



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ДСТУ EN 14770:201_
(EN 14770:2012, IDT)

Бітум та бітумні в'язучі
ВИЗНАЧЕННЯ МОДУЛЮ ЗСУВУ ТА ФАЗОВОГО КУТА З
ВИКОРИСТАННЯМ ДИНАМІЧНОГО ЗСУВНОГО РЕОМЕТРА
(Проект, перша редакція)

Київ
ДП «УкрНДНЦ»
201_

ПЕРЕДМОВА

- 1 РОЗРОБЛЕНО: Державне підприємство «Державний дорожній науково-дослідний інститут імені М. П. Шульгіна» (ДП «ДерждорНДІ»), Харківський національний автомобільно-дорожній університет (ХНАДУ), Технічний комітет стандартизації «Автомобільні дороги і транспортні споруди» (ТК 307)
- 2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Державного підприємства «Український науково-дослідний і навчальний центр проблем стандартизації, сертифікації та якості» від «___» _____20_ р. № _____ з 201X—XX—XX
- 3 Національний стандарт відповідає EN 14770:2012 «Bitumen and bituminous binders — Determination of complex shear modulus and phase angle — Dynamic Shear Rheometer (DSR)» (Бітум та бітумні в'язучі. Визначення модулю зсуву та фазового кута з використанням динамічного зсувного реометра) і внесений з дозволу CEN. Усі права щодо використання європейських стандартів у будь-якій формі й будь-яким способом залишаються за CEN

Метод прийняття — перевидання (переклад)

Ступінь відповідності — ідентичний (IDT)

Переклад з англійської (en)
- 4 Цей стандарт розроблено згідно з правилами, установленими в національній стандартизації України
- 5 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

**Право власності на цей національний стандарт належить державі.
Заборонено повністю чи частково видавати, відтворювати
здля розповсюдження і розповсюджувати як офіційне видання
цей національний стандарт або його частини на будь-яких носіях інформації без
дозволу ДП «УкрНДНЦ» чи уповноваженої ним особи**

ЗМІСТ

С.

Національний вступ.....	IV
1 Сфера застосування.....	1
2 Нормативні посилання.....	2
3 Терміни та визначення понять.....	2
4 Суть методу	3
5 Апаратура.....	4
6 Підготовка реометрів.....	5
6.1 Налаштування.....	5
6.2 Установлення нульового проміжку	6
7 Підготовка проб.....	6
7.1 Процедура нагрівання в'язких речовин у разі підготовки за температури вище ніж 100 °С.....	7
7.2 Процедура нагрівання в'язких у разі підготовки за температури нижче ніж 100 °С.....	7
7.3 Умови виготовлення та зберігання зразків.....	8
7.3.1 Використання форм або листових матеріалів.....	8
7.3.2 Використання пробірок.....	9
8 Проведення випробування.....	9
8.1 Розміщення зразка на реометрі.....	9
8.2 Налаштування проміжку.....	10
8.3 Вибір параметрів температури та частоти.....	10
8.4 Процедура випробування.....	12
9 Вираження результатів.....	14
10 Точність.....	14
11 Протокол випробування.....	14
Додаток А (довідковий) Процедура перевірки температури	16
Додаток В (довідковий) Визначення часу встановлення рівноваги.....	17
Додаток С (довідковий) Визначення в'язкопружного лінійної області.....	18

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей національний стандарт ДСТУ EN 14770:201_ (EN 14770:2012, IDT) «Бітум та бітумні в'язучі. Визначення модулю зсуву та фазового кута з використанням динамічного зсувного реометра», прийнятий методом перекладу, — ідентичний щодо EN 14770:2012 (версія en) «Bitumen and bituminous binders — Determination of complex shear modulus and phase angle — Dynamic Shear Rheometer (DSR)».

Технічний комітет стандартизації, відповідальний за цей стандарт в Україні, — ТК 307 «Автомобільні дороги і транспортні споруди».

Цей стандарт розроблено відповідно до чинного законодавства України.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

— слова «цей європейський стандарт» та «цей документ» замінено на «цей стандарт»;

— структурні елементи стандарту: «Титульний аркуш», «Зміст», «Передмову», «Національний вступ», першу сторінку та «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації України;

— вилучено «Передмову» до EN 14770:2012 як таку, що безпосередньо не стосуються технічного змісту цього стандарту;

— у розділі 2 «Нормативні посилання» наведено «Національне пояснення», виділене рамкою;

— вилучено «Бібліографію», оскільки в тексті цього стандарту відсутні посилання на вказані в ній стандарти.

Позначки одиниць фізичних величин відповідають комплексу стандартів ДСТУ ISO 80000.

Копії нормативних документів, на які є посилання в цьому стандарті, можна отримати в Національному фонді нормативних документів.

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

Бітум та бітумні в'язучі
ВИЗНАЧЕННЯ МОДУЛЮ ЗСУВУ ТА ФАЗОВОГО КУТА З
ВИКОРИСТАННЯМ ДИНАМІЧНОГО ЗСУВНОГО РЕОМЕТРА

Bitumen and bituminous binders
DETERMINATION OF COMPLEX SHEAR MODULUS AND PHASE
ANGLE USED DYNAMIC SHEAR RHEOMETER

Чинний від 201X—XX—XX

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює ряд методів з використанням динамічного зсувного реометра (ДСР), який здатний вимірювати реологічні властивості бітумних в'язучих. Метод передбачає визначення комплексного модулю зсуву та фазового кута в'язучих в діапазоні досліджуваних частот і температур при поворотно-коливальному зсуві.

За результатами випробування можна розрахувати стандартний комплексний модуль зсуву $|G^*|$ та фазовий кут δ за заданої температури та частоти, а також характеристики G' , G'' , J' та J'' комплексного модуля зсуву та комплексної пружної деформації.

Цей метод застосовують для незістарених, зістарених та відновлених бітумних в'язучих, бітумів, розріджених летким розчинником та бітумних в'язучих, виділених з емульсій.

Попередження. Під час проведення випробування за цим стандартом, можливе використання небезпечних речовин, операцій та обладнання. Цей стандарт не передбачає розгляду всіх небезпечних ситуацій, пов'язаних з його застосуванням. Відповідальність за виявлення небезпеки і встановлення заходів щодо забезпечення техніки безпеки та охорони здоров'я, а також визначення обмежень щодо застосування цього стандарту несе його користувач.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

Наведені нижче нормативні документи необхідні для застосування цього стандарту. У разі датованих посилань застосовують тільки наведені видання. У разі недатованих посилань потрібно користуватись останнім виданням нормативних документів (разом зі змінами).

EN 1427 Bitumen and bituminous binders — Determination of the softening point — Ring and Ball method

EN 12594 Bitumen and bituminous binders — Preparation of test samples

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

EN 1427 Бітум та бітумні в'язучі — Визначення температури розм'якшеності — Метод кільця і кулі

EN 12594 Бітум та бітумні в'язучі — Підготовка проб для випробування

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

У цьому стандарті встановлено такі терміни та визначення понять.

3.1 стандартний комплексний модуль зсуву $|G^*|$ (norm of the complex shear modulus $|G^*|$)

Відношення максимального напруження до максимальної деформації за гармонійних синусоїдальних коливань

3.2 фазовий кут δ (*phase angle δ*)

Часова різниця між фазами прикладання навантаження та реалізованою деформацією за гармонійних синусоїдальних коливань

3.3 стандартна комплексна пружня деформація $|J^*|$ (*norm of the complex compliance $|J^*|$*)

Відношення максимальної деформації до максимального напруження за гармонійних синусоїдальних коливань

Примітка. Дійсними частинами комплексного модуля зсуву $|G^*|$ та комплексної пружної деформації $|J^*|$ відповідно є G' та J' , які пов'язані з еластичними властивостями матеріалу та являють собою збережену енергію за один цикл зсуву. Це є комплексним модулем зсуву або комплексною пружною деформацією, помножені на косинус фазового кута, виражений в градусах.

Уявними частинами комплексного модуля зсуву та комплексної пружної деформації відповідно є G'' та J'' , які пов'язані з в'язкими властивостями матеріалу та являють собою енергію, витрачену за один цикл зсуву. Це є комплексний модуль зсуву або комплексна пружна деформація, помножений на синус фазового кута, виражений в градусах.

3.4 ізотерма

Рівняння або крива на графіку, що відображає поведінку матеріалу за постійної температури

3.5 ізохрона

Рівняння або крива на графіку, що відображає поведінку матеріалу за постійної частоти

3.6 область лінійної в'язкопружньої поведінки

Область, в якій комплексний динамічний (зсувний) модуль не залежить від напруження (зсуву) або деформації.

4 СУТЬ МЕТОДУ

До досліджуваного бітумного зразка, який розміщено в терморегульованій випробувальній геометрії, застосовують поворотно-коливальний зсув до відомого напруження. Вимірюють деформацію в'язучого, що є реакцією на напруження. Як альтернатива, до досліджуваного зразка застосовують поворотно-коливальний зсув до відомої деформації та вимірюють напруження зсуву.

За винятком певних випадків, випробування проводять в області лінійної в'язкопружної поведінки.

5 АПАРАТУРА

Використовують звичайну лабораторну апаратуру та скляний посуд, а також наведені нижче.

5.1 Динамічний зсувний реометр (ДСР) із вбудованою системою контролю температури або приладами контролю температури, з можливістю контролю температури за мінімального діапазону від 5 °С до 85 °С з точністю до $\pm 0,1$ °С впродовж всього випробування. Реометр повинен бути обладнаний паралельними пластинами з постійним проміжком за площею пластин. З метою уникнення температурних відхилень на пластинах, система контролю температури повинна охоплювати обидві пластини. У випадку занурення досліджуваного зразка у рідину, окрім води, переконуються в тому, що рідина не впливає на властивості досліджуваного матеріалу. Реометр повинен забезпечувати визначення G^* в діапазоні від 1 кПа до 10 МПа ($\pm 2\%$) та фазового кута (δ) в діапазоні від 0° до 90° ($\pm 0,1^\circ$).

Примітка 1. Для реометрів з повітряним підшипником, а також для запобігання пошкодженню, подачу повітря до підшипника потрібно включити до вмикання приладу. Коли прилад не використовують, шпindel має бути захищений.

Примітка 2. Суміш води та гліколю є придатною під час використання рідини для занурення досліджуваного зразка. Співвідношення залежить від того, наскільки низькою є температура випробування. Реометри з використанням радіочастотного (РЧ) нагрівання та/або охолодження рідким газом або інші системи нагрівання/охолодження, потрібно використовувати згідно з інструкцією виробника.

Примітка 3. Якщо нижня пластина має такий самий діаметр як і верхня, то потрібно провести візуальну перевірку з метою забезпечення вирівнювання двох пластин по вертикалі. Якщо виникають сумніви щодо вирівнювання верхньої та нижньої пластин, то виробник або кваліфікований технік повинен вирівняти геометрію пластин.

Примітка 4. Встановлено, що діаметр від 8 мм до 25 мм та розміри проміжку від 0,5 мм до 2,0 мм є придатними для бітумних в'язких. З точки зору робочих діапазонів, пластини розміром 25 мм зазвичай придатні для модулю зсуву в діапазоні від 1 кПа до 100 кПа, а пластини 8 мм — для модулю зсуву ($|G^*|$) в діапазоні від 100 кПа до 10 МПа. Також можна використовувати пластини інших діаметрів за умови, що їх застосування не вплине на результати випробування (див. примітку 1 до 6.1), а випробування буде проведено в лінійній області (див. розділ 8).

Примітка 5. Діапазон температури випробування становить від 5 °С до 85 °С, однак, це не означає, що точні результати для всіх в'язучих обов'язково будуть отримані в даному діапазоні (див. примітку 4 до 5.1 та примітку 1 до 6.1). Крім того, температура за межами цього діапазону, також може бути використана, за умови, що результати випробування не залежать від відповідності обладнання.

5.2 Форми, листові матеріали або пробірки для підготовки зразків до випробування. Форми або листові матеріали мають бути вироблені з силікону або аналогічного матеріалу, до якого не прилипає досліджуваний зразок. Пробірки або ємності мають бути виготовлені з відповідного матеріалу та мати необхідні розміри.

Примітка. Потрібно уникати використання мастила або інших антиприлипальних матеріалів, оскільки вони можуть вплинути на прилипання зразка до пластин реометра.

5.3 Термокамера, вентильована лабораторна модель з можливістю контролю температури в діапазоні від 50 °С до 200 °С з точністю до ± 5 °С.

6 ПІДГОТОВКА РЕОМЕТРІВ

6.1 Налаштування

Реометр налаштовують у послідовності, зазначеній в інструкції виробника, включаючи процедуру вибору і встановлення правильної геометрії та проміжку. За можливості з меню програмного забезпечення вибирають відповідний діапазон коливань. Вибрана геометрія повинна забезпечувати визначення робочого модулю зсуву.

Примітка 1. Вибір геометрії системи може вплинути на точність результатів. Виробник може визначити робочі границі, і ця інформація може бути доступною, в іншому випадку вони можуть бути визначені шляхом випробування зразка в широкому діапазоні температур з використанням всієї випробувальної геометрії, та побудови графіку $|G^*|$ або фазового кута (δ) від частоти. Якщо різниця між графіками для кожної геометрії є більшою ніж 15 %, це вказує на те, що відповідність пов'язана з одним або декількома елементами геометрії. Вибрана геометрія (її), яка показує більш швидке зниження $|G^*|$, або зниження кута нахилу фаз, свідчить про досягнення границі точності. Так само, для багатьох реометрів, що використовують згідно цього стандарту, незалежно від вибраної геометрії, значення $|G^*|$, що перевищують 10^8 Па, викликають сумніви. Програмні поправки до жорсткості можуть бути допустимими у разі відповідного підтвердження оператором.

Примітка 2. Реометр та систему контролю температури потрібно регулярно калібрувати згідно з процедурою забезпечення якості в лабораторії. Калібрування реометра та системи контролю температури можна виконувати згідно з

національними стандартами. Також доцільно через регулярні інтервали часу перевіряти точність системи контролю температури сертифікованими приладами вимірювання температури. Потрібно звернути увагу на те, що зовнішні прилади зчитують точне значення температури тільки за умови їх правильного калібрування. Процедуру перевірки температури наведено в додатку А.

Примітка 3. Якщо час досягнення температурної рівноваги замалий, то температура досліджуваного зразка може відрізнятись від температури, зчитаної приладом. Послідовність визначення часу досягнення температурної рівноваги наведено у додатку В.

6.2 Установлення нульового проміжку

Нульовий проміжок між пластинами установлюють перед завантаженням досліджуваного зразка, при цьому обидві пластини повинні мати однакову температуру.

До установлення досліджуваного зразка пластини реометра готують шляхом обережного очищення відповідним розчинником та м'якою тканиною чи папером. Заборонено використовувати металеві або інші матеріали, що можуть пошкодити поверхню пластин; також слід запобігати згинанню валу верхньої пластини.

Примітка. Встановлено, що для паралельної геометрії пластин проміжок з розмірами в діапазоні від 0,5 мм до 2,0 мм є придатним для бітумних в'язучих в діапазоні температур від 5 °С до 85 °С. Для пластин діаметром 25 мм рекомендований розмір проміжку становить 1 мм, для пластин діаметром 8 мм — 2 мм. Установлений проміжок змінюється з температурою, тому для врахування цих змін потрібно вживати відповідні заходи. Якщо ДСР має автоматичну функцію коригування проміжку, то проміжок може бути встановлений для будь-якої температури в межах необхідного діапазону. Якщо ДСР не має функції коригування проміжку, то проміжок потрібно встановити за декількох різних середніх температур, які не більше ніж на 15 °С відрізняються від границь досліджуваного діапазону. Необхідно повідомляти про використаний спосіб коригування проміжку для температур, що відрізняються від температури встановленого проміжку. Один із способів полягає у встановленні проміжку за кожної температури випробування, інший — у застосуванні програмного коригування.

7 ПІДГОТОВКА ПРОБ

Попередження. Згідно цього стандарту виконують підготовку приладу та в'язучих за дуже високих температур. Під час роботи з гарячими в'язучими потрібно завжди використовувати захисні рукавички та окуляри, а також уникати контакту з будь-якою відкритою ділянкою шкіри.

7.1 Процедура нагрівання в'язучих при підготовці за температури вище ніж 100 °С

Цю процедуру застосовують для всіх в'язучих, окрім розріджених та в'язучих, виділених з емульсій. Якщо температура розм'якшеності в'язучого невідома, то її визначають згідно з EN 1427. Чистий, окиснений або спеціальний бітум підготовляють згідно з EN 12594.

Примітка. Якщо відомості про специфікацію в'язучого матеріалу були відомі, можна використати дані верхньої межі температури розм'якшеності.

Потрібно запобігати тривалому нагріванню зразка об'ємного в'язучого та використовувати час нагрівання згідно з EN 12594 як максимальний час до відбирання суб-проби. Для дуже великих об'ємних зразків доцільно розділяти в'язуче на менші зразки після їх нагрівання та ретельної гомогенізації. Зразок розміщують в термокамері, розігрітій до температури на $(85 \pm 5) ^\circ\text{C}$ вище температури розм'якшеності в'язучого або до температури $180 ^\circ\text{C}$, в залежності від того, яка з цих температур є нижчою. Для в'язучих, модифікованих полімерами, температура повинна відповідати вимогам EN 12594.

Зразки в'язучого не можна повторно нагрівати більше ніж два рази.

Час повторного нагрівання для суб-проби повинен відповідати наступним вимогам:

- масою від 50 г до 100 г — не більше ніж 30 хв;
- масою від 100 г до 500 г — не більше ніж 1 год;
- масою від 500 г до 1 кг — не більше ніж 2 год.

7.2 Процедура нагрівання в'язучих при підготовці за температури нижче ніж 100 °С

Цю процедуру застосовують для розріджених в'язучих та в'язучих, виділених з емульсій. В'язуче впродовж мінімального часу обережно нагрівають до досягнення ним текучості достатньої для приготування менших зразків або для безпосередньої підготовки форм зразків для

прДСТУ EN 14770:201_

дослідження. В'язучий матеріал не можна нагрівати до температури вище ніж 100 °С.

Примітка. Зазвичай достатнім є нагрівання в'язучого до температури розм'якшеності. Для високомодифікованих в'язучих, виділених з емульсій, більш доцільною може бути температура близька до 100 °С. Для відбирання від основної маси невеликої кількості дуже в'язких зразків та одночасного розміщення їх на пластині реометра можна використати шпатель.

Зразки в'язучого не можна повторно нагрівати більше ніж два рази.

7.3 Умови виготовлення та зберігання зразків

7.3.1 Використання форм або листових матеріалів

Форми або листові матеріали можна використовувати для всіх типів в'язучих.

Після нагрівання в'язучого виконують його перемішування шпателем для забезпечення однорідності (особливо для в'язучих, модифікованих полімерами) та відбирають суб-пробу зручного та безпечного розміру в обсязі, що на 50 % більше ніж достатній для підготовки потрібної кількості досліджуваних зразків.

В'язуче наливають у форми або безпосередньо на листи. Вибирають одну або декілька випробувальних форм, що забезпечать достовірні вимірювання з вибраним випробувальним апаратом. Зразки у формах, після охолодження до температури навколишнього середовища, зрізають до потрібної висоти з використанням відповідного інструменту та зберігають за температури довкілля. Зразки, що вміщують леткі речовини, потрібно накрити.

Примітка. Шляхом контролювання маси в'язучого, що наливають у форми, потрібно максимально попередити зрізання.

Потрібно дотримуватись наступних найменших та найбільших термінів зберігання перед видаленням з форм та випробуванням:

Найменший час витримування:

— 2 год для чистого бітуму;

— 12 год для БМП.

Найбільший час витримування:

— 3 дні незалежно від типу в'язучого.

7.3.2 Використання пробірок

Пробірки не можна використовувати для в'язучих, модифікованих полімерами.

Після нагрівання в'язучого виконують його перемішування шпателем для забезпечення однорідності та відбирають суб-пробу зручного та безпечного розміру в обсязі, що на 50 % більше ніж достатній для підготовки потрібної кількості досліджуваних зразків.

Визначену кількість суб-проби наливають в пробірки, заповнюючи їх до верху, і накривають кожну пробірку кришкою. Заповнюють достатню кількість пробірок для випробування в'язучого та можливого повторного випробування. Перед використанням закриті пробірки зберігають за температури довкілля.

8 ПРОВЕДЕННЯ ВИПРОБУВАННЯ

8.1 Розміщення зразка на реометрі

Під час використання пробірок температуру обох пластин встановлюють на рівні температури довкілля. Пробірку нагрівають до температури, що на $(85 \pm 5)^\circ\text{C}$ вище температури розм'якшеності в'язучого (для розріджених в'язучих та в'язучих, виділених з емульсії, — не більше ніж 100°C). В'язуче перемішують, для забезпечення однорідності, та наливають достатню його кількість з пробірки на випробувальну геометрію, з певним надлишком для вибраної випробувальної геометрії. Видаляють в'язуче, що залишилося у пробірці. За необхідності потрібну кількість в'язучого зважують безпосередньо приблизного по центру використовуваної випробувальної геометрії.

Потрібно виконати стабілізування впродовж не менше ніж 2 год.

У разі використання форм або листового матеріалу, перед розбиранням форм зразки можна витримати в холодильнику (за

прДСТУ EN 14770:201_

температури близько 5 °С) впродовж не більше ніж 30 хв. Розбирання форм та завантаження на реометр потрібно виконати одразу після виймання з холодильника.

Для забезпечення задовільного зчеплення досліджуваного зразка з пластинами виконують повторне нагрівання обох пластин реометра впродовж не менше ніж 30 хв. за температури, що на (20 ± 5) °С вище температури розм'якшеності в'язучого або до температури (90 ± 5) °С, в залежності від того, яка з них є нижчою. Якщо верхня пластина не має підігріву, то її можна нагріти шляхом контакту з нижньою пластиною та/або за рахунок використання водяної бані.

Примітка 1. Можна використовувати альтернативні температури для обох пластин, за умови, що між в'язучим та пластиною забезпечується адгезія і в'язуче є достатньо текучим для досягнення заданого проміжку.

Примітка 2. Необхідно з обережністю відноситись до забезпечення адгезії в'язучого до випробувальної геометрії реометра.

8.2 Налаштування проміжку

Товщину досліджуваного зразка доводять до величини обраного проміжку із запасом від 0,025 мм до 0,050 мм (для геометрії з паралельними пластинами). Витримують за температури склеювання не менше ніж 5 хв та зрізують залишки в'язучого ножем, шпателем або спеціальним інструментом для зрізання. Після зрізання піднімають або опускають протилежну пластину до заданого проміжку ($\pm 0,01$ мм). На цьому етапі зрізання не виконують. Якщо досліджуваний зразок не вкриває всю вимірювальну пластину (позначається незначною випуклістю по контуру досліджуваного зразка), то зразок видаляють, повторно готують пластини реометра та новий зразок для випробування. Уесь процес не повинен тривати більше ніж 10 хв.

8.3 Вибір параметрів температури та частоти

Установлюють реометр для випробування в поворотно-коливальному режимі для забезпечення динамічної реакції від досліджуваного зразка.

Вибирають температури випробування, що відповідають досліджуваному в'язучому. Як правило, діапазон становитиме від 25 °С до 85 °С. У цьому діапазоні потрібно вибрати необхідну температуру, таким чином щоб в'язучому можна було дати адекватну оцінку без підвищення температури більше ніж на $(10 \pm 0,1)$ °С. Перед випробуванням за кожної температури досліджуваний зразок вирівнюють у межах випробувальної геометрії. Час установлення температурної рівноваги між температурами випробування потрібно зазначати у протоколі.

Примітка 1. Процедура, наведена у додатку В, є корисною при визначенні необхідного часу для вирівнювання температури досліджуваного зразка. Для більшості реометрів та більшості цілей тривалість установлення рівноваги від 10 хв до 20 хв є достатньою у випадках завантаження проміжків та від 25 хв до 35 хв — циліндричних зразків.

Примітка 2. Якщо технічних границь роботи апаратури не буде досягнуто, то, окрім за вказаних температур, випробування можна виконати за альтернативних та/або додаткових температур.

Примітка 3. Необхідно бути обережним під час випробування за більш низьких температур, для того, щоб на виміряні значення комплексних модулів зсуву не впливала відповідна апаратура/геометрія або розчеплення досліджуваного зразка з плитами.

Примітка 4. Для в'язучих, що схильні до кристалізації у вибраному діапазоні температур, результати піддаються впливу зміни температури зразка, встановленого на реометр. У цих випадках зразок потрібно повільно охолоджувати (не більше ніж 2 °С/хв) до низької «рекомендованої» температури (наприклад, 10 °С для бітуму, модифікованого кополімером, включаючи етилен), і, в подальшому, стабілізувати за цієї температури. Всі випробування за температури, що є вищою за цю температуру, в подальшому потрібно виконувати в послідовності від низької до високої, а всі випробування за нижчої температури потрібно виконувати від цієї температури вниз. Дана швидкість зміни температури може становити 1 °С/хв.

Вибирають діапазон частот і кількість частот випробування. Вибирають окремі частоти випробування (в межах від 0,1 Гц до 10,0 Гц) або діапазон частот випробування. Для діапазону частот потрібно вказати не менше ніж два десятки частот, при цьому кожна окрема частота повинна бути задана з точністю до $\pm 10\%$ від установленого значення.

Примітка 5. Для більшості цілей було визнано придатним застосування десяти рівномірних логарифмічних стадій у діапазоні від 0,1 Гц до 10,0 Гц, включаючи 0,1 Гц та 10,0 Гц.

Деформацію (або напруження) вибирають таким чином, щоб випробування досліджуваного зразка за обраної температури та діапазону частот виконувалось в лінійній області (див. додаток С). Якщо використовують декілька випробувальних геометрій, то для кожної з них потрібно перевірити, щоб вибраний діапазон деформацій (або напружень) залишався в достатньому діапазоні вимірювання апарату.

8.4 Процедура випробування

Випробування починають за першої вибраної температури, поступово переходячи від найнижчої частоти до найвищої. Після завершення випробування за першої температури випробування, переходять до наступної температури випробування зі швидкістю її підвищення не більше ніж 5 °С/хв. Випробування продовжують до тих пір, поки комплексний модуль зсуву не буде знаходитись за границями вибраної випробувальної геометрії.

Після досягнення меж відповідності (див. примітку 1 до 6.1), випробування потрібно зупинити, і використати нову випробувальну геометрію для продовження випробування за наступних температур. Для цього потрібно використовувати новий зразок з того ж матеріалу. Підготовку нової випробувальної геометрії виконують згідно з процедурою підготовки першої випробувальної геометрії, а перша випробувальна температура повинна відповідати температурі, за якої на вимірювання модуля зсуву не впливала відповідність апаратури. Випробування з новою випробувальною геометрією потрібно продовжувати за інших температур випробування або до тих пір, поки вимірювання комплексного модуля зсуву не вийдуть за границі випробувальної геометрії. З метою мінімізації зміни властивостей в'язучого, для будь-якої випробувальної геометрії випробування потрібно виконати впродовж 6 год.

Примітка 1. Можливо, буде зручно виконати випробування за всього діапазону температур з використанням однієї випробувальної геометрії, а потім

проаналізувати результати та визначити температуру, за якої потрібно застосувати другу або більше випробувальних геометрій.

Температура, за якої використано обидві випробувальні геометрії, є температурою перекривання, і її використовують для визначення критеріїв прийнятності. Розглядають значення комплексного модуля зсуву ($|G^*|$) та фазового кута (δ), отриманих за температури перекривання, використовуючи дві різні випробувальні геометрії, та застосовують критерії прийнятності наступним чином:

а) значення $|G^*|$ за частоти випробування не повинно відрізнятися від середнього значення $|G^*|$, отриманого за використання двох геометрій, більше ніж на 15 %;

б) значення δ за частоти випробування не повинно відрізнятися від середнього значення δ , отриманого за використання двох геометрій, більше ніж на 3° .

Якщо будь-який з перелічених вище критеріїв не виконується, то потрібно повторити все випробування. Якщо для одного досліджуваного зразка має місце більше ніж одна температура перекриття, то наведені вище критерії повинні виконуватися за кожної температури перекриття.

Якщо не було виконано зміну геометрії, то використовуючи ту ж геометрію потрібно повторити випробування нового зразка за однієї з температур випробування. Якщо наведені вище критерії прийнятності не виконуються, то повторюють все випробування.

Будують ізотерми $|G^*|$ (Па) та δ ($^\circ$) від частоти (Гц), або ізохрони $|G^*|$ (Па) та δ ($^\circ$) від температури ($^\circ\text{C}$).

Примітка 2. Відхиляють усі результати, в яких виміряне напруження знаходиться поза межами лінійної області досліджуваного в'язучого, або результати на які вплинула відповідність апаратури.

Примітка 3. За необхідності можуть бути побудовані також інші параметри.

9 ВИРАЖЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

Потрібно повідомити про випробувальну геометрію та умови деформації або напруження, що використовували під час випробування.

Повідомляють про частоту (ω) та температуру (T) випробування, значення комплексного модуля зсуву ($|G^*|$) в Паскалях, до трьох значущих цифр, і значення фазового кута (δ), в градусах, з точністю до $0,1^\circ$.

За можливості (а також у випадку виконання розгорткування за частотою), будують ізотерми $|G^*|$ (Па) або J^* (1/Па) та δ ($^\circ$) від частоти (Гц), та долучають їх до протоколу випробування.

Примітка. Додатково до вказаних можуть бути наведені інші параметри.

10 ТОЧНІСТЬ

Точність цього методу випробування ще не встановлена. Однак, випробування, які виконані за умовами збіжності, повинні відповідати критеріям прийнятності, зазначеним у розділі 8.

Примітка 1. Випробування за умовами відтворюваності виконували з використанням аналогічного методу AASHTO відповідно до протоколів SHRP та RILEM, застосовуючи той же метод з використанням ряду в'язучих. Попередні дані полягають в тому, що випробування орієнтовно є настільки ж точним, як і випробування з визначення температури розм'якшеності.

Примітка 2. Результати RILEM з вимірювання комплексного модулю зсуву і фазового кута з використання ДСП з паралельними пластинами діаметром 25 мм, за проміжку 1 мм, та діаметром 8 мм, за проміжку 2 мм, показали, що:

— відтворюваність $|G^*|$ може бути досягнуто в діапазоні нижче ніж 10 %, незалежно від типу в'язучого — чистого або модифікованого, та його стану — вихідного, зістареного згідно з RTFOT або PAV.

— відтворюваність фазового кута може бути досягнуто в діапазоні нижче ніж 5 %, незалежно від типу в'язучого — чистого або модифікованого, та його стану — вихідного, зістареного згідно з RTFOT або PAV.

11 ПРОТОКОЛ ВИПРОБУВАННЯ

Протокол випробування повинен містити наступну інформацію:

a) посилання на цей стандарт;

b) тип досліджуваного в'язучого та інформацію для його повної

ідентифікації;

с) дотримання умов випробування, включаючи час устанавлення температурної рівноваги;

d) результат випробування (див. розділ 8);

e) будь-яке узгоджене відхилення від устанавленого методу тощо;

f) дату проведення випробування.

ПРОЦЕДУРА ПЕРЕВІРКИ ТЕМПЕРАТУРИ

Наявні температурні зміни всередині реометра та складність калібрування встановленого в ДСР приладу визначення температури обумовлюють необхідність перевіряння температури, визначеної датчиком температури ДСР. Для цього можна порівняти виміряні температури макету зразка, отримані з використанням каліброваного температурного датчика (з точністю до $\pm 0,02$ °С) і датчика температури ДСР. Як макет можна використати зразок бітумного в'язучого або силіконову пластину.

Примітка. Також можна використовувати спеціально розроблені термометри, які, для перевірки температури, можна вставити між пластинами.

Згідно з стандартною процедурою готують макет зразка або використовують силіконову пластину. Макет зразка використовують для контрольного вимірювання температури (вимірювання з використанням ДСР не будуть дійсними, якщо в бітумному в'язучому встановлено датчик температури). В камері встановлюють мінімальну температуру, що буде використана під час випробування, і очікують до досягнення температурної рівноваги. Зчитують температуру ДСР та температуру макету зразка. Випробування повторюють підвищуючи температуру з кроком не більше ніж 6 °С охоплюючи весь діапазон температур випробування. Різниця між датчиком температури та температурою датчика ДСР залежить від температури, а також випробувальної геометрії.

Якщо різниця між двома показаннями більше ніж 0,1 °С, то застосовують відповідне температурне коригування до вимірювання температури датчиком ДСР.

ВИЗНАЧЕННЯ ЧАСУ ВСТАНОВЛЕННЯ РІВНОВАГИ

Для зразка бітумного в'язучого потрібно досягти встановлення температурної рівноваги. Для різних реометрів, в залежності від їх конструкції, типу нагрівального приладу та середовища, час встановлення рівноваги є різним.

Час встановлення рівноваги може бути визначений шляхом моніторингу G^* з часом. Фазовий кут не дуже чутливий до змін температури і не може бути використаний для цієї мети. Щоб визначити час установаження рівноваги, зразок в'язучого розміщують в ДСР та розпочинають випробування за заданої частоти згідно з наведеною процедурою. Фіксують час, потрібний для приведення G^* до постійного значення, і додають від 2 хв до 5 хв. Сума — це час встановлення рівноваги.

Примітка. В результаті вібрації тривалі вимірювання можуть призвести до внутрішнього нагрівання зразка.

ДОДАТОК С(довідковий)
ВИЗНАЧЕННЯ В'ЯЗКОПРУЖНОЇ ЛІНІЙНОЇ ОБЛАСТІ

Визначення лінійної області потрібно виконувати для кожної обраної геометрії.

Для цього потрібно використовувати конкретний досліджуваний зразок.

Для заданої геометрії визначення лінійної області за всього вибраного діапазону температур, з метою вибору відповідного рівня деформації, щонайменше повинно складатися з:

— розгорнутої деформації (або напруження) за найнижчої температури та за найвищої частоти;

— розгорнутої деформації (або напруження) за найвищої температури та за найнижчої частоти.

Для перебування в лінійній області, значення G' та G'' не повинні відрізнятися більше ніж на 5 % від початкового значення за вибраного діапазону напруження або деформації. Початкове значення може бути прийняте як перетинання лінії регресії, що відповідає першим виміряними значенням.

Для більшості в'язучих було встановлено, що випробування в діапазоні деформацій від 0,005 до 0,100 лежить в межах лінійної області. Проте для в'язучих, модифікованих полімерами, та хімічно модифікованих в'язучих, лінійний діапазон може бути набагато меншим.

Якщо в'язуче подібне до в'язучих, вже перевірених на тому ж апараті, то можна провести спрощену процедуру визначення лінійної області, наприклад, вибравши лише одну температуру для кожної випробувальної геометрії.

Код УКНД: 75.140; 91.100.50; 93.080.20

Ключові слова: бітум, бітумне в'язуче, бітумінозні матеріали, дорожньо-будівельні матеріали, зсувний реометр, модуль зсуву, сполучальні речовини, фазовий кут.
