

УДК 665.775+532.135

НОРМУВАННЯ В'ЯЗКОСТІ ОКИСЛЕНИХ ДОРОЖНІХ БІТУМІВ

VISCOSITY NORMALIZATION OF OXIDIZED PAVEMENT BITUMEN

Пиріг Я.І., к.т.н., ст. наук. співр. (ХНАДУ, м. Харків)

Pyrig Y.I., Ph.D, sr. researcher (Kharkiv National Automobile and Highway University, Kharkiv)

У статті виконано аналіз вимог до в'язкості, що нормується у стандартах США та Європейського Союзу. На основі експериментально отриманих значень показників якості окислених і дистиляційних бітумів виконано порівняння значень їх в'язкостей за температур 60°C та 135°C.

Petroleum pavement bitumen viscosity is one of the fundamental indicators of quality. The use of rheological parameters makes it possible to evaluate both the structural and rheological characteristics of the binders, and to predict the behavior of bituminous binders and asphalt concrete on their base in a wide temperature range. The normalization of bitumen viscosity values was begun in 1963 with the accepting of a viscosity classification system for bitumen in the USA. Subsequently, viscosity indicators at temperatures of 60 °C and 135 °C were included into the standards of many countries of the world. In Ukraine, the rationing of viscosity indicators was started in 2017, when the harmonized European standard DSTU EN 12591: 2017 was accepted. Since the harmonized standard DSTU EN 12591: 2017 is focused on assessing the quality of distillation bitumens, it may not be acceptable for the quality control of oxidized bitumens by the normalized viscosity values. The paper analyzes the requirements for viscosity values in ASTM D3381 and EN 12591 standards. It is shown that viscosity values at 60 °C and 135 °C normalized in standards of the USA and Europe are significantly minimized and are much lower than experimentally determined values. The values of standard quality indicators (penetration, softening point temperature, ductility. For oxidized and distillation bitumens, the viscosity values were obtain using a rotation

viscometer in a wide range of temperatures (25–160°C) and speeds (0.06– 39.8 s – 1). Based on the data, it was found that the viscosity values at 60°C distillation bitumens exceed the viscosities of oxidized bitumens, and at 135°C values for bitumens of equal penetration are close. Such a difference in viscosity values at 60°C is explained by the peculiarities of the structural-rheological type of oxidized bitumen used in Ukraine. This is confirmed by the presence of viscosity anomalies for oxidized bitumen, which is the greater, the smaller the penetration of bitumen at 25°C. The obtained data can be used to set the standard viscosity values of bitumen at 60 °C and 135°C in the national standard.

Ключові слова: бітум, в'язкість, пенетрація, нормування.

Keywords: bitumen, viscosity, penetration, normalization

Вступ. Властивості дорожніх нафтових бітумів оцінюються за допомогою показників якості, які можуть бути розділені на умовні та фундаментальні. До перших відносяться стандартизовані в різних країнах світу вже понад віку такі показники, як пенетрація, температура розм'якшеності, дуктильність та інші. Визначення цих показників суттєво залежить від умов проведення випробування, а їх значення не можуть в повній мірі бути використані для об'єктивного прогнозування технологічної та експлуатаційної поведінки бітумів та виготовлених на них асфальтобетонів. До фундаментальних показників в першу чергу відноситься в'язкість, використання якої дозволяє оцінити структурно-реологічні особливості бітумів, а також прогнозувати поведінку як в'язучих, так і асфальтобетонів на їх основі в широкому діапазоні температур.

Аналіз публікацій. Вперше нормування в'язкості бітумів було прийнято в 1963 р. в США з введенням в дію стандарту ASTM D3381 [1], згідно якого вводилось розподілення в'язучих на марки за значеннями динамічної в'язкості, що визначались за 60°C та кінематичної в'язкості за 135°C [2]. Пізніше нормування в'язкості було введено в стандарти багатьох країн світу, зокрема, в загальноєвропейський стандарт EN 12591 [3].

Аналіз діючих зараз стандартів ASTM D3381 та EN 12591 свідчить про однаковий підхід до нормування в'язкості за температур 60°C та 135°C у США та Європейському Союзі (рис.1,2).

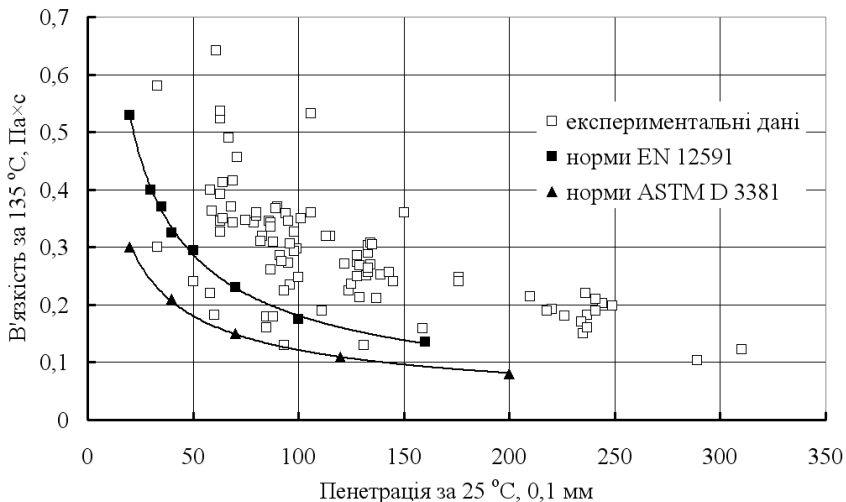


Рис. 1. Нормування в'язкості за 60°C в EN 12591 та ASTM D3381 та експериментальні значення в'язкості згідно з [4 – 6]

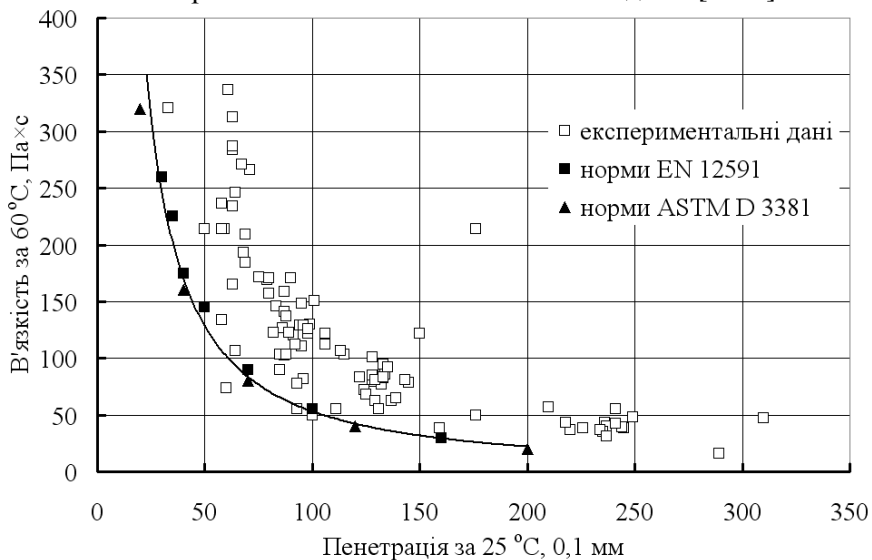


Рис. 2. Нормування в'язкості за 135°C в EN 12591 та ASTM D3381 та експериментальні значення в'язкості згідно з [4 – 6]

При цьому вимоги щодо норм динамічної в'язкості за 60°C однакові в обох стандартах, а вимоги щодо норм в'язкості за 135°C у стандарті США є значно меншими. Характерною рисою обох стандартів є те, що мінімальні нормовані значення в'язкостей за температур 60°C та 135°C є значно заниженими, про що свідчить вибірка з літературних джерел [4 – 6] експериментальних значень в'язкості бітумів різних марок, виготовлених з різної за географією добичі та властивостей сировини.

У вітчизняній дорожній практиці, незважаючи на широке дослідження різними науковцями реологічних властивостей окислених бітумів, питання нормування значень в'язкості розглядалось лише теоретично [7]. Поясненням цього була відсутність простого в експлуатації лабораторного обладнання, яке могло б широко використовуватися у виробничих лабораторіях та загальноприйнятій методикі визначення в'язкості у широкому діапазоні температур.

Перша спроба нормування динамічної в'язкості реалізована опосередковано (для накопичення статистичних даних) в міждержавному стандарті ГОСТ 33133-2014 «Бітуми нафтові дорожні в'язкі. Технічні умови». В цьому стандарті запропоновано визначати не лише динамічну в'язкість за 60°C, а й зміну її значень після старіння та стійкість структури в'язучого до впливу зсувних навантажень.

З 1.10.2017 р. в Україні введено в дію гармонізований європейський стандарт ДСТУ EN 12591:2017 [8], в якому нормуються значення в'язкості за 60°C та 135°C. Враховуючи, що європейський стандарт EN 12591 орієнтовано на оцінку якості дистиляційних бітумів, які використовуються в дорожніх галузях більшості країн світу і значно відрізняються за своїми властивостями від окислених бітумів, що використовуються в Україні, стає актуальним питання необхідності та доцільності перенесення нормативних вимог європейського стандарту на вітчизняні окислені бітуми.

З вересня 2016 р. на замовлення Державного агентства автомобільних доріг України в ХНАДУ виконуються роботи по перегляду національного стандарту ДСТУ 4044-2001 «Бітуми нафтові дорожні в'язкі. Технічні умови». В номенклатуру показників якості проекту нового стандарту введені показники

динамічної в'язкості за 60°C та 135°C, визначення яких запропоновано для накопичення даних з метою подальшого нормування.

Мета і задача дослідження. Враховуючи, що у вітчизняній дорожній практиці в'язкість визначалась лише в наукових цілях і даних щодо їх значень за температур 60°C та 135°C для окислених бітумів обмаль, було виконано експериментальне дослідження, метою якого була порівняльна оцінка реологічних показників окислених і дистиляційних бітумів близької пенетрації. В якості об'єктів дослідження прийняті бітуми, отримані окисленням в лабораторних умовах малов'язкого окисленого бітуму та дистиляційні бітуми фірми Nynas.

Методи та об'єкти дослідження. Для всіх прийнятих у дослідженні бітумів були визначені стандартні показники якості (пенетрація, температура розм'якшеності та дуктильність за 25°C), визначено індекс пенетрації за температурою розм'якшеності (IP_{Tp}) та еквіпенетраційної температурою (IP_{T800}) [9], а також на пластовіскозиметрі ПВР-2 в широкому діапазоні температур (від 25°C до 160°C) та швидкостей зсуву (від 0,06 с⁻¹ до 39,8 с⁻¹) встановлені значення в'язкостей. Властивості бітумів наведені в табл. 1.

Таблиця 1
Властивості окислених та дистиляційних бітумів

Бітуми		Показники якості						
		Пенетрація за 25 °С, 0,1 мм	Температура розм'якшеності, °С	Дуктильність за 25 °С, см	Індекс пенетрації		В'язкість, Па·с за °С	
					IP_{Tp}	IP_{T800}	60	135
Nynas	НБ1	60	48,9	> 100	-1,05	-2,42	630,96	1,45
	НБ2	84	45,7	> 100	-1,08	-1,61	436,52	0,80
	НБ3	141	43,0	> 100	-0,30	-1,46	251,19	0,58
	НБ4	189	39,2	> 100	-0,64	-1,20	141,25	0,44
лаборатор	Б6	40	60,6	12	0,61	1,33	630,96	3,25
	Б5	61	52,6	44	-0,08	0,36	501,19	1,42

	Б4	82	47,9	85	-0,51	0,07	316,23	1,00
	Б3	120	44,6	89	-0,33	-0,03	135,52	0,73
	Б2	130	43,3	> 100	-0,49	-0,08	104,95	0,67
	Б1	179	41,2	> 100	-0,02	-0,11	90,36	0,49
	Б0	193	40,7	66	0,11	-0,19	77,09	0,39

Результати дослідження. За значенням індексу пенетрації IP_{T800} дистиляційні бітуми відносяться до бітумів з реологічним типом «золь-гель» з наближенням до типу «золь» (зокрема бітум НБ1), а окислені бітуми до типу «золь-гель» з наближенням до типу «гель» (особливо високов'язкі марки – Б6 та Б5).

Отримані в'язкісно-пенетраційні залежності розглянутих у роботі окислених і дистиляційних бітумів наведені на рис. 3, 4. Аналіз цих залежностей свідчить про суттєве перевищення в'язкості за 60°C дистиляційних бітумів (в 1,6 – 1,8 раз) над значеннями в'язкості окислених бітумів однакової пенетрації.

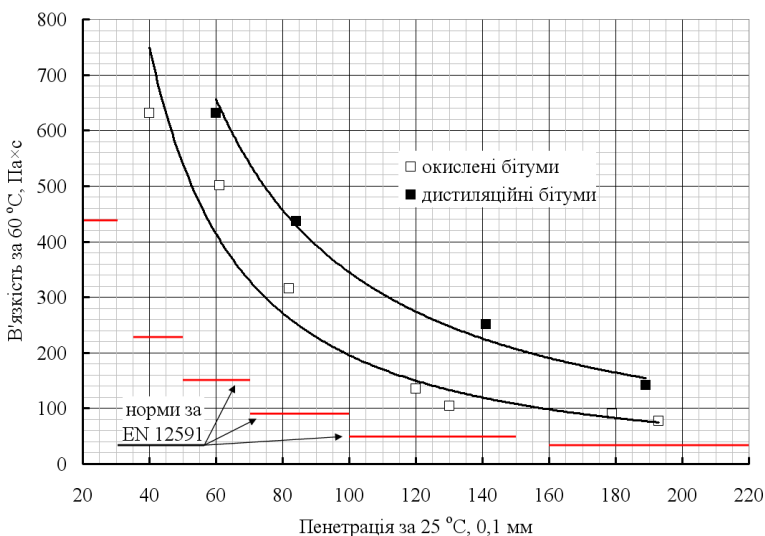


Рис. 3. Залежність в'язкості за 60°C від пенетрації бітумів

Наведені на рис. 3 залежності динамічної в'язкості за 60°C від penetрації за 25°C в'язучих свідчать про перевищення у 1,6 – 1,8 разів значень в'язкостей дистиляційних бітумів. Поясненням цього є належність бітумів, виготовлених за різними технологіями, до різних реологічних типів. Згідно з [10], дистиляційні бітуми відносяться до типу «золь», який характеризується надмолекулярною безперервною структурою смол (значення розтяжності за 25°C перевищують 100 – 150 см), що позначається на відсутності різниць у значеннях незруйнованої та повністю зруйнованої структури.

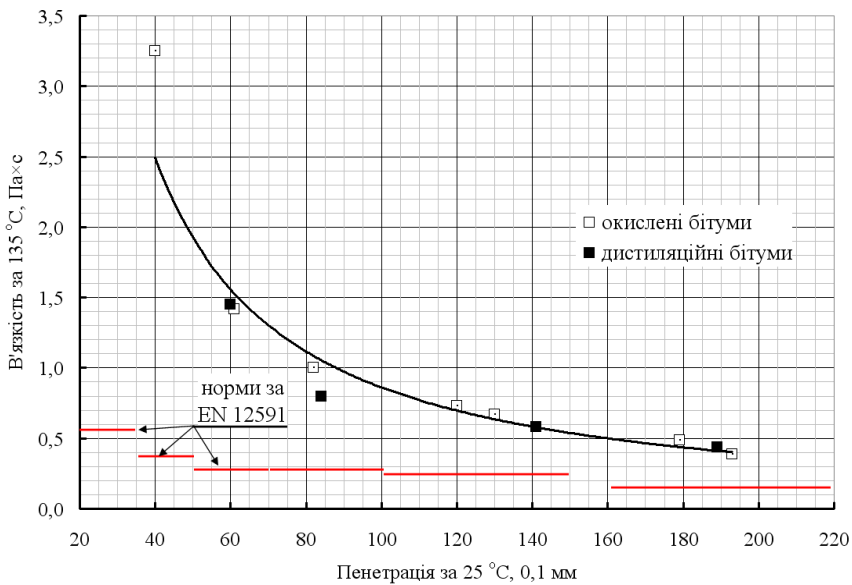


Рис. 4. Залежність в'язкості за 135°C від пенетрації бітумів

Бітуми типу «гель», до яких тяжіють окислені бітуми, характеризуються наявністю коагуляційної структурної сітки асфальтенів у значній кількості вуглеводнів (що проявляється в підвищених значеннях температури розм'якшеності). Це призводить до наявності значної різниці між в'язкістю незруйнованою та повністю зруйнованою структурою, а також

аномалії в'язкості (рис. 5). Після руйнування структурної сітки в'язкість окислених бітумів визначається вуглеводнями, які, на відміну від смол, мають меншу в'язкість.

Наявність аномалії в'язкості за температури 60°C у окислених бітумів призводить до необхідності введення нормованого значення швидкості зсуву при визначенні швидкості (як це зроблено в стандарті ГОСТ 33133-2014, де прийнято визначення динамічної в'язкості за 60°C при швидкості зсуву в 1,5 с⁻¹) або визначення в'язкості за якнайменшими швидкостями зсуву (ця умова нормується методикою визначення динамічної в'язкості на віскозиметрах Брукфільда за EN 13399:2010), що може бути досить проблематичним для високов'язких окислених бітумів.

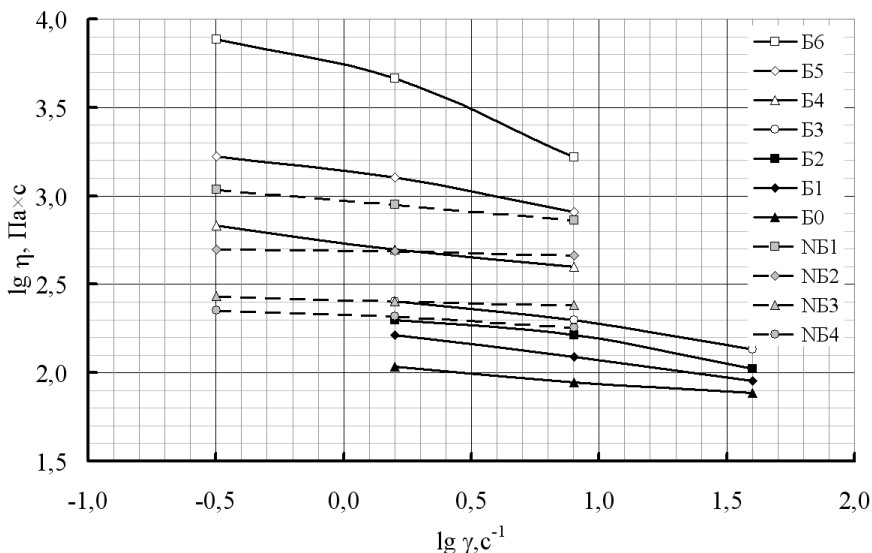


Рис. 5. В'язкісно-швидкісні залежності розглянутих у роботі бітумів

За температури 135 °С в'язкість як дистиляційних, так і окислених бітумів з рівною пенетрацією є близькою. Поясненням цього є те, що в'язкість за настільки високих температур, коли повністю зруйновані внутрішні структури в'язучих, визначається лише в'язкістю вуглеводнів, яка є близькою як для дистиляційних, так і окислених бітумів.

З вищевикладеного можна зробити такі висновки:

1. Норми значень в'язкості за температур 60°C та 135°C, наведені в стандартах ASTM D3381 та EN 12591, є заниженими.

2. Значення динамічної в'язкості за 60°C дистиляційних бітумів значно перевищують значення в'язкості окислених бітумів близької пенетрації. За температури 135°C значення в'язкості дистиляційних та окислених бітумів практично однакові.

3. Для встановлення нижньої нормованої межі значень в'язкостей за температур 60°C та 135°C у проекті національного стандарту необхідно накопичити значну кількість даних, яка дозволить на основі статистичної обробки прийняти відповідне рішення.

1. ASTM D3381/D3381M. Standard Specification for Viscosity-Graded Asphalt Cement for Use in Pavement Construction. ASTM, 2013. 3 p.

2. Welborn J. Y. State of the Art in Asphalt Pavement Specification, Washington: DC, 1984. 184 p.

3. EN 12591:2009. Bitumen and bituminous binders. Specifications for paving grade bitumens. Brussels, 2009. 22 p.

4. Tons E., Goetz R. O., Moore R. Standardization of Asphalt Viscosity and Mix Design Procedures. Michigan: Michigan Department of State Highways and Transportation, 1975. 178 p.

5. Button Joe W., Epps Jon A., Little Dallas N., Gallaway Bob M. Asphalt temperature susceptibility and its effect on pavements. *Transportation Research Record 843*. Washington DC.: *Transportation Research Board. National Research Council.*, 1982. P.p. 118 – 126.

6. Wang D., Tetteh-Wayoe H., Anderson K. O. Low temperature properties of asphalt cements and mixtures used in the C-SHRP Lamont test road in Alberta. Edmonton, Alberta: University of Alberta. 1992. 33 p.

7. Руденская И. М., Руденский А. В. Органические вяжущие для дорожного строительства. Москва: Транспорт, 1984. 229 с.

8. ДСТУ EN 12591:2017 (EN 12591:2009, IDT). Бітум та бітумні в'язучі. Технічні вимоги до дорожніх бітумів. Київ, 2017. 30 с.

9. Пыриг Я. И. О показателе температурной чувствительности битумов. *Вестник ХНАДУ: сб. науч. тр.* Харьков, 2015. № 69. С. 128-133.

10. Колбановская А. С., Михайлов В. В. Дорожные битумы. Москва: Транспорт, 1973. 264 с.