



ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЙ
НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ

ПНСТ
8—
2012

Дороги автомобильные общего пользования

БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ ДОРОЖНЫЕ ВЯЗКИЕ

**Метод определения сопротивления битума
старению под воздействием высокой температуры
и воздуха (метод RTFOT)**

EN 12607-1:2007
(NEQ)

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2014

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 5 декабря 2012 г. № 8—ПНСТ

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений европейского регионального стандарта EN 12607-1:2007 «Битум и битумные вяжущие — Определение сопротивления битума старению под воздействием высокой температуры и воздуха. Часть 1: метод RTFOT» (EN 12607-1:2007 «Bitumen and bituminous binders. Determination of the resistance to hardening under influence of heat and air. RTFOT method», NEQ)

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: niitsk@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

© Стандартинформ, 2014

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 испытательному оборудованию, средствам измерения, вспомогательным устройствам	2
5 Метод определения сопротивления битума старению под воздействием высокой температуры и воздуха (метод RTFOT)	4
6 Требования безопасности, охраны окружающей среды	4
7 Требования к условиям измерений	5
8 Подготовка к выполнению измерений	5
9 Порядок выполнения измерений	5
10 Обработка результатов измерений	6
11 Оформление результата испытания	7
12 Контроль точности результата испытания	7

ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ

Дороги автомобильные общего пользования

БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ ДОРОЖНЫЕ ВЯЗКИЕ

Метод определения сопротивления битума старению под воздействием высокой температуры и воздуха (метод RTFOT)

Automobile roads of general use. Viscous petroleum road bitumens. Determination of the resistance to hardening under influence of heat and air (RTFOT method)

Срок действия предстандарта — с 2013—04—01
по 2016—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения сопротивления битума старению под воздействием высокой температуры и воздуха (метод RTFOT).

Настоящий стандарт распространяется на вязкие дорожные нефтяные битумы (далее — битумы), предназначенные в качестве вяжущего материала при строительстве, реконструкции и ремонте дорожных и аэродромных покрытий.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ Р 12.4.246—2008 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты рук. Перчатки. Общие технические требования. Методы испытаний

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 (ИСО 4589—84) 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 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

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 ежемесячного 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 настоящего 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 применен следующий термин с соответствующим определением

3.1 старение: Воздействие высокой температуры и воздуха на тонкую пленку битума при вращении в сушильном шкафу по методу RTFOT (Rolling Thin Film Oven Test).

4 Требования к испытательному оборудованию, средствам измерения, вспомогательным устройствам

При выполнении испытаний по старению применяют следующие испытательное оборудование, средства измерений и вспомогательные устройства:

4.1 Сушильный шкаф с электрическим подогревом. Внутренние размеры сушильного шкафа (рабочая зона) должны соответствовать следующим размерам:

- высота (340 ± 15) мм;
- ширина (405 ± 15) мм;
- глубина (445 ± 15) мм.

Фасадная дверь сушильного шкафа должна включать в себя стеклопакет, состоящий из двух жаростойких стекол и воздушной камеры. Стеклопакет должен обеспечивать обзор всего внутреннего пространства сушильного шкафа. Размеры окна фасадной двери должны соответствовать следующим размерам:

- высота (215 ± 15) мм;
- ширина (320 ± 15) мм.

Сушильный шкаф должен обеспечивать циркуляцию горячего воздуха внутреннего пространства. Циркуляция обеспечивается наличием отверстий для забора воздуха (воздухозаборников) и выпускных отверстий для выпуска горячего воздуха. Площадь воздухозаборников должна быть (15 ± 1) см². Выпускные отверстия для выпуска горячего воздуха должны располагаться в верхней части сушильного шкафа, и их площадь должна быть (10 ± 1) см².

Сушильный шкаф должен обеспечивать движение воздуха вдоль боковых стенок. Воздушная камера должна быть постоянной толщины размером (38 ± 1) мм (рисунок 1а). В сушильном шкафу должен быть установлен алюминиевый барабан диаметром (300 ± 10) мм (рисунок 2а).

Барабан должен иметь восемь отверстий и зажимов для прочного закрепления восьми стеклянных контейнеров в горизонтальном положении (рисунок 2б). Скорость вращения барабана должна соответствовать $(15,0 \pm 0,2)$ мин⁻¹. Передняя сторона барабана должна располагаться на расстоянии (110 ± 5) мм от задней внутренней стенки сушильного шкафа.

Вентиляция должна быть осуществлена таким образом, чтобы поток воздуха проходил через дно сушильного шкафа, затем вдоль стенок и выходил через выпускные отверстия (рисунок 1б).

Сушильный шкаф должен обеспечивать постоянную температуру внутреннего пространства с допуском не более $\pm 0,5$ °С.

Сушильный шкаф должен быть оборудован форсункой с выходным отверстием $(1,0 \pm 0,1)$ мм, дующей горячий воздух со скоростью $(4,0 \pm 0,2)$ л/мин в каждый контейнер в нижней точке вращения. Форсунка должна находиться на расстоянии $(7,5 \pm 2,5)$ мм от отверстия в стеклянном контейнере и дуть вдоль оси контейнера. Воздух к форсунке должен подаваться чистый и сухой из внешнего источника по медной трубке с внешним диаметром $(8,0 \pm 0,1)$ мм и длиной $(7,60 \pm 0,05)$ м. Медная трубка должна быть уложена в один слой на дне внутреннего пространства сушильного шкафа.

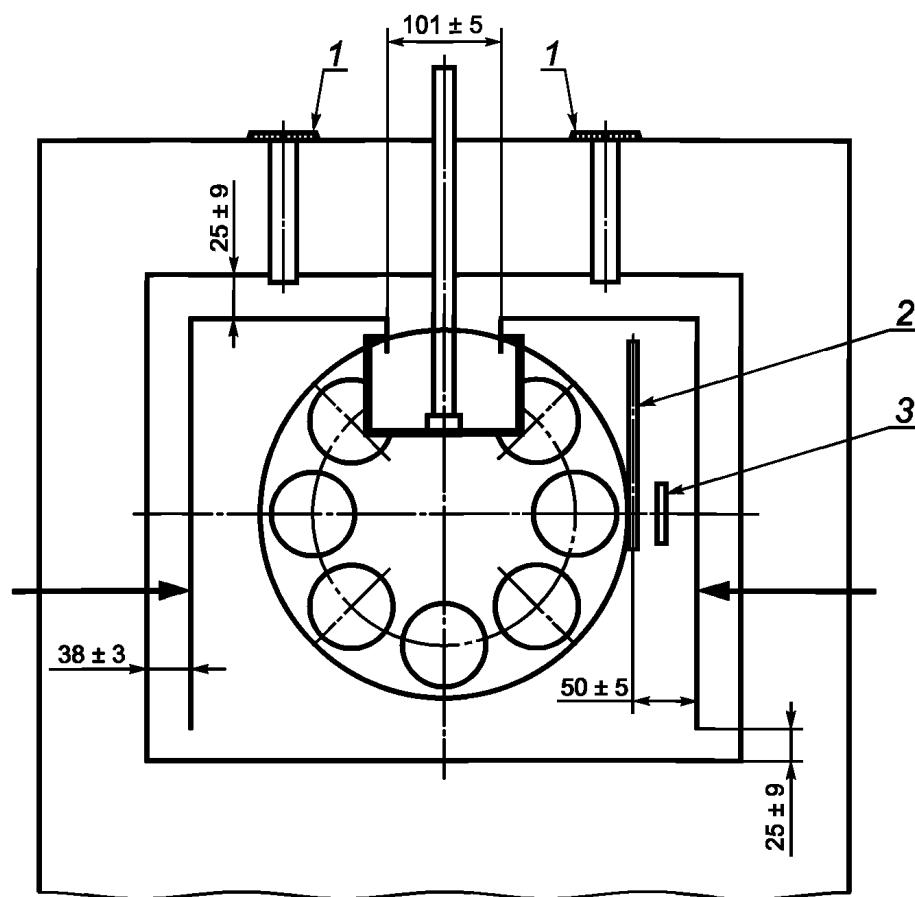
Сушильный шкаф должен нагреваться до температуры испытаний не больше 10 мин после установки образцов.

4.2 Термометр ртутный для определения температуры в сушильном шкафу, обеспечивающий диапазон измерений от 155 °С до 170 °С. Термометр должен быть расположен внутри сушильного шкафа, нижняя часть которого располагается на расстоянии (25 ± 9) мм под осью барабана, (50 ± 5) мм от правой внутренней стенки сушильного шкафа и (115 ± 5) мм от передней стенки барабана.

4.3 Стеклянный контейнер для битумных образцов изготавливается из жаростойкого стекла (рисунок 3).

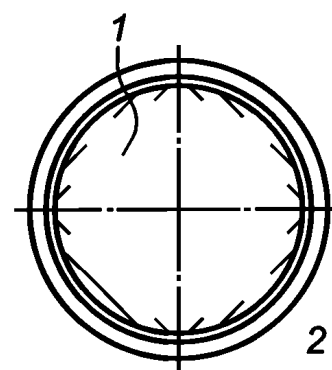
П р и м е ч а н и е — Допускается применение стеклянных контейнеров с отверстиями, расширяющихся как наружу, так и внутрь.

4.4 Весы с ценой деления 1 мг и точностью ± 10 мг.



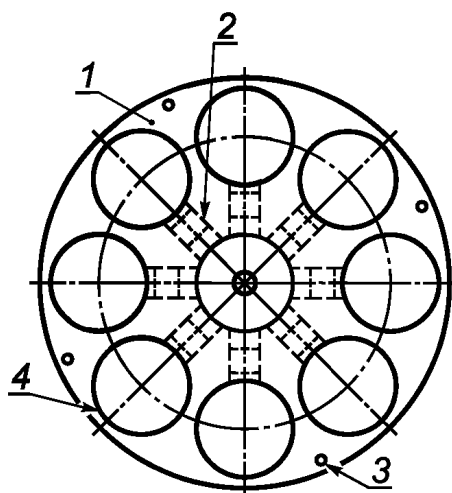
1 — выпускные отверстия для выпуска горячего воздуха; 2 — термометр;
3 — проба

Рисунок 1а — Сушильный шкаф (вид спереди)



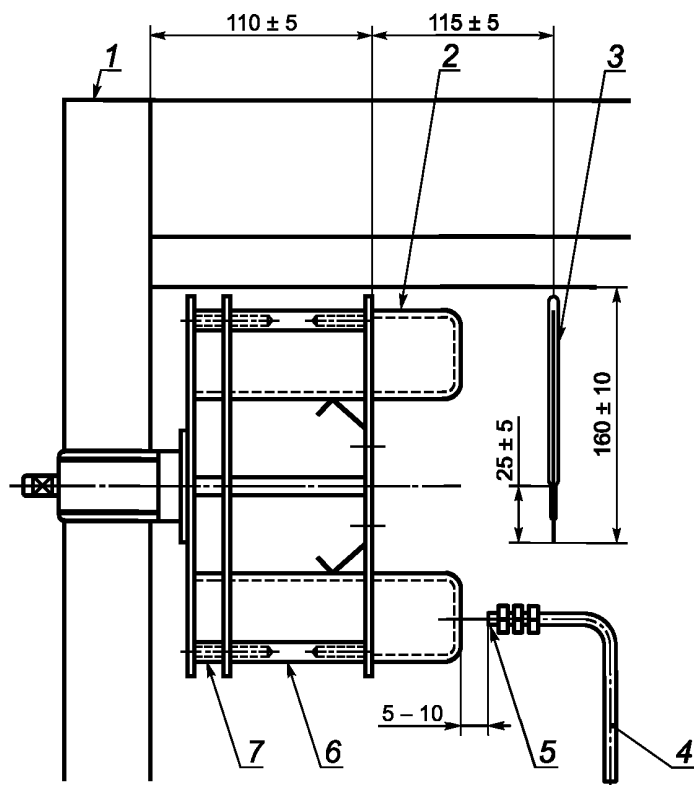
1 — поток воздуха; 2 — направление вращения

Рисунок 1б — Барабан (вид снизу)



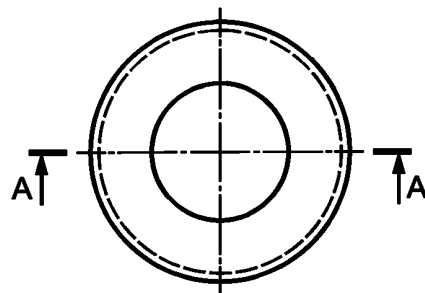
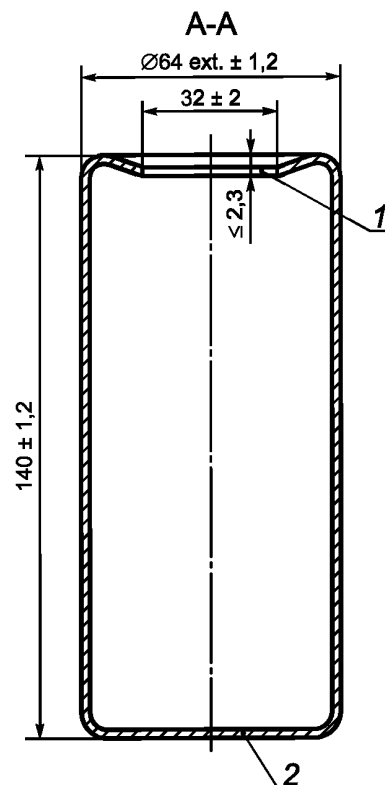
1 — алюминиевый диск толщиной 3 мм и диаметром (300 ± 10) мм; 2 — пружинные зажимы; 3 — четыре винта М6, расположенные на диаметре диска на расстоянии от центра (280 ± 2) мм. Угол между винтами 90° ; 4 — восемь отверстий под стеклянные контейнеры диаметром $(66,7 \pm 1,0)$ мм. Центр отверстий находится на диаметре диска на расстоянии от центра (200 ± 5) мм. Угол между центрами отверстий 45°

Рисунок 2а — Барабан (вид спереди)



1 — сушильный шкаф; 2 — стеклянный контейнер; 3 — термометр;
4 — медная трубка диаметром $(8 \pm 0,1)$ мм; 5 — инжектор диаметром $(1 \pm 0,1)$ мм; 6 — длина распорной части барабана (55 ± 1) мм; 7 — длина задней части барабана (20 ± 1) мм

Рисунок 2б — Барабан (вид сбоку)



1 — отверстие; 2 — стенка контейнера толщиной $(2,4 \pm 0,3)$ мм

Рисунок 3 — Стеклянный контейнер

5 Метод определения сопротивления битума старению под воздействием высокой температуры и воздуха (метод RTFOT)

Сопротивление битума старению под воздействием высокой температуры и воздуха (метод RTFOT) определяется по степени изменения значений по ряду показателей после воздействия на битум высокой температуры и воздуха при вращении.

6 Требования безопасности, 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 одежду специальную защитную в соответствии с ГОСТ 12.4.131 или ГОСТ 12.4.132. Для защиты рук используют перчатки в соответствии с ГОСТ Р 12.4.246.

При выполнении измерений соблюдают правила по электробезопасности в соответствии с ГОСТ Р 12.1.019 и инструкции по эксплуатации оборудования.

Битумы согласно ГОСТ 12.1.044 относятся к трудногорючим жидкостям. Работы с применением битумов должны производиться с соблюдением требований пожарной безопасности в соответствии с 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 следующие условия для помещений, в которых испытываются образцы:

- температура $(23 \pm 3) ^\circ\text{C}$;
- относительная влажность $(55 \pm 10) \%$.

8 Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

- отбор проб;
- определение начальных характеристик битумов;
- подготовка образцов;
- подготовка и настройка оборудования к испытаниям.

8.1 Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ 2517.

8.2 Определение начальных характеристик битумов

На подготовительном этапе работ по определению сопротивления битума старению под воздействием высокой температуры и воздуха (метод RTFOT) определяют следующие показатели:

- температуру размягчения по методу «кольцо и шар»;
- температуру хрупкости.

Подготовка образцов

При подготовке образцов для испытания необходимо осуществить следующие операции:

- образец битума доводят до подвижного состояния и обезвоживают, сначала нагревая в сушильном шкафу до температуры $(105 \pm 5) ^\circ\text{C}$, затем, не допуская локальных перегревов, доводят температуру битума при постоянном перемешивании до температуры $(15 \pm 5) ^\circ\text{C}$ ниже температуры испытания. Время нагревания битума при указанных условиях не должно превышать 50 мин.

Примечание — Температура в сушильном шкафу в момент нагрева образца не должна превышать $140 ^\circ\text{C}$. 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;

- расплавленный до подвижного состояния и обезвоженный битум процеживают через сито и затем тщательно перемешивают.

8.3 Подготовка и настройка оборудования к испытаниям

Подготовка и настройка испытательного оборудования осуществляется в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Сушильный шкаф и оси стеклянных контейнеров после установки в барабан должны быть расположены горизонтально. Сушильный шкаф разогревается до температуры испытаний.

Примечание — Температура испытаний равна $(163 \pm 1) ^\circ\text{C}$, однако допускается при необходимости проведение испытаний и при других температурах.

9 Порядок выполнения измерений

Пустые стеклянные контейнеры необходимо отдельно взвесить с точностью до 1 мг.

В каждый стеклянный контейнер наливается $(35,0 \pm 0,5)$ г образца. Число стеклянных контейнеров определяется заранее, исходя из возможности получения достоверных результатов.

Для определения процентного изменения масс используются два заранее помеченных (например, А и Б) стеклянных контейнера (масса которых без образцов битума принимается соответственно M_0 и M'_0), содержащих битум. Затем они должны остыть в течение не менее 1 ч в эксикаторе при температуре $(25 \pm 10) ^\circ\text{C}$. После чего их взвешивают с точностью до 1 мг для определения M_1 и M'_1 .

В сушильном шкафу создается температура испытаний, при этом вентилятор должен работать. Затем стеклянные контейнеры с образцами помещаются в барабан. Если число стеклянных контейнеров меньше восьми, их располагают таким образом, чтобы при вращении барабана не допустить дисбаланса. Все свободные отверстия под стеклянные контейнеры должны быть заполнены пустыми стеклянными контейнерами.

Фасадная дверь сушильного шкафа должна быть плотно закрыта.

После этого приводится в действие барабан с частотой вращения $(15,0 \pm 0,2)$ мин⁻¹.

Стеклянные контейнеры с образцами выдерживаются в сушильном шкафу (75 ± 1) мин. При этом за время отсчета принимается момент, когда в сушильном шкафу достигнута температура на 1 °С ниже температуры испытаний.

П р и м е ч а н и е — Если температура испытаний не будет достигнута в течение 15 мин, испытание необходимо прервать (при температуре испытаний, равной 163 °С).

Далее помеченные стеклянные контейнеры (А и Б) должны остыть до комнатной температуры в эксикаторе. После чего осуществляют взвешивание стеклянных контейнеров с точностью до 1 мг для определения масс M_2 и M'_2 .

Образцы из других стеклянных контейнеров разливаются по соответствующим приспособлениям для дальнейших испытаний по показателям, представленным в разделе 8.2.

10 Обработка результатов измерений

Определение физических характеристик образцов после старения производится следующим образом:

- изменение температуры размягчения по методу «кольцо и шар» определяется по разнице значений температуры до старения и после в градусах Цельсия;
- изменение температуры хрупкости определяется по разнице значений температуры до старения и после в градусах Цельсия;
- изменение масс образца определяется как процентное изменение масс по формулам:

$$\text{Контейнер А} = 100 \times \frac{M_2 - M_1}{M_1 - M_0}, \quad (1)$$

$$\text{Контейнер Б} = 100 \times \frac{M'_2 - M'_1}{M'_1 - M'_0}. \quad (2)$$

Два результата процентного измерения массы стеклянных контейнеров А и Б не должны отличаться друг от друга более чем на 0,2 %.

Сходимость результатов

Различие между двумя результатами испытаний, полученными лаборантом при использовании одного и того же испытательного оборудования, в одной и той же лаборатории, на одном и том же битуме, не должно превышать значения более одного раза из двадцати от указанных в таблице 1.

Воспроизводимость результатов

Различие между двумя результатами испытаний, полученными разными лаборантами, в разных лабораториях, на одном и том же битуме, не должно превышать значения более одного раза из двадцати от указанных в таблице 1.

Т а б л и ц а 1

Характеристика	Сходимость	Воспроизводимость
Изменение температуры размягчения по методу «кольцо и шар» $< 5,5$ °С $\geq 5,5$ °С	1,0 2,0	2,0 3,0
Изменение температуры хрупкости, °С < 5 °С ≥ 5 °С	2,0 3,0	2,0 4,0
Изменение масс образца (% абсолютной величины) (от 0,1 % до 1,0 %)	0,2	0,3

11 Оформление результата испытания

Результат испытания оформляется в виде протокола, который должен содержать:

- идентификацию испытуемого образца по паспорту;
- 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 пробы;
- результат испытания.

12 Контроль точности результата испытания

Точность результата испытания обеспечивается:

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

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

Ключевые слова: битумы нефтяные дорожные вязкие, методы измерений, старение под воздействием высокой температуры и воздуха, метод RTFOT

Редактор *Е.С. Котлярова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.М. Малахова*
Компьютерная верстка *О.Д. Черепковой*

Сдано в набор 25.12.2013. Подписано в печать 16.01.2014. Формат 60 × 84 $\frac{1}{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,00. Тираж 68 экз. Зак. 46.

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