % от первоначальной величины, не менее | Не нормируется | 60 | 70 | 80 | 80 | ГОСТ 11501—65 с дополнением по п. 7 настоящего стандарта |
| | 7. Температура размягчения после прогрева в слое 1 мм при 160°C в течение 5 ч | Не нормируется Определяется для накопления данных | | | | |



ГОСТ 18180-72



Данный метод применяется для определения стабильности битумов при длительном хранении в условиях повышенных температур



Прогрев битума **5 ч**, отсчет времени начинают с момента достижения **163 °C**



- **Сущность метода** заключается в воздействии высокой температуры и воздуха на движущуюся тонкую пленку битума и определении влияния данного воздействия на битум путем сравнения показателей битума, полученных до и после воздействия.
 - Количество образца в контейнере для старения - $(35,0 \pm 0,5)$ г
 - Частота вращения барабана с контейнерами - $(15,0 \pm 0,2)$ об/мин
 - Скорость подачи воздуха через форсунку - $(4,0 \pm 0,2)$ л/мин
 - Температура - (163 ± 1) °C
 - Время старения - (85 ± 1) мин



ГОСТ Р 58400.5-2019 (PAV)



Давление в камере
PAV 2,1МПа
Время старения 20 часов
Температура испытания
90°C , 100°C, 110°C в
зависимости от марки
битумного вяжущего.
Время дегазации 30 минут
Температура дегазации
170°C



Для моделирования долговременного старения битумное вяжущее, состаренное по методу RFTOT, подвергается старению в печи высокого давления (PAV) с последующей дегазацией в вакуумной печи

Зарубежный опыт TFOT (EN 12607-2, ASTM D1754)

TFOT был предложен Льюисом и Вельборном в 1940

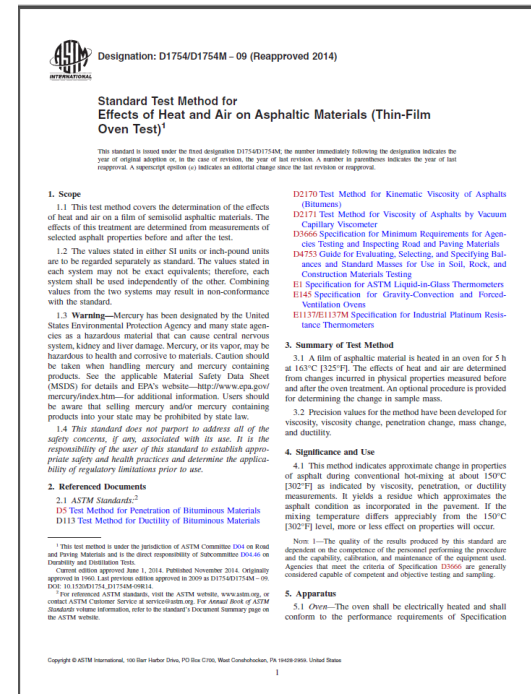
объем 50 мл
плоский металлический контейнер диаметром
140 мм толщина слоя битума 3,2 мм.

от 5 до 6 об/мин в печь на 5 часов при
температуре 163°C.

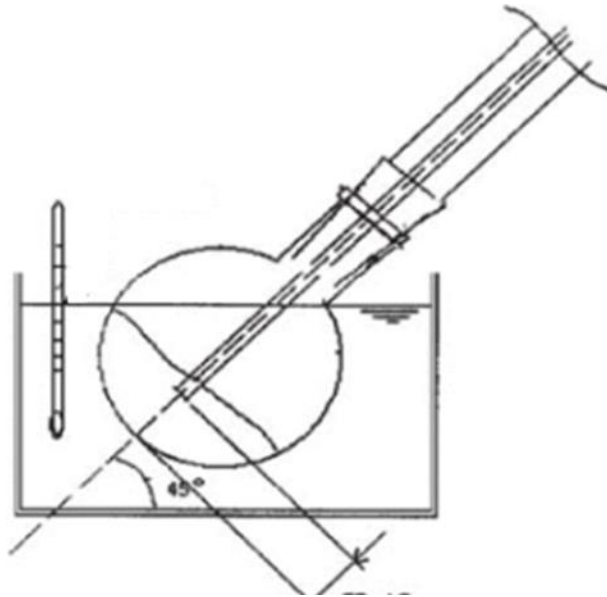


MTFOT
1985 г
100 мкм 24 часа

Применение принципа
TFOT
SHELL microfilm test
5 мкм выдерживается в
течение 2 часов на
стеклянной пластине
при 107°C



Rotating Flask Test (RFT, EN 12607-3)

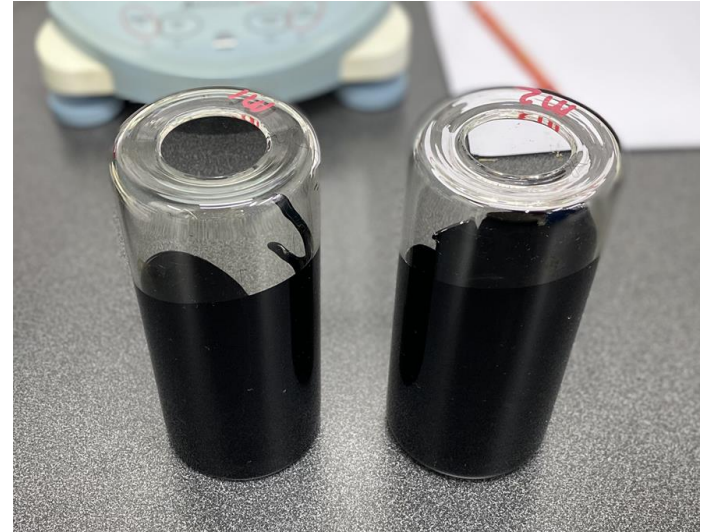
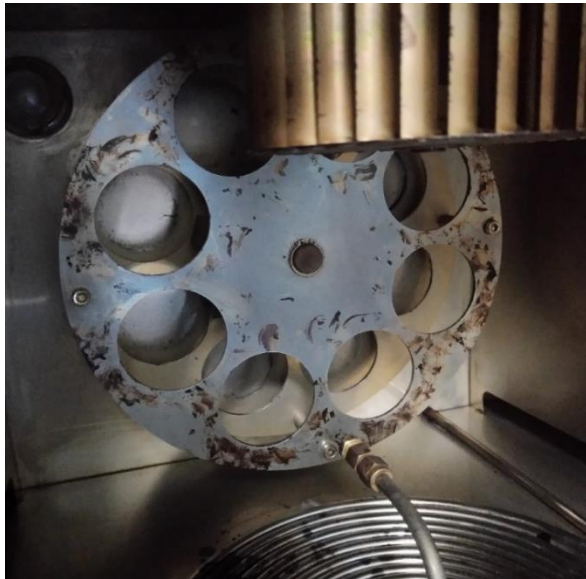


роторный выпариватель
150 минут при температуре 165°C.
скорость 20 об/мин,



Зарубежный опыт (RTFOT недостатки, модификации)

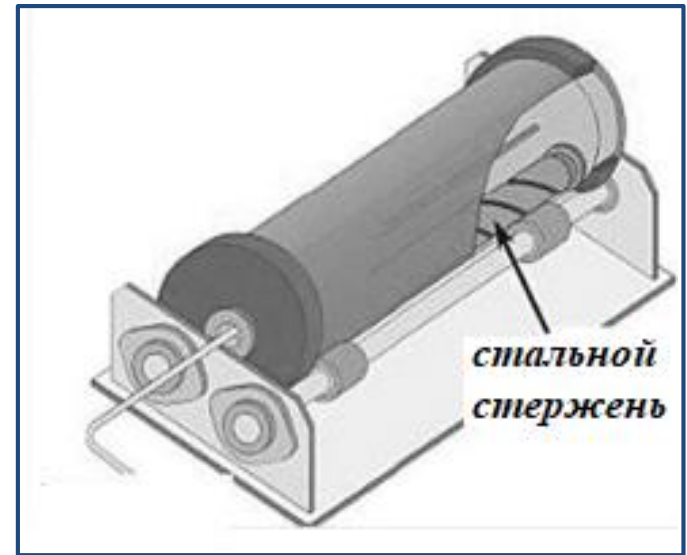
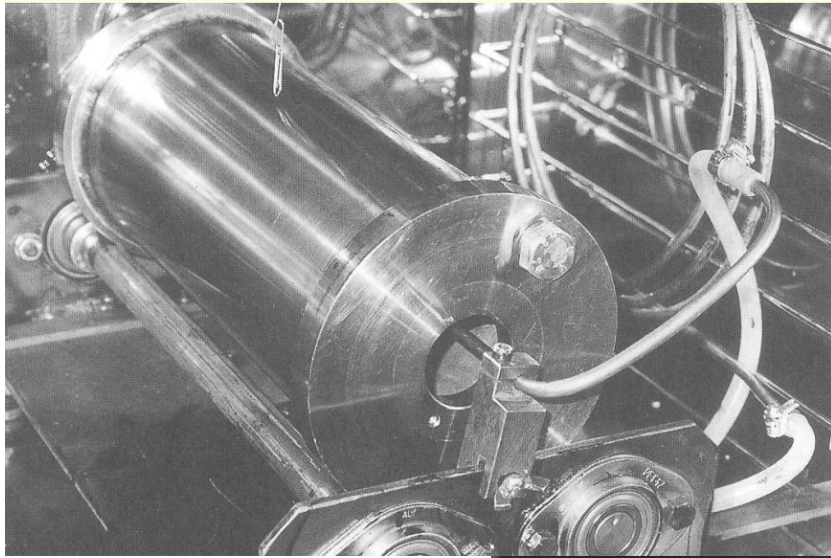
RTFOT (ASTM D2872)



RTFOTM (Modified Rolling Thin Film Oven Test)
Hussain U Bahia



Зарубежный опыт RCAT EN 15323



Сравнение методов
Кратковременное старение
RCAT (163°C, 4ч) и RTFOT
очень близки по степени
воздействия



Сравнение методов
Долговременное старение
PAV (100°C, 20ч), PAV (75°C,
120ч) и RCAT (90°C, 140ч)
близкое по степени
воздействия на не
модифицированные битумы;
но отличаются по степени
воздействия на СБС
модифицированные битумы



Методы старения в тонком слое (ПНСТ 396-2020)

Методы старения в тонком слое способны моделировать старение подобно методам RTFOT и PAV

Основное оборудование:

- пластины для старения
- сушильный шкаф
- печь PAV

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЙ
НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ПНСТ
396—
2020

Дороги автомобильные общего пользования

**МАТЕРИАЛЫ ВЯЖУЩИЕ
НЕФТЯНЫЕ БИТУМНЫЕ**

Методы старения в тонком слое

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020





Методы старения в тонком слое (ПНСТ 396-2020)

Возможность проведения старения различными методами

УСК
Упрощенное
Старение
Кратковременное

УСД
Упрощенное
Старение
Долговременное

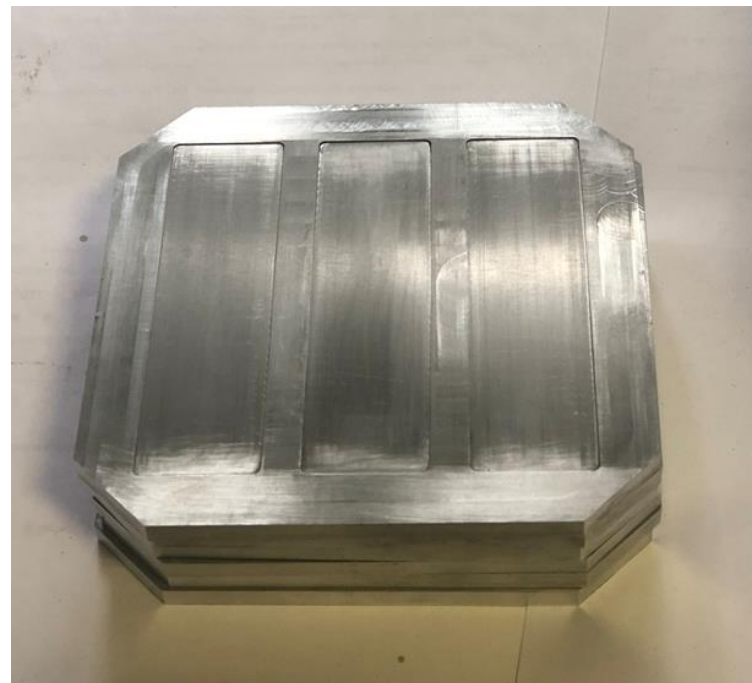
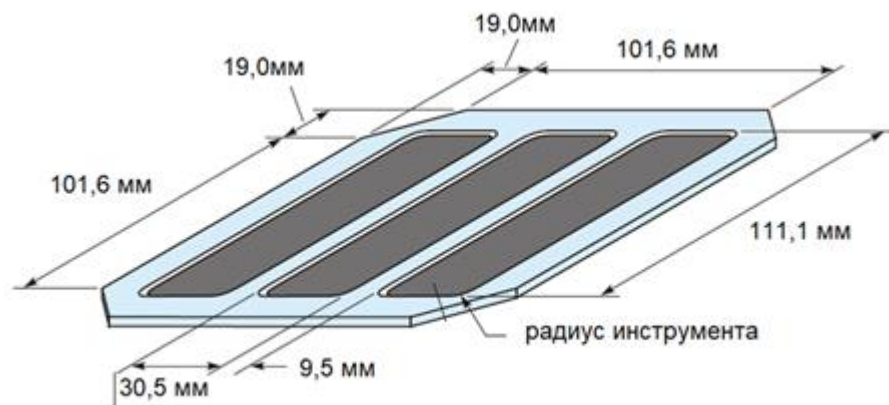
УСД1
для проведения
применяется
сушильный шкаф

УСД2
для проведения
применяется печь PAV



Методы старения в тонком слое (ПНСТ 396-2020)

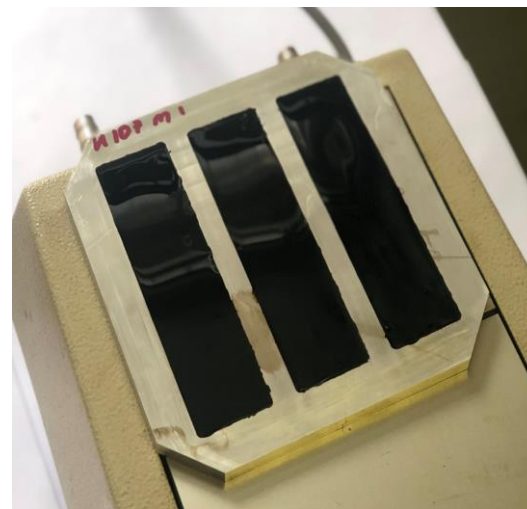
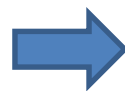
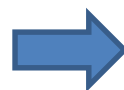
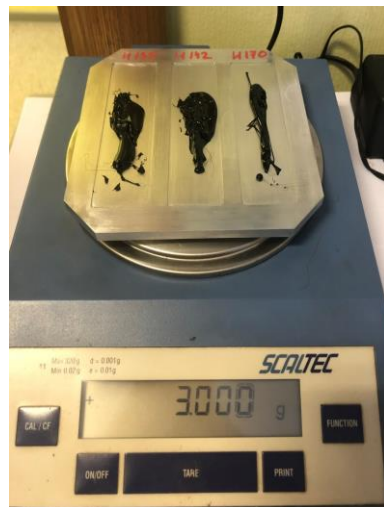
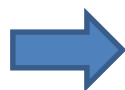
пластина из алюминиевого сплава АД33 по ГОСТ 4784-97 в пластине три независимых углубления для образцов По одному грамму в каждое углубление



Пластина для старения



Подготовка образцов. (ПНСТ 396-2020)





УСК кратковременное старение (ПНСТ 396-2020)

Метод УСК
(кратковременное старение,
альтернативное RTFOT)

Сушильный шкаф
50 минут при температуре
150°C



УСК
Упрощенное Старение Кратковременное



УСД долговременное старение (ПНСТ 396-2020)

Метод **УСД1**
(долговременное старение,
альтернативное PAV)

40 часов при 100°C



УСД1 либо УСД2

Метод **УСД2**
(долговременное старение,
альтернативное PAV)

8 часов при 100°C
в печи PAV





Методы старения в тонком слое (ПНСТ 396-2020)

19 проб различных вяжущих, различных производителей, в том числе битум нефтяной дорожный вязкий различных марок, а также пробы полимерно-битумных вяжущих различных марок по ГОСТ Р 52056-2003.

По ГОСТ 22245-90:

БНД 60/90,
БНД 90/130.

По ГОСТ 33133-2014:

БНД 50/70,
БНД 70/100,
БНД 100/130.

По ГОСТ Р 52056-2003:

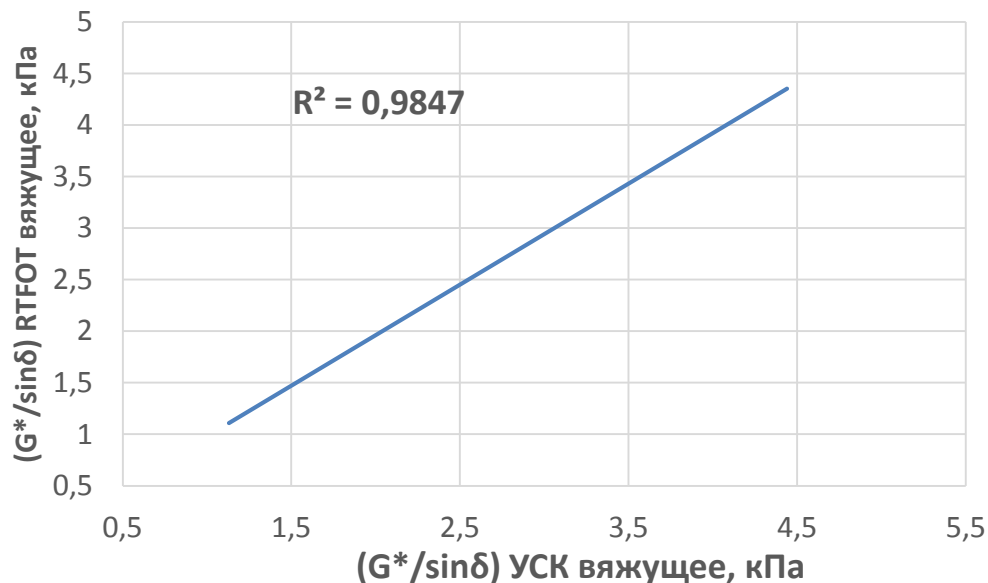
ПБВ 40,
ПБВ 60,
ПБВ 90.

Образцы битумных материалов подвергались старению в соответствии с методами RTFOT, PAV, а также методами УСК, УСД1 и УСД2.

Состаренные образцы были испытаны для определения реологических свойств.



Сдвиговая устойчивость RTFOT и УСК вяжущих



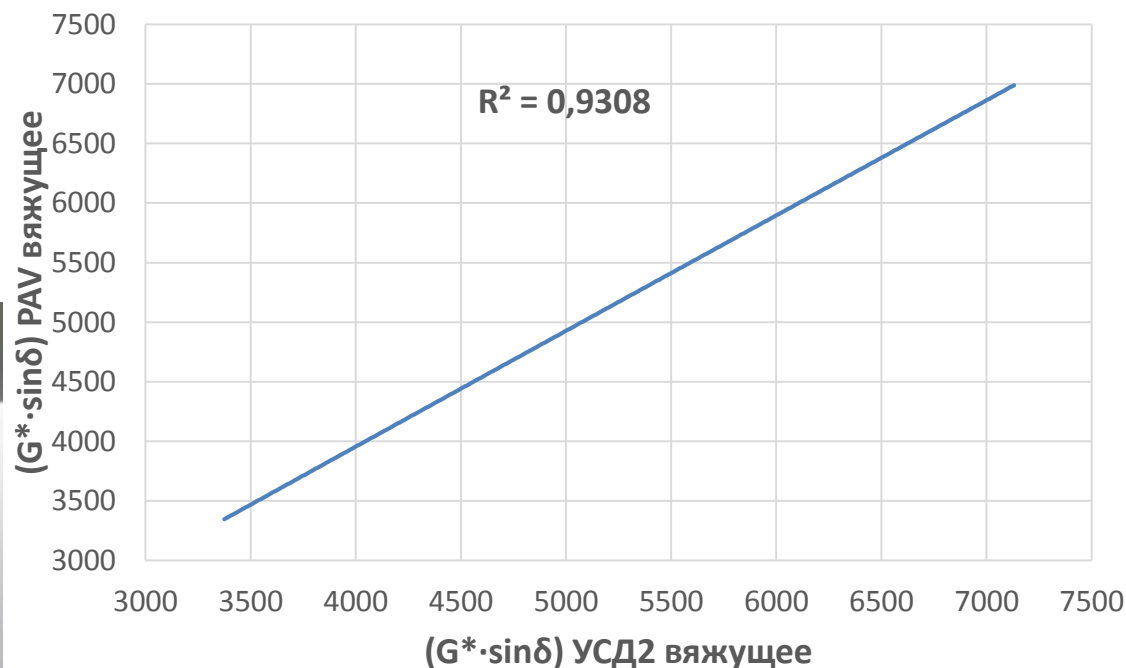
В ГОСТ на метод испытания установлено значение максимального расхождения от среднего значения на уровне 4,5%.



Реометр динамического сдвига DSR

В среднем расхождение составило 2,2%, что более чем в два раза ниже максимально установленного требования по сходимости метода.

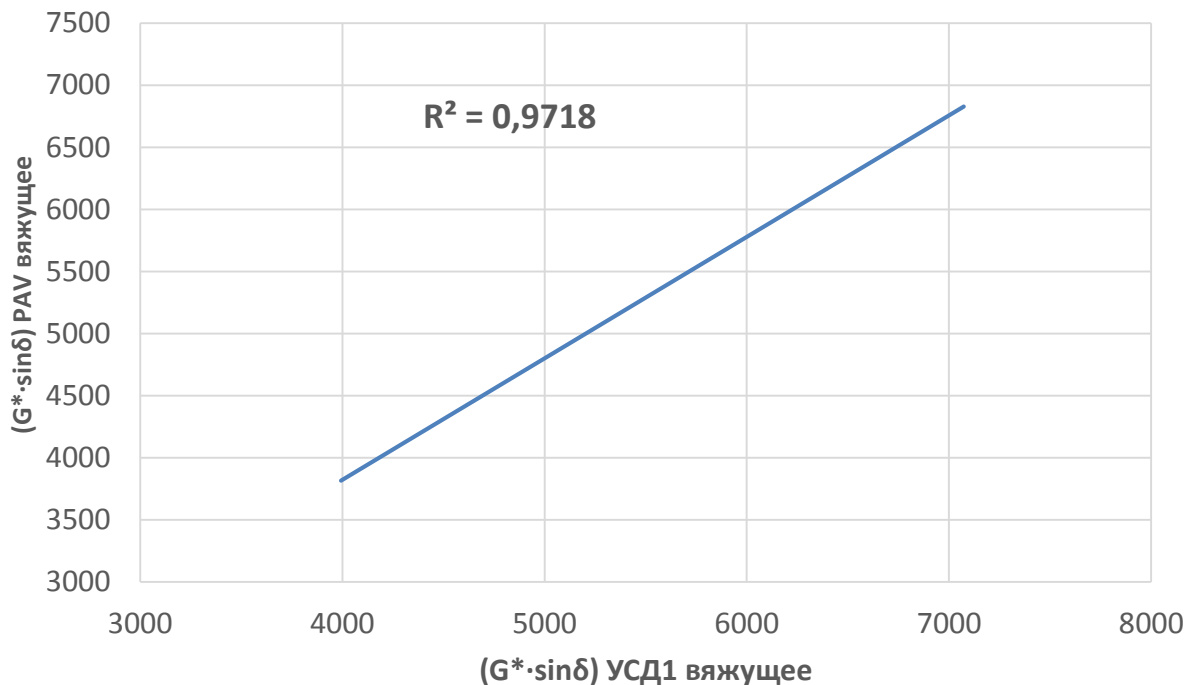
Усталостная устойчивость PAV и УСД2 вяжущих



В методике испытания для показателя усталостная устойчивость установлено значение сходимости на уровне 6,9%. В ходе проведения исследования ни один из полученных результатов не превысил значений, установленных для сходимости метода испытаний.



Усталостная устойчивость PAV и УСД1 вяжущих



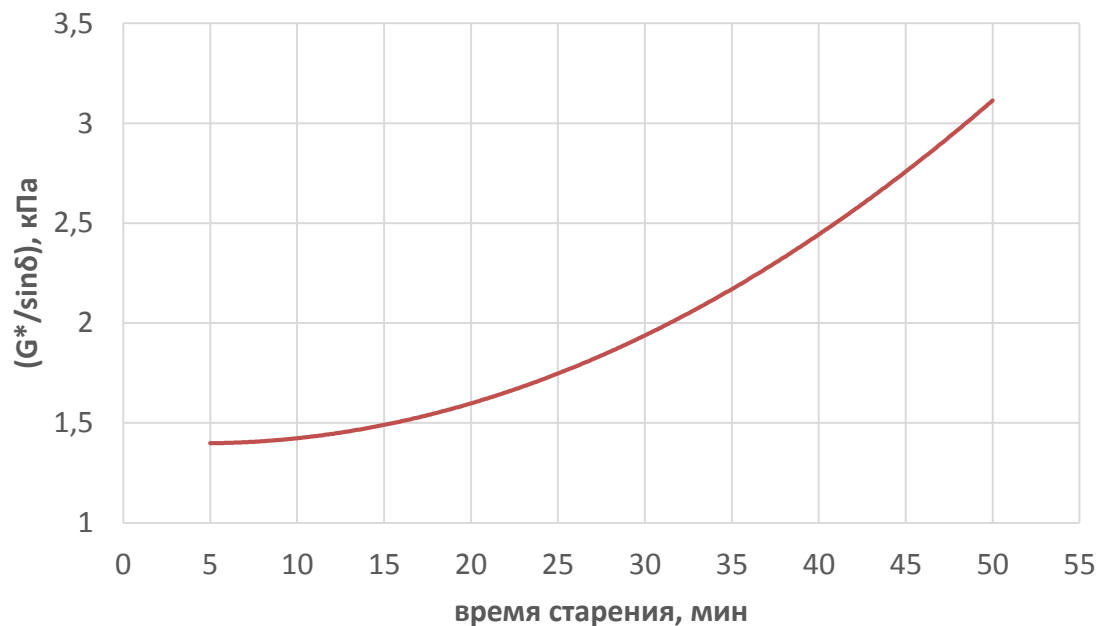
Реометр динамического сдвига DSR

Все результаты не вышли за значения сходимости результатов для метода испытания, по которому производилось испытание



Динамика старения. Кратковременное старение (УСК)

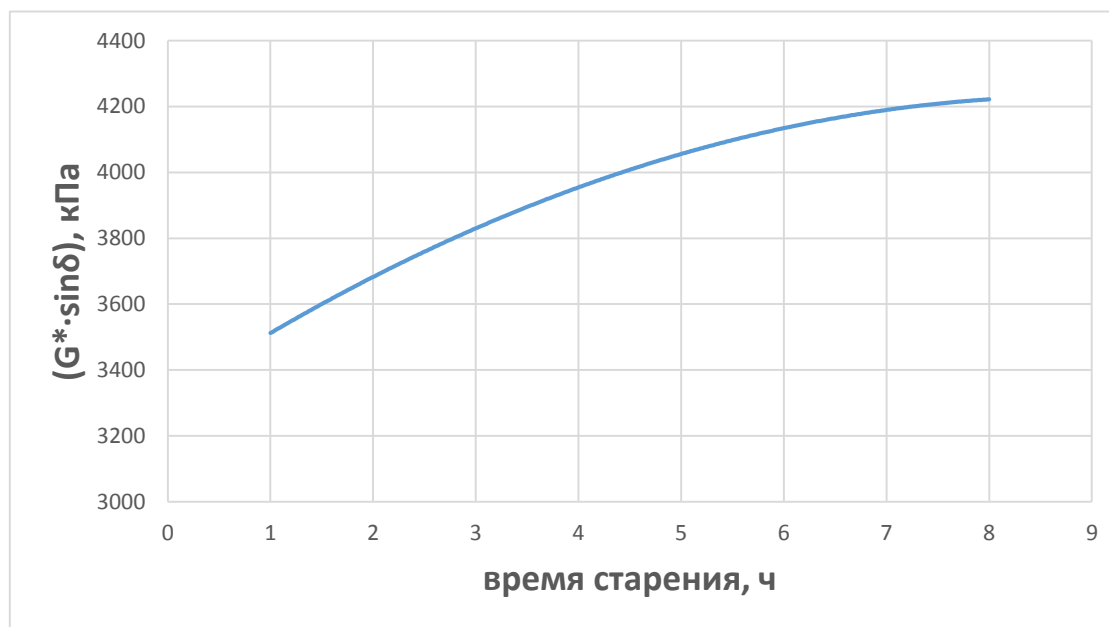
| Марка вяжущего | Время старения, мин | Температура испытания, °C | Сдвиговая устойчивость, $(G^*/\sin\delta)$, при 10 рад/с, кПа | Критическая температура сдвиговой устойчивости, °C ($G^*/\sin\delta = 2,2$ кПа) |
|----------------|---------------------|---------------------------|--|--|
| БНД 70/100 | 5 | 64 | 1,38 | 60,3 |
| | 15 | | 1,53 | 61,1 |
| | 30 | | 1,91 | 62,9 |
| | 50 | | 3,12 | 66,9 |





Динамика старения. Долговременное старение (УСД2)

| Марка битума | Время старения, час | Температура испытания, °С | Усталостная устойчивость, $(G^* \cdot \sin \delta)$, при 10 рад/с, кПа | Критическая температура Усталостной устойчивости, °С $(G^* \cdot \sin \delta = 5000 \text{ кПа})$ |
|--------------|---------------------|---------------------------|---|---|
| БНД 70/100 | 1 | 16 | 3512 | 13,0 |
| | 3 | | 3830 | 13,6 |
| | 8 | | 4222 | 14,5 |





Сравнение старения RTFOT, УСК со старением в а/б смесях

были приготовлены асфальтобетонные смеси на битумных вяжущих различных производителей.



а/б смеси
ЩМА 16 по ГОСТ Р 58406.1
А16ВТ по ГОСТ Р 58406.2

Было произведено экстрагирование асфальтобетонных смесей с последующим извлечением битумных вяжущих при помощи роторного испарителя.

Было проведено старение вяжущих, применявшихся при производстве асфальтобетонных смесей по методикам УСК и RTFOT с последующим исследованием их реологических свойств.





Сравнение старения RTFOT, УСК со старением в смеси А16ВТ

| Наименование показателя | | №178 (извл. А16ВТ) | №140 (RTFOT) | №140 (УСК) |
|---|--------------------------------|-----------------------|-----------------|---------------|
| | | Фактическое значение | | |
| Сдвиговая устойчивость после старения, $G^*/\sin\delta$, при 10 рад/с, кПа | При 64°C | 4,36 | 4,27 | 4,41 |
| | При 70°C | 2,16 | 2,10 | 2,23 |
| Критическая температура сдвиговой устойчивости, °С | При $G^*/\sin\delta = 2,2$ кПа | 69,8 | 69,6 | 70,1 |



свойства битумных вяжущих, подготовленных по методу RTFOT и методу УСК близки к свойствам извлеченных битумного вяжущего из асфальтобетонной смеси



Сравнение старения RTFOT, УСК со старением в смеси ЩМА-16

| Наименование показателя | | №228 (извл. ЩМА-16) | №206 (RTFOT) | №206 (УСК) |
|---|--------------------------------------|------------------------|-----------------|---------------|
| | | Фактическое значение | | |
| Сдвиговая устойчивость после старения, $G^*/\sin\delta$, при 10 рад/с, кПа | При 70°C | 2,86 | 2,21 | 2,31 |
| | При 76°C | 1,40 | 1,08 | 1,13 |
| Критическая температура сдвиговой устойчивости, °С | При $G^*/\sin\delta = 2,2\text{кПа}$ | 72,2 | 70,0 | 70,4 |

битумные вяжущие, подготовленные по методу RTFOT методу УСК и извлеченные из а/б смеси обладают достаточно близкими реологическими свойствами.





- Моделирует процессы старения подобно RTFOT и PAV
- Возможность применения стандартного оборудования (сушильного шкафа с принудительной вентиляцией)
- Отсутствие в необходимости применения дополнительного оборудования (печь для дегазации)
- Значительно сокращается время проведения испытания
- Простота выполнения испытания
- Просто очищать пластины для старения после испытания



- Небольшое количество материала, получаемого для проведения последующих испытаний
- Отсутствие серийного производства пластин для старения



- Проведение дополнительных исследований, сбор данных
- Переработка предварительного национального стандарта в ГОСТ Р
- Включение методик старения, как альтернативных в ГОСТ Р 58400.1 и ГОСТ Р 58400.2



Спасибо за внимание!