



## НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

---

**ДСТУ EN 12697-11:201\_  
(EN 12697-11:2012, IDT)**

**Бітумоїнеральні суміші. Методи випробувань гарячих  
асфальтобетонних сумішей.**

**Частина 11. Визначення зчеплюваності між мінеральним  
матеріалом і бітумом  
(Проект, перша редакція)**

Київ  
ДП «УкрНДНЦ»  
201\_

## ПЕРЕДМОВА

1 РОЗРОБЛЕНО: Державне підприємство «Державний дорожній науково-дослідний інститут імені М. П. Шульгіна» (ДП «ДерждорНДІ»), ТК 307 «Автомобільні дороги і транспортні споруди».

2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Державного підприємства «Український науково-дослідний і навчальний центр проблем стандартизації, сертифікації та якості» від «\_\_\_» \_\_\_\_\_ р. № \_\_\_\_\_ з 201X-XX-XX

3 Національний стандарт відповідає EN12697-11:2012 «Bituminous mixtures. Test methods for hot mix asphalt. Determination of the affinity between aggregate and bitumen (Бітумомінеральні суміші. Методи випробувань гарячих асфальтобетонних сумішей. Частина 11. Визначення зчеплюваності між мінеральним матеріалом і бітумом). Усі права щодо використання європейських стандартів у будь-якій формі й будь-яким способом залишаються за СЕН

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  
задля 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.**

ДП «УкрНДНЦ», 201X

## Зміст

С.

Бітумомінеральні суміші. Методи випробувань гарячих асфальтобетонних сумішей. ....	I
НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП .....	V
Бітумомінеральні суміші. Методи випробувань гарячих асфальтобетонних сумішей. ....	1
1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ .....	1
2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ.....	2
3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ .....	3
4 ПРИНЦИП .....	4
5 МЕТОД ОБЕРТАННЯ ПЛЯШКИ .....	5
5.1 Обладнання .....	5
5.2 Приготування зразків для випробування.....	9
5.3 Кондиціонування.....	13
5.4 Методика проведення .....	13
5.5 Розрахунок і представлення результатів .....	16
5.6 Звіт.....	16
6 СТАТИЧНИЙ МЕТОД.....	18
6.1 Обладнання .....	18
6.2 Розчинник та інші матеріали .....	18
6.3 Приготування зразків для випробування.....	18
6.4 Методика проведення .....	18
6.5 Розрахунок і представлення результатів .....	20
6.6 Протокол .....	20

III

7 СПОСІБ ВІДШАРУВАННЯ КИП'ЯТІННЯМ У ВОДІ. ....	21
7.1 Загальне попередження.....	21
7.2 Обладнання та матеріали .....	22
7.3. Приготування зразків для випробування.....	24
7.4 Кондиціювання.....	26
7.5 Проведення випробування.....	26
7.6 Розрахунок і представлення результатів .....	31
7.7 Протокол випробувань .....	32
7.8 Точність .....	33
ДОДАТОК А .....	34
БІБЛІОГРАФІЯ .....	35

**НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП**

Цей національний стандарт ДСТУ EN 12697-11:201\_ (EN 12697-11:2012, IDT) «Бітумомінеральні суміші. Методи випробувань гарячих асфальтобетонних сумішей. Частина 11. Визначення зчеплюваності між мінеральним матеріалом і бітумом», прийнятий методом перекладу, - ідентичний щодо EN 12697-11:2012 (версія en) «Bituminous mixtures. Test methods for hot mix asphalt. Part 11: Determination of the affinity between aggregate and bitumen».

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

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

- слова «цей європейський стандарт» замінено на «цей стандарт»;
- структурні елементи стандарту: «Титульний аркуш», «Передмову», «Національний вступ», першу сторінку, «Терміни та визначення понять» і «Бібліографічні дані» - оформлено згідно з вимогами національної стандартизації України;
- у розділі 2 та «Бібліографії» наведено «Національне пояснення», виділене рамкою;
- зі «Вступу» до EN 12697-11:2012 у цей «Національний вступ» внесено все, що безпосередньо стосується цього стандарту;
- вилучено «Передмову» до EN 12697-11:2012 як таку, що безпосередньо не стосується технічного змісту цього стандарту.

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

**НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ****Бітумомінеральні суміші. Методи випробувань гарячих асфальтобетонних сумішей.****Частина 11. Визначення зчеплюваності між мінеральним матеріалом і бітумом**

Bituminous mixtures. Test methods for hot mix asphalt.

Part 11. Determination of the affinity between aggregate and bitumen

Чинний від 201X-XX-XX**1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ**

Цей стандарт встановлює методи визначення зчеплюваності між заповнювачем і бітумом та її впливу на схильність бітуму до відшарування від заповнювача. Ця властивість призначена для допомоги розробнику при підборі складу суміші, а не як випробування певного типу суміші. Схильність до відшарування бітуму, що визначається цими методами, є непрямою оцінкою міцності зчеплюваності в'язучого з різними заповнювачами або різних в'язучих з певним заповнювачем. Дані методи також можуть бути використані для оцінки впливу води на певну суміш заповнювача та в'язучого, що вміщує рідкі адгезійні добавки типу амінів або мінеральні матеріали(гашене вапно або цемент) або без них.

За методом обертання в плящі сумісність визначається візуальною оцінкою ступеня покриття бітумом неуцільнених частинок мінеральних заповнювачів, з асфальтобетонним покриттям, після механічного перемішування у воді і обробленим в'язучим мінеральних заповнювачів.

**Примітка 1.** Випробування на основі обертання є простим, але суб'єктивним тестом і підходить для звичайних умов. Він не підходить для заповнювачів, які дуже легко піддаються стиранню.

При статичному методі випробування, зчеплюваність визначають візуальною оцінкою ступеня вкриття бітумом неущільнених частинок, після знаходження у воді, оброблених в'язучим мінеральних заповнювачів.

**Примітка 2.** Статичний тест - це простий, хоча суб'єктивний тест, який зазвичай менш точний, але який є придатним для заповнювачів з високим рівнем стирання.

В тесті на відшарування кип'ятінням у воді, зчеплюваність встановлюється шляхом оцінки рівня ступеня покриття бітумом неущільнених частинок після занурення в кип'яток в зазначених умовах оброблених в'язучим мінеральних заповнювачів.

**Примітка 3.** Тест на відшарування кип'ятінням у воді є об'єктивним випробуванням і має високу точність. Проте, це більш спеціалізований тест, оскільки вимагає більшої майстерності виконавців і в ньому використовують хімічні реагенти. Останній пункт також може вимагати дотримання додаткових заходів по дотриманню правил безпеки праці.

**Примітка 4.** Тест на відшарування кип'ятінням у воді може використовуватися для будь-яких сумішей заповнювачів та в'язучих, в яких використовується карбонатний, силікатно-карбонатний або силікатний мінеральний заповнювач.

## 2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

Наведені нижче нормативні документи, в цілому або частково, мають посилання в цьому стандарті, і є необхідними для застосування. Для датованих посилань застосовують тільки наведені видання. Для недатованих посилань потрібно користуватись останньою редакцією нормативних документів (включаючи будь-які зміни)

EN 58 *Bitumen and bituminous binders - Sampling bituminous binders*

EN 1426 *Bitumen and bituminous binders - Determination of needle penetration*

EN 12697-2 *Bituminous mixtures - Test method for hot mix asphalt - Part 2: Determination of particle size distribution*

EN 12697-35 *Bituminous mixtures - Test methods for hot mix asphalt - Part 35: Laboratory mixing*

## НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

EN 58 Асфальтобетон і асфальтобетонні в'язучі. Відбір проб асфальтобетонних в'язучих

EN 1426 Асфальтобетон і асфальтобетонні в'язучі. Визначення глибини проникнення голки

EN 12697-2:2002 Бітумомінеральні суміші. Методи випробувань гарячих асфальтобетонних сумішей. Частина 2. Визначення гранулометричного складу

EN 12697-35 Бітумомінеральні суміші. Методи випробувань гарячих асфальтобетонних сумішей. Частина 35. Лабораторне змішування

## 3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

В цьому документі використовують такі терміни та визначення.

**3.1 коефіцієнт еквівалентності кислоти до луку** (*acid/base equivalence factor*)  $f_{eq}$

Відношення об'єму луку, необхідного для нейтралізації 25 мл кислоти до вказаного об'єму кислоти.

**3.2 зчеплюваність між заповнювачем і бітумом** (*affinity between aggregate and bitumen*)

Ступінь вкриття бітумом поверхні заповнювача, що визначають візуальною оцінкою оброблених в'язучим неущільнених частинок мінеральних заповнювачів після їх механічного перемішування у воді.

**3.3 повне вкриття** (*completely coated*)

Частинки заповнювача повністю вкриті бітумом, при відсутності видимих розривів в утвореному шарі в'язучого.



### **3.4 ступінь вкриття бітумом заповнювача** (*degree of bitumen coverage*)

Середнє співвідношення між площею поверхні частинок заповнювача, що залишились вкриті бітумом після випробування, визначене у відсотках та площею поверхні частинок заповнювача оброблених бітумом (дорівнює 100 мінус відсоток відшарування).

### **3.5 нормальність** (*normality*)

Молярна концентрація, визначена в еквіваленті водню на дм<sup>3</sup> розчину

### **3.6 відсоток відшарування** (*percentage of stripping*)

Середнє відношення площі поверхні частинок заповнювача, з яких в'яжучий матеріал відшарувався під дією води, визначене у відсотках до площі поверхні частинок заповнювача оброблених бітумом.

## **4 ПРИНЦИП**

Заповнювач просівають відповідно до EN 12697-2. Заповнювач стандартних фракцій розмірами від 8 до 11,2 мм (основний комплект плюс набір 1) або від 6,3 мм до 10 мм (основний комплект плюс набір 2) промивають, сушать та змішують з бітумом до отримання рівномірного та повного покриття.

**Примітка.** Інші фракції також можуть використовуватися, але не менше, ніж фракція розміром від 2 до 4 мм. Однак, щоб уникнути утворення згустків, слід використовувати вищевказані стандартні розміри.

Для методу, викладеного в пункті 5, заповнювач вкритий бітумом вільно розміщують на металевій пластині або силіконовому папері, при температурі навколишнього середовища, ставлять на ніч, а потім розділяють на три зразки для аналізу. Кожний зразок поміщають у пляшку, заповнену водою. Пляшку закривають і поміщають у пристрій для обертання. Пляшку обертають при температурі навколишнього середовища із заданою швидкістю. Через певні інтервали часу ступінь

покриття бітумом поверхні частинок заповнювача візуально оцінюють двома операторами самостійно або за допомогою автоматизованої системи.

За методом, наведеним в пункті 6, заповнювач вкритий бітумом занурюють у дистильовану воду на 48 години і визначають кількість часток, які повністю втратили бітум.

За методом, наведеним в пункті 7 відшарування бітуму, яким був вкритий заповнювач визначають після витримки останнього в киплячій воді за заданих умов, використовуючи при цьому пристрій, який виключає місцевий перегрів. У випадку наявності хімічних речовин, ступінь вкриття бітумом визначають за допомогою калібрувальної кривої, побудованої за чітко визначеним методом. Реактивом, що використовують для карбонатних заповнювачів є соляна кислота для силікатно-карбонатного або силікатного заповнювача – флюоридна кислота.

## **5 МЕТОД ОБЕРТАННЯ ПЛЯШКИ**

### **5.1 Обладнання**

#### **5.1.1 Перевірка сита**

Сито повинно мати квадратні отвори відповідно до EN 12697-2; розміром 11,2 мм і 8 мм або 6,3 мм і 10 мм.

**Примітка.** Альтернативно можна використовувати сита з квадратними отворами розміром від 5,6 мм, 6 мм та 8 мм.

#### **5.1.2 Піч з вентиляцією**

Піч з термостатичним контролем, з діапазоном регульованої температури від 100°C до 180°C, що повинна підтримувати задану температуру (110 ± 5) °C для сушіння та прийняту температуру змішування ± 5 °C (див. 5.2.3.1).

### **5.1.3 Прилади для вимірювання температури**

#### **5.1.3.1 Прилади для вимірювання температури**

Прилади здатні вимірювати температуру води від 5 °С до 20 °С з точністю  $\pm 1$  °С.

#### **5.1.3.2 Прилади для вимірювання температури**

Прилади здатні вимірювати температуру заповнювача та бітуму в діапазоні від 110 °С до 180 °С з точністю  $\pm 2$  °С.

**Примітка.** Прилад для вимірювання температури може бути термометром або електронним вимірювальним пристроєм.

#### **5.1.4 Ваги**

Ваги, що можуть зважувати масу не менше 600 г і здатні зважувати зразок заповнювача масою 510 г з точністю  $\pm 2$  г, і ваги здатні визначити масу зразка в'яжучого від 16 до 18 г з точністю  $\pm 0,2$  г (див. 5.2.1.3 та 5.2.3.6).

**Примітка.** Ваги з "подвійним діапазоном" зважування дозволяють зважувати заповнювач та чашу з точністю  $\pm 2$  г та після віднімання маси тари дозволяють визначити масу в'яжучого, доданого в ту ж змішувальну чашу, з точністю  $\pm 0,2$  г.

#### **5.1.5 Металеві контейнери (банки)**

Контейнер придатного розміру для нагрівання бітуму та додавання адгезивної добавки.

#### **5.1.6 Змішувальна чаша**

Глазурована фарфорова чаша або чаша з іншого матеріалу з гладкою неабсорбційною поверхнею, придатна для змішування та випробування згідно пункту 5.2.

#### **5.1.7 Шпатель**

Виготовлений з металу або іншого придатного непоглинаючого матеріалу, для змішування бітуму та заповнювача.

#### **5.1.8 Силіконовий папір або металева кришка з плоскою поверхнею**

Використовують для зберігання розділеного на окремі частки та охолодженого після змішування обробленого бітумом заповнювача.

**Примітка.** Придатною може бути пласка металева кришка з висотою обода 10 мм та діаметром 300 мм.

#### **5.1.9 Холодильник**

Холодильник який здатний підтримувати температуру  $5 \pm 2$  °С.

#### **5.1.10 Пляшки для випробувань**

Виготовлені з боросилікатного скла пляшки з високою зносостійкістю.

Ємність повинна бути приблизно 500 мл. Пляшки мають бути діаметром  $80 \pm 10$  мм та висотою  $175 \pm 10$  мм. Пляшки повинні мати висоту плеча ( $110 \pm 10$ ) мм (див. рис. 1 і 2). Горловина пляшки повинна мати діаметр отвору ( $30 \pm 5$ ) мм, та бути оснащеною гвинтовою кришкою з водонепроникним покриттям.

#### **5.1.11 Сляні стрижні**

Стрижні діаметром ( $6 \pm 1$ ) мм, довжиною ( $30 \pm 10$ ) мм, з приєднаними гумовими трубками.

Гумова трубка повинна бути приєднана до одного кінця скляного стрижня таким чином, щоб довжина стрижня була подовжена на приблизно половину довжини трубки. Довжина скляного стрижня повинна бути такою, щоб стрижень з гумовою трубкою був міцно зафіксований всередині пляшки для випробувань між її низом та гвинтовою кришкою (див. рис. 3).

**Примітка.** Скляний стрижень забезпечує механічне перемішування та знижує ризик утворення згустків, що виникають в обробленому бітумом заповнювачі.

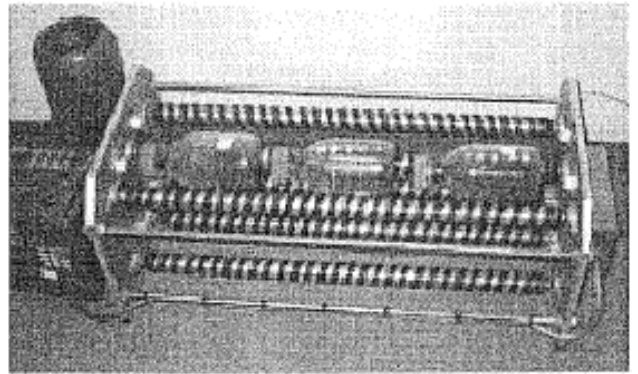
#### **5.1.12 Прилад для обертання пляшок**

Прилад здатний обертати не менше трьох тестових пляшок одночасно.

Швидкість обертання повинна регулюватися таким чином, щоб швидкість як  $40 \text{ хв}^{-1}$ , так і  $60 \text{ хв}^{-1}$  можна було отримати з точністю  $\pm 10\%$ . Прилад повинен бути розташований таким чином, щоб пляшки оберталися горизонтально з допуском  $\pm 5^\circ$ .



**Рис. 1** – Пляшка для випробувань



**Рис. 2** – Прилад для обертання пляшок

### **5.1.13 Скляні пляшки**

Пляшки об'ємом не менше 200 мл.

### **5.1.14 Випробувальні чаші**

Чаші повинні бути придатними для візуальної оцінки рівня покриття бітумом заповнювача.

Чаші повинні бути плоскими та мати діаметр та висоту достатню для того щоб помістити тестову частину ( $150 \pm 2$ ) г заповнювача в один шар і повністю оцінити досліджувану частину зануреного у воду заповнювача.

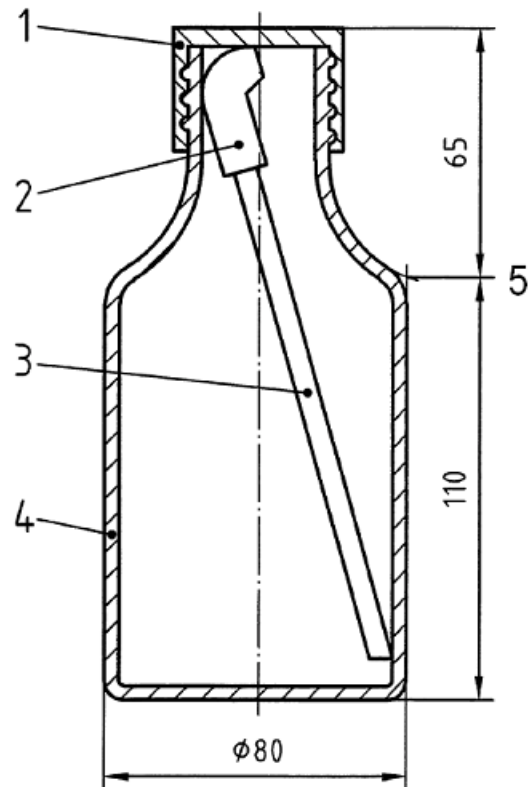
**Примітка.** Виготовлена зі скла плоскодонна "чашка Петрі" діаметром приблизно 120 мм та висотою 15 мм, може вважатися придатною.

### **5.1.15 Лампа**

Лампа що забезпечує відповідне джерело світла для полегшення візуальної оцінки покриття бітумом заповнювача.

### **5.1.15 Збільшувальне скло**

Скло з малим збільшенням, щоб полегшити визначення ступеня покриття бітумом заповнювача (необов'язково).



### Пояснення

1. Гвинтова кришка. Діаметр шийки пляшки ( $30 \pm 5$ ) мм.
2. Гумова трубка.
3. Скляний стрижень діаметром ( $6 \pm 1$ ) мм.
4. Скляна пляшка для випробувань.
5. Рівень А (плече).

**Рис. 3** – Випробувальна пляшка відповідних розмірів

## 5.2 Приготування зразків для випробування

### 5.2.1 Заповнювач

**5.2.1.1** При використанні випробувальних сит із основного набору плюс набір 1 відбирають як мінімум 600 г заповнювача, що проходить через випробувальне сито із діаметром отворів 11,2 мм і залишається на ситі із діаметром отворів 8 мм згідно з EN 12697-2, щоб отримати частку

досліджуваного заповнювача фракції 8-11 мм. Фракцію промивають водою на ситі із діаметром отворів 8 мм.

При використанні випробувальних сит із базового набору плюс набір 2 відбирають як мінімум 600 г заповнювача, що проходить через випробувальне сито із діаметром отворів 10 мм і залишається на ситі із діаметром отворів 6,3 мм згідно з EN 12697-2, щоб отримати частку досліджуваного заповнювача фракції 6-10 мм. Фракцію промивають водою на ситі із діаметром отворів 6,3 мм.

**Примітка.** Крім того може бути використана менша фракція 5-8 мм (заповнювач проходить через сито із діаметром отворів 8 мм і затримується на ситі із діаметром отворів 5,6 мм, основний комплект плюс набір 1). Проте вкриті бітумом частки меншої фракції 5-8 мм мають підвищений ризик формування згустків під час процесу обертання, що може призвести до невірних результатів тесту. Використання заповнювача фракції 5-8 мм може також ускладнити візуальне визначення ступеню покриття бітумом поверхні заповнювача. Фракції менше ніж 5-8 мм, неприйнятні для методу обертання пляшки. Таким чином найбільш придатними є заповнювачі фракції 8-11 мм або 6-10 мм.

**5.2.1.2** Заповнювач поміщають у піч з вентиляцією за температури  $(110 \pm 5)$  °C і висушать до постійної маси, тобто до отримання в результаті трьох вимірювань постійної маси, що виконують принаймні з інтервалом в одну хвилину і при цьому різниця становить менше, ніж 1%.

**Примітка.** Практичніше, якщо заповнювач сушиться протягом ночі.

**5.2.1.3** Частину заповнювача масою  $(510 \pm 2)$  г поміщають у чашу для змішування.

## **5.2.2 Бітум**

**5.2.2.1** Зразок в'яжучого, який буде використовуватись для переміщення з заповнювачем відбирають відповідно до EN 58. Зразок повинен включати будь-які модифікатори та/або адгезивні добавки в тій же пропорції в якій вони є у використаних сумішах.

**5.2.2.2** Зразок бітуму вливають у придатні металеві контейнери, які закриваються. Необхідно переконатися, що контейнери закриті.

### **5.2.3 Змішування заповнювача і бітуму**

**5.2.3.1** Температура змішування повинна бути стандартною температурою для сумішей, яку визначено в EN 12697-35.

**5.2.3.2** Заповнювач нагрівають у посудині до температури змішування, помістивши його у вентилявану піч, температура змішування встановлюється з точністю  $\pm 5^\circ \text{C}$ . Температура підтримується не менше 3 годин.

**5.2.3.3** В'яжуче нагрівають до температури змішування, помістивши контейнер з бітумом у вентилявану піч, протягом  $(3 \pm 1)$  год повинна підтримуватись температура, яка з точністю  $\pm 5^\circ \text{C}$  відповідає температурі змішування при вимірюванні поблизу в'яжучого. Перед змішуванням відкривають контейнер, перевіряють температуру в'яжучого та перемішують його.

**5.2.3.4** Якщо до бітуму потрібно додати рідку адгезивну добавку, адгезивна добавка повинна бути додана до нагрітого до температури змішування зразка бітуму масою не менше 100 г. В'яжуче та адгезивну добавку обережно змішують шпателем і негайно починають процес перемішування заповнювача з в'яжучим відповідно до пункту 5.2.3.6.

Якщо слід оцінити теплостійкість адгезійної добавки, змішування з заповнювачем здійснюють не відразу після змішування в'яжучого та адгезивної добавки.

**5.2.3.5** Якщо до мінеральної суміші потрібно додати добавку, що покращує адгезію, то її додають до зразка і ретельно перемішують шпателем перед додаванням бітуму.

Оскільки міцність зчеплювання визначають за методом, що включає механічний вплив, результат випробування може зазнавати впливу механічного зносу, ступінь якого може бути різною, при використанні модифікованого бітуму. Якщо слід оцінити ефект покращення адгезії, за рахунок застосування добавки (наприклад, цементу або гашеного вапна), то еталонний зразок повинен містити також добавку, оскільки в'яжуче, що



вкриває заповнювач без добавки швидше зтирається, ніж в'яжуче, що вкриває заповнювач змішаний з добавкою (тобто шар бітуму, що вкриває заповнювач з добавкою є більш твердим).

**5.2.3.6** При використанні заповнювача фракції 8-11 мм в чашу з заповнювачем додають порцію  $(16,0 \pm 0,2)$  г бітуму. Якщо використовують заповнювач фракції 6-10 мм, то до заповнювача додають порцію бітуму  $(17,0 \pm 0,2)$  г.

**Примітка.** Вказана кількість бітуму відповідає 3,0 % (від маси суміші) для заповнювача фракції 8-11 мм, а для заповнювача фракції 6-10 мм та 5-8 мм її підбирають таким чином, щоб забезпечити приблизно таку ж товщину плівки в'яжучого, що вкриває зерна заповнювача.

Кількість доданого бітуму коригується шляхом множення на коефіцієнт:

$$\alpha = \frac{2650 \left(\frac{\text{МГ}}{\text{М}^3}\right)}{\text{щільність заповнювача} \left(\frac{\text{МГ}}{\text{М}^3}\right)} \quad (1)$$

Якщо використовують заповнювач фракції 5-8 мм, в чашу з заповнювачем додають порцію бітуму  $(18,0 \pm 0,2)$  г.

**5.2.3.7** Заповнювач та в'яжуче інтенсивно змішують за допомогою шпателя до одержання рівномірного покриття частинок бітумом. Переконайтесь, що поверхня заповнювача повністю вкрита бітумом. Суміш бракує якщо повного (100%) вкриття бітумом не отримано. Будь-які тонкі, коричневі, напівпрозорі ділянки поверхні на краях заповнювача вважаються повністю вкритими в'яжучим.

**5.2.3.8** Суміш розподіляють на плоскій металевій пластині або силіконовому папері. Необхідно уникати наявності будь-яких згустків в обробленому бітумом заповнювачі. Потрібно, щоб матеріал був розподілений окремими частинками.

**5.2.3.9** Суміш зберігають на пластині або силіконовому папері від 12 годин до 64 годин у приміщенні за температури  $(20 \pm 5)^\circ \text{C}$ . Уникають прямого впливу сонячного світла та забруднення пилом.

### 5.3 Кондиціонування

**5.3.1** Суміш розподіляють на три зразка, вагою  $(150 \pm 2)$  г.

**5.3.2** Пляшки для випробування позначають, після чого заповнюють приблизно на 50% від об'єму дистильованою або деіонізованою водою з температурою  $(5 \pm 2)$  °С.

**Примітка.** Низька початкова температура води, перед початком обертання, попереджає утворення згустків вкритих бітумом частинок заповнювача.

**5.3.3** Зразок масою  $(150 \pm 2)$  г по одній частинці беруть зволоженими пальцями і кладуть в кожну пляшку (щоб зменшити прилипання). Пляшку до рівня плечей заповнюють дистильованою або деіонізованою водою, яка має температуру  $(5 \pm 2)$  °С (рівень А на малюнку 3).

**5.3.4** В кожну пляшку поміщають скляний стрижень, як показано на рис. 3, і закривають пляшку кришкою. Необхідно переконатися, що скляний стрижень з гумовою трубкою міцно зафіксований між дном пляшки та кришкою.

**5.3.5** Щоб уникнути утворення згустків, зазначені дії виконують згідно пунктів 5.3.3 та 5.3.4 та якомога швидше поміщають пляшки в прилад для обертання пляшок.

**Примітка.** Це особливо важливо при використанні добавки, що поліпшує адгезію.

### 5.4 Методика проведення

**5.4.1** Перед випробуванням налаштовують швидкість обертання приладу для обертання пляшок, як зазначено нижче:

Для чистого бітуму з penetрацією при 25 °С понад 100-1/10 мм, визначеною згідно EN 1426, швидкість обертання пляшок повинна бути  $40 \text{ хв}^{-1} \pm 10\%$ . Для більш в'язких, чистих в'язучих з penetрацією за температури 25 °С меншою чи рівною 100-1/10 мм, а також при застосуванні адгезивних добавок, що вводять в заповнювач швидкість обертання повинна бути  $60 \text{ хв}^{-1} \pm 10\%$ .

**Примітка.** Коли використовують добавки, що поліпшують адгезію, то вихідний зразок (без добавки) також повинен бути випробуваний на швидкості обертання  $60 \text{ хв}^{-1} \pm 10\%$ .

**5.4.2** Пляшки розміщують в приладі для обертання та починають процес обертання.

**5.4.3** Випробування виконують за кімнатної температури від 15 °С до 25 °С. Слід уникати прямого попадання сонячних променів.

**Примітка.** На початку випробування вода в пляшках повинна мати температуру  $(5 \pm 2)^\circ \text{C}$  відповідно до пункту 5.3.2. Під час першої процедури обертання температура води підвищується до вищевказаної температури приміщення.

**5.4.4** Обертання зупиняють через 6 год  $\pm$  15 хв після початку.

**5.4.5** Воду з пляшки виливають в склянку.

**5.4.6** З пляшки частинки заповнювача переміщують в тестову чашу, яку заповнюють свіжою, дистильованою або деіонізованою водою до тих пір, поки частинки не будуть вкриті водою. Чашу ставлять на білу поверхню.

**Примітка.** Мета додавання чистої води полягає у тому, щоб забезпечити оптимальне візуальне визначення покриття в'язучим частинок заповнювача.

**5.4.7** Візуально оцінюють середній ступінь покриття бітумом частинок, з округленням до 5%. Для полегшення обстеження та оцінки може використовуватись лампа. Будь-які тонкі, коричневі, напівпрозорі ділянки частинок заповнювача вважаються повністю вкритими бітумом. Якщо спостерігаються згустки це фіксується.

**Примітка 1.** Для полегшення оцінки можна додатково використовувати збільшувальне скло з малим збільшенням.

**Примітка 2.** Може спостерігатися тенденція більш високої оцінки ступеню покриття бітумом темного заповнювача в порівнянні з світлим заповнювачем. Для полегшення оцінки слід порівнювати аналогічну кількість не обробленого бітумом заповнювача, що поміщений в аналогічну чашу, заповнену водою.

**Примітка 3.** Для полегшення систематичних візуальних оцінок ступеня покриття бітумом частинок заповнювача див. Додаток А.

**Примітка 4.** Як альтернативна можуть використовуватись автоматизовані системи для визначення ступеню покриття бітумом заповнювача, за умови, що це буде задокументовано і однакові результати будуть отримані для заповнювачів близького мінералогічного складу.

**5.4.8** Із чаші для досліджень виливають воду, кладуть назад частинки заповнювача знову поміщають у пляшку та заливають їх водою, яку раніше використовували. Закривають пляшку кришкою та продовжують обертання.

**5.4.9** Повторюють пункти 5.4.2-5.4.7, але на цей раз пляшку зупиняють після (18 год  $\pm$  15 хв), всього 24 години обертання, можливий додатковий час обертання.

**5.4.10** За бажанням, додаткові спостереження виконуються після (48  $\pm$  1) год і (72  $\pm$  1) год обертання. За необхідності, протягом тривалого дослідження, обертання тимчасово зупиняють, щоб дослідження проводилось в робочі години. Якщо обертання тимчасово зупинене, вода зливається з пляшки в склянку, а заповнювач викладають з пляшки на силіконовий папір або схожу поверхню з гладким покриттям і зберігають за кімнатної температури. Уникають прямого попадання сонячних променів. При продовженні випробування, заповнювач і воду поміщають назад у пляшку. Пляшку закривають кришкою і продовжують процес обертання.

**Примітка.** Якщо проводиться дослідження суміші заповнювача і в'язучого з високою стійкістю до відшарування в'язучого, процедуру можна продовжити і включити показання після 96 годин і 168 годин.

**5.4.11** Кожна візуальна оцінка ступеня покриття в'язучим зерен заповнювача здійснюється незалежно двома операторами. Ці оператори виконують візуальну оцінку під час всього випробування. Операторам дозволяється обговорювати процес проведення оцінки, але вони не мають доступ до результатів оцінки зроблених іншим оператором.

**Примітка.** У невеликих лабораторіях оцінка за участю двох операторів може бути можлива. В таких випадках, оцінка проводиться одним оператором і в протоколі випробувань зазначається, що лише один оператор виконав візуальну оцінку.

**5.4.12** Якщо згустки частинок спостерігаються в обсязі, що перевищує 10% від загальної кількості об'єму, то результати випробування вважають не дійсним.

### 5.5 Розрахунок і представлення результатів

Для кожного виконаного випробування за результатами оцінки кожним оператором трьох різних зразків обчислюють середнє значення ступеня покриття бітумом , результат округлюють до найближчих 5%.

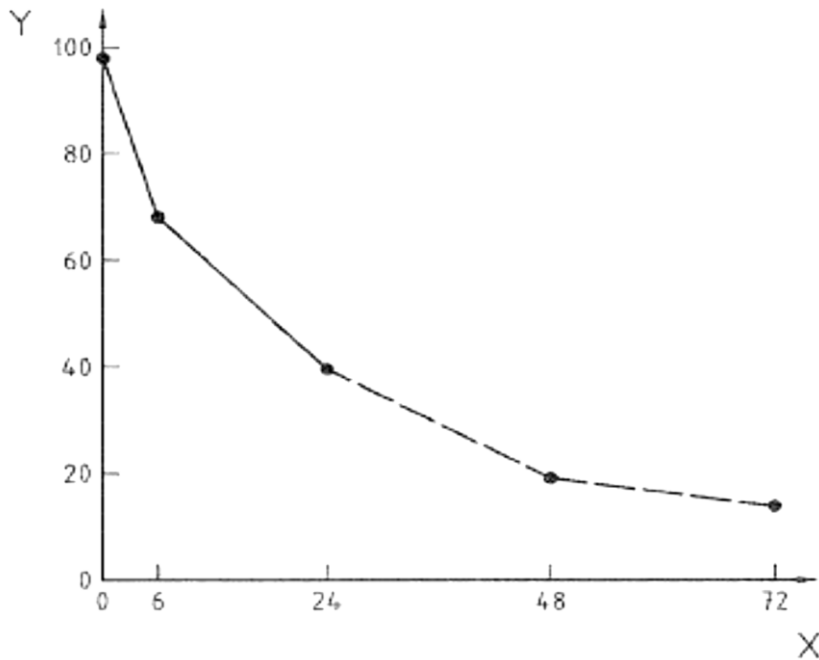
Для кожного виконаного випробування обчислюють середній ступінь покриття бітумом заповнювача (середнє значення результатів двох операторів), результат округлюють до найближчих 5%.

### 5.6 Протокол

Протокол випробувань містить таку інформацію:

- a) посилання на цей стандарт;
- b) ідентифікаційний номер зразка, дата і час випробування;
- c) вид та розмір використовуваного заповнювача;
- d) тип використовуваного бітуму;
- e) тип адгезійної добавки, якщо вона використовується;
- f) швидкість обертання пляшки;
- g) для кожного з вказаних періодів обертання (6 год. та 24 год. за необхідності 48 год. і 72 год.) вказують середнє значення ступеня покриття бітумом заповнювача( для оцінки кожного оператора). Значення вказують у відсотках (%);
- h) наявність частинок заповнювача, що утворюють згустки;
- i) примітки, які стосуються візуальної оцінки, що вважаються важливими для результату випробувань. Також вказується якщо тільки один оператор виконує візуальну оцінку;
- j) вказується, що випробування проводиться згідно цього методу.

**Примітка.** Якщо за результатами випробування побудовано графік, як показано на рис. 4, це спростить порівняння та оцінку.



### Пояснення

Y – покриття бітумом заповнювача (%)

X – час обертання (год)

**Рис.4** – Приклад графічного представлення результатів

### 5.7 Точність

Точність цього випробування ще офіційно не встановлена.

Практично отримані наступні дані про точність:

- повторюваність,  $r$ : 20%;
- відтворюваність,  $R$ : 30%.

**Примітка.** Отримана точність може залежати результату, оскільки простіше візуально оцінити значення близькі до 0% або 100%, ніж оцінити "середнього діапазону" від 25% до 75%.

## **6 СТАТИЧНИЙ МЕТОД**

### **6.1 Обладнання**

#### **6.1.1 Контейнер із пласким дном**

Контейнер повинен бути пласкими та мати достатню ширину для розміщення 150 частинок в одному шарі і достатню висоту, щоб частинки могли бути повністю занурені у воду.

**Примітка.** Підходящим контейнером може бути скляна чаша з пласким дном відповідно до пункту 5.1.14 або дрібний лоток.

#### **6.1.2 Змішувальна чаша**

Чаша ємністю 1,5 л.

#### **6.1.3 Прилад для нагрівання**

Використовується для окремого нагрівання заповнювача та в'язучого до температури в межах зазначених у 6.4.

### **6.2 Розчинник та інші матеріали**

Використовується дистильована вода.

### **6.3 Приготування зразків для випробування**

#### **6.3.1 Заповнювач**

Заповнювач приготують відповідно до пунктів 5.2.1.1 та 5.2.1.2.

#### **6.3.2 Бітум**

В'язуче приготують відповідно до пунктів 5.2.2.1 та 5.2.2.2.

### **6.4 Методика проведення**

**6.4.1** Кожний зразок заповнювача ділять на чотири частини і окремо через сито просіюють кожну частину, відповідно до EN 12697-2, щоб забезпечити зразок із 150 частинок, що проходять через сито з діаметром отворів 11,2 мм і залишаються на ситі з діаметром отворів 8 мм (основний набір плюс набір 1) або проходять через сито з діаметром отворів 10 мм і залишаються на ситі з діаметром отворів 6,3 мм (основний набір плюс набір 2). Нагрівають частинки заповнювача, в'язуче та чашу для змішування до температури на  $15 \pm 5$  °C менше, ніж температура

змішування визначена у стандарті EN 12697-35. Частинки заповнювача поміщають в чашу для змішування і додають кількість в'язучого еквівалентну 4% маси заповнювача.

Суміш заповнювача та в'язучого перемішують вручну, доки не буде отримано повне покриття частинок заповнювача.

**6.4.2** Якщо якісь частинки заповнювача повністю не вкриті після 5 хвилин змішування, повторюйте дії вказані в пункті 6.4.1 з новим частинками заповнювача і з більшою часткою в'язучого. Маса в'язучого повинна збільшуватися з кожним разом на 0,5% маси заповнювача, поки не одержують суміш, з повним покриттям заповнювача бітумом.

**6.4.3** За необхідності поверхню контейнера покривають сумішшю гліцерину і декстрину (суміш складається із пропорції гліцерину і декстрину один до одного) або аналогічною речовиною. Оброблений зразок поміщають у контейнер (контейнери), забезпечивши відокремленість кожної частинки одна від одної.

**Примітка.** Використання суміші дозволяється у тому випадку, якщо відсутнє прилипання в'язучого до контейнера.

**6.4.4** Контейнер з плоским дном залишають стояти на 1 годину  $\pm$  5 хв, потім зразок повністю заливають дистильованою водою при заданій температурі ( $19 \pm 1$ ) °C і підтримують цю температуру протягом ( $48 \pm 1$ ) год.

**Примітка.** Можна використовувати інший час і температуру.

**6.4.5** Після знаходження зразка у воді протягом встановленого періоду, виливають воду та висушують зразок. Перевіряють висушений зразок, потрібно щоб частинки в заповнювачі були відокремлені одна від одної і заповнювач був повністю вкритий в'язучим.

**Примітка.** Додатковим випробуванням, якщо воно записане у протоколі випробувань, може бути визначення ступеню вкриття бітумом заповнювача відповідно до пункту 5.4.7.



**6.4.6** Якщо у зразку більше трьох частинок заповнювача мають неповне покриття, тоді повторюють дії вказані в пунктах від 6.4.1 до 6.4.5 на трьох додаткових зразках.

**Примітка.** Повторні випробування можуть проводитися одночасно.

**6.4.7** При випробуванні зразків від різних постачальників повторюють дії вказані в пунктах 6.3.2 та 6.4.1-6.4.6, при цьому підготовку кожного зразка заповнювача від кожного постачальника виконують окремо.

**Примітка.** Дослідження заповнювачів від різних постачальників може проводитися одночасно.

## **6.5 Розрахунок і представлення результатів**

Для кожного постачальника заповнювача результатом є кількість частинок з неповним покриттям в'яжучим. У випадку випробувань, які проводилися згідно з пунктом 6.4.6, результатом є середнє арифметичне з чотирьох результатів.

**Примітка.** Додатковим результатом випробування є середнє значення ступеня покриття бітумом, результат округлюється до найближчих 5%.

## **6.6 Протокол**

Протокол випробувань включає таку інформацію:

- a) посилання на цей стандарт;
- b) ідентифікаційний номер зразка, дата та час тестування;
- c) вид та розмір (частка) використовуваного заповнювача;
- d) тип використовуваного бітуму;
- e) будь-які модифікатори та/або адгезивні добавки та кількість, в якій вони були додані;
- f) (середня) кількість частинок заповнювача неповністю вкрита в'яжучим після витримки у воді;
- g) (необов'язково) середнє значення ступеня вкриття бітумом, виражене у відсотках, результат округлюється до найближчих 5%;
- h) спостереження за частинками заповнювача, що утворюють згустки;

i) якщо випробування проводилось повторно, тоді вказується кількість частинок заповнювача, які не були повністю вкриті в'яжучим наприкінці кожного окрема випробування;

j) ім'я особи (осіб), що виконували випробування;

k) примітки, включаючи спостереження, які вважаються важливими для результату випробування. Також примітка, якщо тільки один оператор виконував візуальну оцінку.

## **6.7 Точність**

Точність цього випробування ще офіційно не встановлена.

## **7 СПОСІБ ВІДШАРУВАННЯ КИП'ЯТІННЯМ У ВОДІ.**

### **7.1 Загальне попередження**

**За методом вказаним у пункті 7 цього стандарту використовуються такі хімікати як соляна кислота (HCl) або флуоридна кислота (HF) та фенолфталеїн (як індикатор). Реагенти можуть бути небезпечним для здоров'я та безпеки життя, і для того, щоб мінімізувати ризик, рекомендується використовувати кислоти у формі розбавлених розчинів (0,1 N HCl і 1 N HF). Суб'єкт, який використовує цей стандарт, несе відповідальність за дотриманням відповідних правил охорони праці та дотримання обмежень у використанні реагентів.**

**ЗАХОДИ БЕЗПЕКИ – Використовуйте правила безпеки при роботі в лабораторії, коли використовуєте ці хімікати. Наполегливо рекомендується працювати з включеною витяжною шафою під час використання цих реагентів. Рекомендується проводити навчання персоналу, зайнятому у використанні цих речовин.**

## **7.2 Обладнання та матеріали**

### **7.2.1 Сито для випробувань**

Дивись пункт 5.2.1.

Випробування, як правило, виконують з використанням сита фракції від (8-11,2) мм (основний комплект плюс встановлений 1) або від (6,3-10) мм (основний набір плюс набір 2). Як варіант можна обрати інше сито із іншим розміром отворів. Фракції менше від (2-4) мм не допускаються до випробувань через ризик утворення згустків.

### **7.2.2 Вентильована піч**

Піч з термостатом, температура в якій регулюється від 100 °С до 200 °С, що здатна підтримувати температуру зразка (110 ± 5) °С для сушіння і при змішуванні.

### **7.2.3 Прилад для вимірювання температури**

Прилад здатний вимірювати температуру заповнювачу та бітуму при температурі від 110° С до 20 ° С з точністю до ± 2 ° С.

### **7.2.4 Ваги**

Ваги які можуть зважити за один раз зразок масою 2 500 г з точністю до ± 1 г і ваги які можуть зважити за один раз зразок масою 1000 г із точністю до ± 0,05 г.

### **7.2.5 Металеві контейнери (банки)**

Банки достатнього розміру для нагрівання бітуму та додавання адгезивної добавки.

### **7.2.6 Змішувальний пристрій**

Металева чаша або чаша з іншого матеріалу з гладкою не поглинаючою поверхнею, об'ємом близько 5 л. Шпатель, зроблений з металу або іншого придатного непоглинаючого матеріалу, для змішування бітуму та заповнювача.

**Примітка.** Рекомендується використовувати змішувач із чашою з вбудованим термостатом .

### 7.2.7 Скляні та поліетиленові хімічні стакани

Об'ємом не менше 800 мл, з скляними чи пластиковими кришками, з прокладками з парафіну або будь-якого іншого придатного матеріалу.

### 7.2.8 Бюретка для титрування

Бюретка об'ємом 50 мл з градуванням 0,1 мл, 25 мл, скляні чи поліетиленові піпетки, скляні чи поліетиленові циліндри або пробірки (від 2 до 6) об'ємом від 250 мл до 300 мл та гумовий аплікатор для піпетки.

### 7.2.9 Хронометр

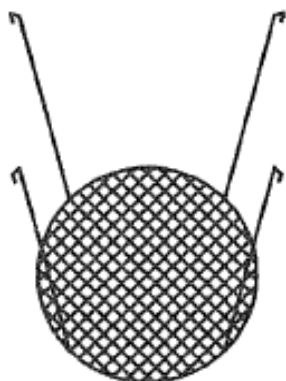
### 7.2.10 Рукавички

Пара термостійких рукавичок і пара захисних гумових рукавичок.

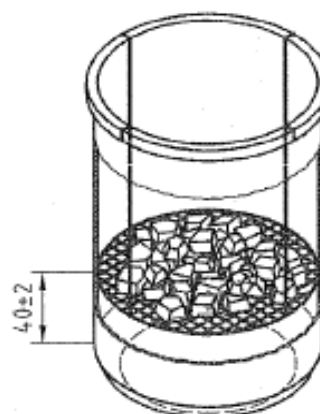
### 7.2.11 Сито

Сито з гачками (див. Рис. 5), у вигляді пластини з дроту або перфорованої пластини з квадратними отворами (сторони: від 4 мм до 5 мм, відстань між центрами отворів: близько 8 мм).

**Примітка.** Якщо отримана фракція менше 5,6-8 мм (основний набір плюс встановлений 1) або фракція від 6,3-10 мм (основний набір плюс 2), розміри отворів сита повинні бути відкориговані. Наприклад, для фракції 4-6,3 мм – отвори сита повинні бути зменшені до 3 мм, а відстань між їх центрами становити від 5 мм до 5,5 мм.



а) тримаюча сітка з гачками



б) зразок, підвішений у склянці

**Рис. 5** – Установка для випробувань

### 7.2.12 Реагенти

Залежно від типу заповнювача, що підлягає обробці бітумом (див.

7.5) використовують такі реагенти:

- 0,1 N соляна кислота (HCl);
- N флуоридна кислота (HF);
- 0,1 N гідроксид натрію (NaOH);
- N ( $\pm 2\%$ ) гідроксид калію (KOH);
- 1% розчин фенолфталеїну в етиловому спирті.

**Примітка 1.** Якщо випробування проводять з використанням флуоридної кислоти, використовують устаткування з поліетилену або з іншого полімеру який не реагує з цією кислотою. Слід дотримуватись інструкцій з техніки безпеки та проводити випробування у витяжній шафі.

**Примітка 2.** Чистий для аналізу KOH містить близько 85% (м/м) KOH. Відповідність KOH нормі контролюється за допомогою N HCl, і N KOH з точністю до ( $\pm 2\%$ ). Тоді відповідність HF нормі повинна контролюватися за допомогою N KOH.

### 7.2.13 Опалювальна плита або пальник Бунзена

### 7.2.14 Дистильована або демінералізована вода

## 7.3. Приготування зразків для випробування

### 7.3.1 Заповнювач

**7.3.1.1** Відбирають принаймні 2 000 г заповнювача та підготовлюють його відповідно до пунктів 5.2.1.1 та 5.2.1.2.

**Примітка 1.** Як варіант, можна використовувати інші фракції заповнювача.

**Примітка 2.** Практичніше висушити зразок протягом ночі.

**7.3.1.2** Заповнювач масою ( $1\ 500 \pm 2$ ) г кладуть у миску.

### 7.3.2 Бітум

Поміщають достатню кількість в'язучого для випробування (близько 50 г) у відповідний металевий контейнер.

### 7.3.3 Суміш заповнювача та бітума

**7.3.3.1.** Температура змішування повинна бути такою яка визначена в EN 12697-35.

**7.3.3.2** Заповнювач поміщають у чашу для змішування, яку ставлять у піч з вентиляцією, де заповнювач нагрівають до температури змішування  $\pm 5$  °С. Температуру підтримують протягом 3 годин.

**7.3.3.3** В'яжуче нагрівають до температури змішування шляхом розміщення контейнера у вентильованій печі за температури, яка відповідає температурі змішування  $\pm 5$  °С. Температуру вимірюють поблизу в'яжучого протягом  $(30 \pm 5)$  хв. Перед перемішуванням заповнювача і в'яжучого, в'яжуче вручну перемішують.

**7.3.3.4** В чашу із заповнювачем фракції 8-11,2 мм (основний набір плюс набір 1) додають порцію бітуму  $(30,0 \pm 0,2)$  г (2,0% від маси заповнювача). В чашу із заповнювачем фракції 6,3-10 мм (основний набір плюс набір 2), додають порцію бітуму  $(31,5 \pm 0,2)$  г (2,1% від маси заповнювача).

**Примітка 1.** Кількість доданого бітуму повинна забезпечувати повне покриття заповнювача.

**Примітка 2.** Якщо використовуються інші фракції, коефіцієнт покриття корегується, оскільки при рівній масі менший заповнювач має більшу площу покриття. Для першого випробування може приймається наступний відсоток в'яжучого (округлений до найближчого 0,1%):

$$0,3 + 5,2 / \sqrt{\frac{d + D}{2}}$$

де

d та D - це нижні та верхні межі розміру фракції випробуваного розміру заповнювача (мм).

Кількість бітуму коригується за допомогою фактичної щільності заповнювача шляхом множення на коефіцієнт  $\alpha$ , як наведено у рівнянні (1) в пункті 5.2.3.6.

**7.3.3.5** Для одержання рівномірного покриття заповнювач та в'яжуче інтенсивно змішують за допомогою шпателя, доти поки поверхня заповнювача буде повністю вкрита бітумом.

## **7.4 Кондиціювання**

**7.4.1** Після змішування чашу ставлять в холодну водяну баню для швидкого охолодження, періодично струшуючи і постукуючи її, для запобігання стікання в'яжучого та злипання заповнювача.

**7.4.2** Після охолодження вкритий бітумом заповнювач переміщують на піднос і зважують його, для наступного визначення ступеня покриття бітумом заповнювача.

## **7.5 Проведення випробування**

### **7.5.1 Визначення коефіцієнта еквівалентності кислоти/лугу**

**7.5.1.1** Використовують один і той же кислотний розчин та один і той же лужний розчин для всіх випробувань, які потрібно виконати на даному етапі в'яжуче/заповнювач. Повноцінне випробування (калібрування + випробування на відшарування) потребує близько 1,7 л кислоти і 0,5 л лугу, для яких встановлюється еквівалентний коефіцієнт: 0,1 N HCl/0,1 N NaOH або N HF/N KOH.

**7.5.1.2** Тричі титрують 25 мл кислоти з відповідним лугом. Визначають середнє значення, з точністю до 0,05 мл, з трьох титрів. Розраховують коефіцієнт еквівалентності  $f_{eq}$  з точністю до трьох знаків після коми, як показано нижче:

$$f_{eq} = \frac{25,0}{X_0} \quad (3)$$

де

$X_0$  - це середнє значення, отримане з трьох титрів.

**Примітка.** Маса  $X_0$  повинна бути від 24,5 мл до 25,5 мл. В іншому випадку кислотний розчин перероблюють.

### **7.5.2 Побудова калібрувальної кривої**

**7.5.2.1** Побудова калібрувальної кривої необхідне лише для нової суміші в'язучого і заповнювача. Якщо ця калібрувальна крива вже створена, перейдіть до пункту 7.5.3.

**7.5.2.2** Після того, як заповнювач охолоне до кімнатної температури (7.4.2), готують шість сумішей по 200 г, з різними відсотками відшарування бітуму як зазначено в таблиці 1.

**Таблиця 1 - Частка відшарування**

Суміш	Маса некритого (чистого) заповнювача г.	Маса вкритого заповнювача г.	Відповідний відсоток (%) некритого заповнювача від загальної маси
1	0	200 ( $\pm 0,25$ )	0
2	20 ( $\pm 0,25$ )	180 ( $\pm 0,25$ )	10
3	40 ( $\pm 0,25$ )	160 ( $\pm 0,25$ )	20
4	60 ( $\pm 0,25$ )	140 ( $\pm 0,25$ )	30
5	100 ( $\pm 0,25$ )	100 ( $\pm 0,25$ )	50
6	200 ( $\pm 0,5$ )	0	100

Для некритого карбонатного заповнювача та для сумішей 2 та 3, не використовують щебінь з великою кількістю кальцитових включень.

**7.5.2.3** З вапняними заповнювачами виконують наступні дії:

- Кожну суміш, наведену в таблиці 1, масою 200 г поміщають в скляний стакан об'ємом 800 мл на 5 хвилин (вимірюється хронометром), що наповнений  $(200 \pm 0,5)$  г 0,1 N соляної кислоти. Гомогенізують розчин обертаючи стакан на початку випробування і через 2,5 хв.

- Після 5 хвилин знову гомогенізують і відокремлюють соляну кислоту від заповнювача. Акуратно переливають розчин у циліндр (градуирований) об'ємом 250 мл. Титрують 0,1 N гідроксиду натрію за допомогою



фенолфталеїну. Піпеткою відбирають 25 мл аліквотної частини з поверхні розчину. Повторюють титрування для другої аліквоти об'ємом 25 мл. Визначають середній об'єм у мл 0,1 N NaOH, необхідний для титрування, підрахунок виконується з точністю до 0,05 мл.

**7.5.2.4** З силікатно-карбонатними або силікатними заповнювачами виконують наступні дії:

- Кожну суміш масою 200 г, наведену в таблиці 1 поміщують в поліетиленовий стакан об'ємом 800 мл на (1 год  $\pm$  1 хв) (час вимірюється хронометром), що наповнений флуоридною кислотою (200  $\pm$  0,5) г, закривають кришкою захищеною тонкою пластиковою прокладкою або шаром парафіну. Зразок піддають дії кислоти, одночасно струшуючи шейкером для утворення осцилюючої реакції. Гомогенізують розчин обертаючи стакан на початку і через 1 год після початку випробування.

**Примітка 1.** Для початку осцилюючої реакції можна використовувати амплітуду коливань 20 мм з частотою 100 хв<sup>-1</sup>.

**Примітка 2.** Якщо під час дії кислоти зразок незтрушують, час знаходження зразка в стакані збільшується до (2 год  $\pm$  1 хв).

Реакція деяких силікатних заповнювачів з флуоридною кислотою дуже повільна. Про це свідчить низьке споживання цієї кислоти: лише близько декілька мл, на відміну від приблизно 10 мл для заповнювачів реакція яких з кислотою дуже сильна. У таких випадках необхідно збільшити інтенсивність протікання реакції зразка з кислотою, використовуючи шейк ер для утворення осцилюючої реакції і збільшити час випробування до (2 год  $\pm$  1 хв).

- Після закінчення часу дії кислоти, флуоридну кислоту гомогенізують і відокремлюють від заповнювача. Розчин обережно зливають у 250 мл пластиковий стакан (градуирований). Титрують 25 мл аліквотного розчину N калію гідроксиду за участю фенолфталеїну. Повторюють титрування для другої аліквоти 25 мл. Визначають середній об'єм у мілілітрах N KOH, необхідний для титрування, об'єм занотують з точністю до 0,05 мл.

### **7.5.3 Випробування на відшарування**

**7.5.3.1** Для випробування використовують два зразки масою 200 г.

**7.5.3.2** Стакан об'ємом 800 мл підвішують за допомогою дроту, як показано на рис. 5.

**7.5.3.3** Заливають 600 мл демінералізованої води в стакан та кип'ятять її на плиті або пальнику Бунзена.

**7.5.3.4** Кладуть  $(200 \pm 0,5)$  г змішаного з бітумом заповнювача на металеву поверхню (наприклад, кришку металевої коробки) та зважують, з точністю до 0,1 г ( $M_1$ ).

**7.5.3.5** Як тільки вода закипить, вдягнувши гумові рукавички поміщають 200 г вкритого бітумом заповнювача на сітку підвішену в стакані вмикають хронометр.

**7.5.3.6** Швидко доводять воду (приблизно через 1 хв. максимум через 2 хв.) до кипіння і дають їй покипіти 10 хв.

**Примітка.** Кипіння має бути помірним, не надто сильним.

**7.5.3.7** Спливаючий бітум знімають за допомогою струменя холодної води, виливають воду і висипають вміст склянки на сито з діаметром отворів 7 мм. Залишають заповнювач на деякий час для стікання та охолодження.

**7.5.3.8** Заповнювач поміщають у сухий стакан об'ємом 800 мл (скляний або пластиковий в залежності від використовуваної кислоти) і зважують з точністю до 0,1 г ( $M_2$ ).

**7.5.3.9** З карбонатним заповнювачами виконують наступні дії:

- Поміщають заповнювач в скляний стакан об'ємом 800 мл і піддають дії протягом 5 хв (вимірюється хронометром) піддають дії  $(200 \pm 0,5)$  г 0,1 N соляної кислоти. Гомогенізують розчин обертаючи стакан на початку і через 2,5 хв після початку випробування.

- Після закінчення часу реакції соляну кислоту гомогенізують і відокремлюють від заповнювача. Розчин акуратно виливають у стакан (градуирований) об'ємом 250 мл. Титрують 25 мл аліквотного розчину 0,1 N

гідроксиду натрію за участю фенолфталеїну. Піпеткою відбирають 25 мл аліквотної частини з верхньої половини розчину. Повторюють титрування для другої аліквоти 25 мл. Визначають середній об'єм у мл 0,1 N NaOH, необхідний для титрування, з точністю до 0,05 мл.

З силікатно-карбонатними або силікатними заповнювачами діють наступним чином:

- Поміщають заповнювач в пластиковий стакан об'ємом 800 мл на (1 год  $\pm$  1 хв) (вимірюється хронометром) наповнений (200  $\pm$  0,1) г флуоридної кислоти, закривають кришкою, яка захищена тонкою пластиковою прокладкою або шаром парафіну. Піддають зразок дії кислоти, одночасно струшуючи шейкером для утворення осцилюючої реакції. Розчин гомогенізують обертаючи стакан на початку і через 1 год після початку випробування.

**Примітка 1.** Для початку осцилюючої реакції використовують амплітуду коливань 20 мм з частотою 100 хв<sup>-1</sup>.

**Примітка 2.** Якщо під час дії кислоти зразок не струшується, тоді час знаходження зразка в стакані збільшується до 2 год  $\pm$  1 хв.

Реакція деяких силікатних заповнювачів з флуоридною кислотою дуже повільна. Про це свідчить низьке споживання цієї кислоти: лише близько декілька мл, на відміну від приблизно 10 мл для заповнювачів реакція яких з кислотою дуже сильна. У таких випадках необхідно збільшити інтенсивність реакції зразка з кислотою, використовуючи шейкер для утворення осцилюючої реакції і збільшити час випробування до (2 год  $\pm$  1 хв).

- Після закінчення часу дії кислоти флуоридну кислоту гомогенізують і відокремлюють від заповнювача. Обережно зливають розчин у 250 мл пластиковий стакан (градуирований). Титрують 25 мл аліквотного розчину N калію гідроксиду за участю фенолфталеїну. Повторюють титрування для другої аліквоти 25 мл. Визначають середній об'єм у мілілітрах N KOH, необхідний для титрування, з точністю до 0,05 мл.

## 7.6 Розрахунок і представлення результатів

### 7.6.1 Побудова калібрувальної кривої

Цей крок необхідний лише для перевірки нової суміші заповнювача і бітуму. Якщо ця крива створена переходять до пункту 7.6.2.

#### 7.6.1.1 Обчислюють обсяг споживання кислоти наступним чином:

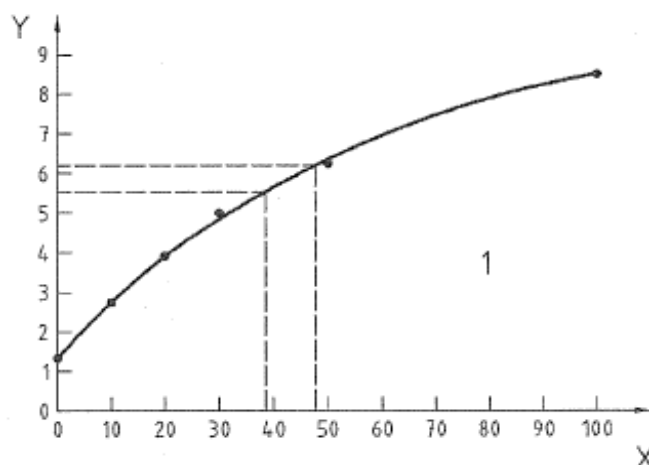
$$\text{Використана кислота} = 25,0 - f_{eq} \times X \text{ (з точністю до 0,05 мл)} \quad (4)$$

де

$f_{eq}$  – коефіцієнт еквівалентності кислоти/лугу

$X$  – середній об'єм в мл 0,1 N NAOH, необхідний для титрування у випадку карбонатного заповнювача або об'єм в мл N KOH, необхідний для титрування силікатно-карбонатних або кремнієвих заповнювачів.

**7.6.1.2** Складають за даними графік, що відображає об'єм споживаної кислоти (в масштабі принаймні 1 см на 1 мл у випадку 0,1 N HCl і, що найменше 1 см на 0,5 мл у випадку N HF) у відсотках відшарованого заповнювача в дослідженій суміші (шкала: 1 см = 10%). Приклад калібрувальної кривої наведено на рис. 6.



#### Пояснення:

Y – споживаний N HF (мл)

X – відсоток відшарованого заповнювача

Крива показує зчеплюваність порфіру з бітумом 50/70.

**Рис. 6** - Приклад калібрувальної кривої

### 7.6.2 Розрахунок ступеню вкриття заповнювача бітумом

**7.6.2.1** Для випробування на відшарування розраховують обсяг споживаної кислоти ( $A_c$ ) в мл, з точністю до 0,05 мл:

$$A_c = 25,0 - \left( 1 + \frac{M_2 - M_1}{200} \right) \times f_{eq} \times Y \quad (5)$$

де

$M_1$  – маса вкритого заповнювача (в грамах), з точністю 0,1 г;

$M_2$  – маса мокрого вкритого бітумом заповнювача після випробування (в грамах), з точністю до 0,1 г;

$f_{eq}$  – коефіцієнт еквівалентності кислоти/лугу;

$Y$  – середній об'єм 0,1 N NaOH або N KOH, необхідний для нейтралізації 25 мл кислоти у випробуванні на відшарування (в мілілітрах), з точністю до 0,05 мл.

**Примітка.**  $1 + (M_2 - M_1)/200$  – коефіцієнт поправки для розчину води, що залишається в заповнювачі після випробування.

**7.6.2.2** Поміщають значення  $A_c$  на калібрувальну криву та вираховують відсоток відшарування заповнювача. Це значення округлюють до найближчого цілого відсотка.

**7.6.2.3** Обчислюють середнє значення з двох випробувань на відшарування, округлені до найближчого цілого. Якщо результати випробувань відрізняються більше чим на 5%, виконують третє випробування на відшарування і перераховують середнє значення для двох випробувань.

**7.6.2.4** Обчислити ступінь покриття бітумом як: 100 мінус відсоток відшарування.

### 7.7 Протокол випробувань

Протокол випробувань повинен містити таку інформацію:

а) посилання на цей стандарт;

- b) ідентифікаційний номер зразка та дата та час випробування;
- c) вид та розмір (частка) використовуваного заповнювачу;
- d) тип використовуваного бітуму;
- e) тип речовини яка протидіє відшаруванню, якщо вона використовується (якщо є);
- f) тип використовуваного реагенту;
- g) ступінь вкриття бітумом заповнювача, визначений у %;
- h) примітки, включаючи зауваження, що вважаються важливими для результату випробування.

## **7.8 Точність**

### **7.8.1**

Визначають коефіцієнт повторюваності варіації 15%, який не має відрізнятися від абсолютного прецизійного порогу визначення вмісту бітуму більше 2%.

### **7.8.2**

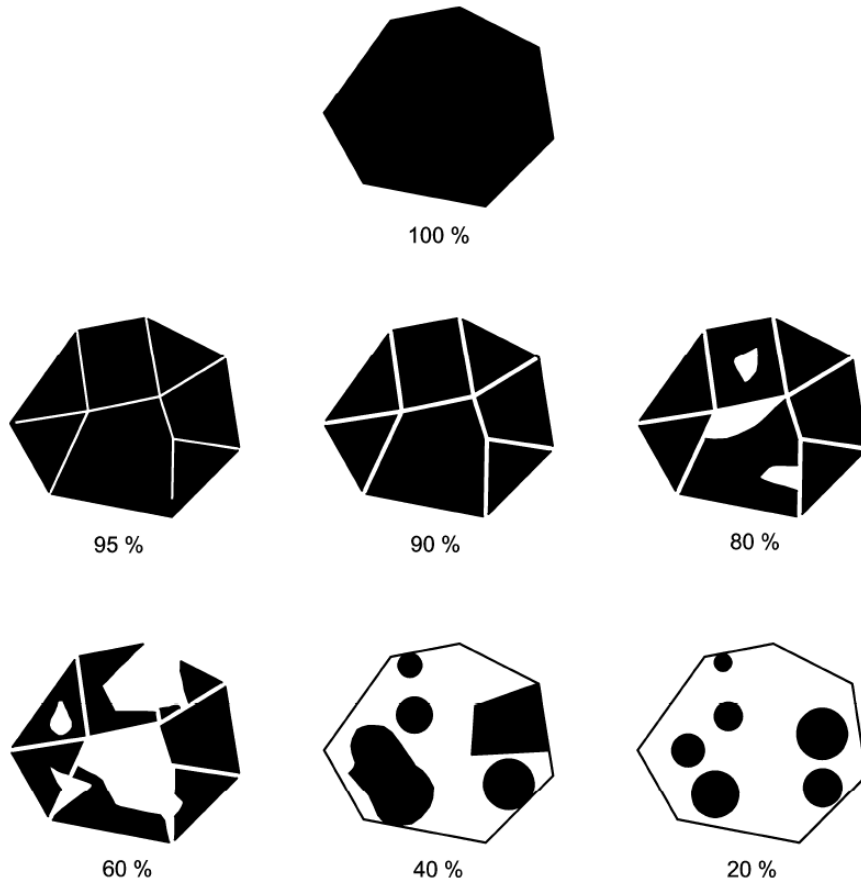
Дані про відтворюваність офіційно ще не встановлені.

## ДОДАТОК А

(довідковий)

### Посібник для оцінки ступеня вкриття бітумом заповнювача

Систематичну оцінку ступеня вкриття бітумом на частинках заповнювача може полегшити довідка, наведена нижче:



**Рис. А.1** - Довідник для оцінки ступеня покриття бітумом заповнювача

Рисунок не є точною вказівкою, а лише прикладом для полегшення оцінки. Візуальна оцінка залежить від кольору та яскравості заповнювача, при цьому будь-яка помилка є менш очевиднішою на темніших заповнювачах.

## БІБЛІОГРАФІЯ

1 EN 932-1, Tests for general properties of aggregates — Part 1: Methods for sampling

2 EN 932-2, Tests for general properties of aggregates — Part 2: Methods for reducing laboratory samples

### НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

1 EN 932-1 Випробування загальних властивостей заповнювача -  
Частина 1: Методи відбору проб

2 EN 932-2 Випробування загальних властивостей заповнювача -  
Частина 2: Методи зменшення лабораторних зразків



Код згідно з ДК 004: 93.080

**Ключові слова:** вкриття, заповнювач, бітум, зчеплюваність.

Перший заступник директора  
з наукової роботи ДП «ДерждорНДІ»



В. Вирожемський

Начальник центру асфальтобетонів та  
органічних в'язучих



С. Кіщинський

Науковий керівник,  
завідувач відділу  
нежорстких дорожніх одягів



В. Гончаренко

Відповідальний виконавець,  
молодший науковий співробітник



О. Клименко