

Министерство науки и высшего образования РФ
Федеральное государственное образовательное учреждение высшего
профессионального образования

«Воронежский государственный технический университет»

Ю.И. Калгин, А.С. Строкин, Е.Б. Тюков

ИСПЫТАНИЯ ДОРОЖНЫХ БИТУМОВ И АСФАЛЬТОБЕТОННЫХ СМЕСЕЙ

Лабораторный практикум

*Рекомендовано редакционно-издательским советом
Воронежского государственного технического университета
в качестве учебного пособия для студентов,
обучающихся по направлению
08.05.01 «Строительство уникальных зданий и сооружений»
8.03.01 «Строительство»*

ВОРОНЕЖ – 2021

УДК 625.7/.8:691.16

ББК 38.74

К 17

Калгин, Ю.И. Испытание дорожных битумов и асфальтобетонных смесей [Текст]: лаб. практикум / Ю.И. Калгин, А.С. Строкин, Е.Б. Тюков; Воронежский ГТУ. – Воронеж, 2021. – 93с.

Лабораторный практикум содержит стандартные и нестандартные методы испытания дорожных битумов и асфальтобетонных смесей. Приведены общие сведения о качестве материалов и методологических принципах их оценки, о статистических методах анализа результатов испытаний материалов, о современных специальных физических и физико-химических методах исследования состава, структуры и свойств материалов.

Лабораторный практикум предназначен для студентов специальностей 08.05.01 «Строительство уникальных зданий и сооружений» и 8.03.01 «Строительство».

Ил. 25. Табл. 22. Библиогр.: 30 назв.

Рецензент: Ерёмин А.В., к.т.н., доцент, заведующий кафедрой проектирования автомобильных дорог и мостов Воронежского ГТУ

© Калгин Ю.И.,
Тюков Е.Б.,
Строкин А.С., 2021
© ВГТУ, 2021

Введение

Лабораторный практикум «Испытание дорожных битумов и асфальтобетонных смесей» предназначен для закрепления общетеоретических знаний по дисциплине «Технология строительства автодорог».

В учебном пособии приведены сведения по химическому составу и структуре дорожных битумов, описаны основные стандартные (по ГОСТ 22245-90 и ГОСТ 11955-82) и нестандартные методы испытания органических вяжущих. Рассмотрены вопросы изготовления образцов асфальтобетона для проведения испытаний, изложены теоретические сведения по сущности метода испытания, приведены приборы и оборудование, требуемые для определения свойств асфальтобетона.

Практикум включает в себя четыре части. В первой, вступительной части, изложены теоретические сведения по составу, структуре и классификации органических вяжущих. Методы испытания вяжущих и асфальтобетонов разделены на три раздела: испытание вязких дорожных битумов, методы испытания жидких дорожных битумов, определение физических и механических свойств асфальтобетона.

При составлении лабораторного практикума учтены не только традиционно используемые методы испытаний материалов, зарекомендовавших себя в производственной практике, но и пока малоизвестные, применяемые в научных разработках.

1. Общие сведения о нефтяных битумах

Битумы представляют собой органические вещества черного или темно-бурого цвета, состоящие из смеси высокомолекулярных углеводородов - нафтенового ($C_n H_{2n}$), ароматического ($C_n H_{2n-6}$) и метановых ($C_n H_{2n+2}$) рядов, а также их производных. В состав углеводородных соединений битума обычно входят также кислород, азот, сера, железо, никель и т.д.. Молекулярная масса молекул битумов составляет 300 – 5000 ед.. Битумы растворяются в бензоле, толуоле, ксилоле, хлороформе, четыреххлористом углероде, сероуглероде и некоторых других органических растворителях. Истинная плотность битумов составляет около 1г/см^3 .

Основная часть молекул битума состоит из 25-150 атомов углерода. Способность атомов углерода образовывать цепи, кольца, сложные решетки, в которые входят другие химические элементы – кислород, азот, сера, обуславливает существование соединений с различными, резко отличающимися свойствами. Поэтому для битумов принято различать не элементный, а групповой состав, т.е. содержание различных групп углеводородов. Из битума обычно выделяют следующие группы углеводородов: масла, смолы, асфальтены, асфальтогеновые кислоты, карбены и карбоиды, а также парафины. Разделение битума на отдельные группы соединений, близких по строению и свойствам, основано на неодинаковой растворимости их в органических растворителях (бензоле, сероуглероде и др.), а также различной избирательной адсорбируемости, например на силикагеле или других адсорбентах. Указанные группы углеводородов отличаются строением и физико-химическими свойствами и поэтому оказывают различное влияние на свойства битума.

Масла состоят из углеводородов парафинового, нафтенового и ароматического рядов несложного строения с молекулярной массой 300-600 ед.. Выделяют масла растворением их в петролейном эфире или легком бензине. Масла придают битуму подвижность, увеличивают испаряемость, снижают температуру размягчения. Плотность масел менее 1 г/см^3 .

Смолы состоят из углеводородов циклического и гетероциклического строения с молекулярной массой 600-1000 ед. и плотностью примерно 1г/см^3 . Выделяют смолы растворением в бензине, бензоле и хлороформе. Смолы содержат значительное количество полярных сернистых, азотистых и кислородных производных, что придает им повышенную поверхностную активность. Их присутствие придает также битуму водоустойчивость, растяжимость и эластичность.

Асфальтены - твердые и неплавкие вещества с плотностью более 1г/см^3 и молекулярной массой 1000 – 5000 ед.. Они растворимы в бензоле, четыреххлористом углероде. Асфальтены повышают вязкость, твердость, теплоустойчивость битума.

Асфальтогеновые кислоты являются полярными веществами. Они хорошо растворяются в этиловом спирте и имеют плотность более 1г/см^3 . Асфаль-

тогеновые кислоты способствуют высокой адгезии битумов к минеральным материалам. О содержании асфальтогеновых кислот можно судить по кислотному числу битума.

Карбены и карбоиды по составу и свойствам близки к асфальтенам, но имеют большую плотность. Они растворимы только в сероуглероде. С увеличением содержания карбенов и карбоидов увеличивается хрупкость битума.

Парафины - это твердые метановые углеводороды. Парафины снижают растяжимость битума, а некоторые их разновидности повышают хрупкость битума.

Приготовление нефтяных битумов осуществляется переработкой нефти и её производных следующими способами:

- а) атмосферно-вакуумной перегонкой (остаточные битумы);
- б) окислением нефтяных остатков (гудронов и тяжелых мазутов) кислородом (окисленные битумы);
- в) окислением крекинг-остатков, образующихся при переработке мазута способом крекинга при высоких температурах и давлениях (крекинговые битумы);
- г) осаждением асфальтосмолистой части гудронов пропаном и другими слабыми растворителями – деасфальтизацией (экстракционные битумы);
- д) смешением остатков, получающихся при переработке нефти и битумов деасфальтизации с экстрактами от очистки масляных фракций (компаундированные битумы).

В дорожном строительстве России наибольшее применение находят окисленные битумы, которые получают путем продувки воздухом нефтяного сырья при температуре 230-260°C. Качество получаемого окисленного битума и продолжительность технологического процесса окисления определяется технологическими параметрами – температурой и расходом воздуха. Битумы, полученные при интенсивном расходе воздуха и температуре 240-260°C, обладают высокой теплоустойчивостью, но невысокой пластичностью при низких температурах. При более низкой температуре окисления 220-230°C получаемые битумы характеризуются лучшей пластичностью при низких температурах, но процесс окисления при этом значительно более продолжителен, что снижает производительность окислительных реакторов.

По современным воззрениям внутреннее строение битума представляет собой сложную коллоидную систему, дисперсионной средой в которой является раствор смол в маслах, а дисперсионной фазой – асфальтены, карбены и карбоиды, коллоидно-растворенные в среде до макромолекул размером 18-20 мкм. Асфальтены, являясь ядром мицеллы, сорбируют на своей поверхности тяжёлые смолы, имеющие родственный химический состав. По мере удаления от ядра мицеллы постепенно уменьшается молекулярная масса и периферийные слои оболочки мицеллы состоят из углеводородов, близких по свойствам дисперсионной среде.

Основная роль в структурообразовании битума отводится асфальтенам, модель которых может быть представлена системой конденсированных циклов, состоящих из 12-20 ароматических и меньшего количества нафтеновых колец. Плоские листы конденсированных систем радиусом 0,85-1,50 нм и толщиной 1,6-2,0 нм связаны гетероциклами, содержащими атомы кислорода, азота, серы. Стабильными асфальтенами могут быть только в среде полициклических ароматических углеводородов, которые образуют на их поверхности сольватные оболочки. Молекулы смол являются конденсированными системами, преимущественно состоящими из двух колец (ароматических и нафтеновых), соединённых алифатическими мастиками. По данным А. С. Колбановской («СоюздорНИИ») [4], асфальтены и смолы содержат одинаковые химические группы, и различие в их строении носит в значительной мере количественный характер. Масла – смесь парафино-нафтеновых и ароматических углеводородов с относительно небольшой молекулярной массой, но при этом оказывающих исключительно важное влияние на реологические свойства битумов. В целом, структурообразование битумов определяется способностью асфальтенов к образованию надмолекулярных структур в системе, которая возрастает с увеличением полимолекулярности асфальтенов [4].

Битумы, содержащие более 25 % асфальтенов, менее 24 % смол и более 50 % масел, отнесены к I структурному типу «Гель». Дисперсная структура I типа определяется коагуляционной сеткой-каркасом из набухших в ароматических углеводородах асфальтенов, взаимодействующих по лиофобным участкам поверхности через тонкие прослойки слабоструктурированной смолами дисперсионной среды. При содержании асфальтенов менее 18 %, смол более 36 % и масел менее 48 % битумы принадлежат к II структурному типу «Золь». В структуре II типа доминирующую роль играют надмолекулярные вторичные образования смол, в узлах которых находятся не связанные и не взаимодействующие друг с другом асфальтены. Промежуточное положение по содержанию асфальтенов занимают битумы III структурного типа «Золь-гель», в которых асфальтенов 21-23 %, смол 30-34 %, масел 45-49 %.

Способы оценки структурного типа битума основываются на реологических характеристиках битума, его группового состава, комплекса стандартных показателей свойств. Наиболее простым способом определения структурного типа битума является способ, предложенный В.А. Золотарёвым (ХАДИ). Показатель структурного типа определяется по формуле $K_{стр} = (t_{киш} - t_{хр}) / P_{25}$, где в скобках - температура размягчения по КиШ и температура хрупкости по Фраасу, P_{25} – растяжимость при 25° С, см. При $K_{стр} < 0,65$ – битум II типа «Золь», $K_{стр} > 1,05$ – I типа «Гель», $K_{стр} = 0,65 - 1,05$ - III типа «Золь-гель». Для битумов марок БН и БНД простейшим индикатором структурного типа является индекс пенетрации (ИП), который регламентирован ГОСТ 22245-90 [6].

Интервал упруго-вязкопластического состояния битума определяется содержанием асфальтенов и масел. Содержание смол напрямую отражается на величине растяжимости битума при 25°С и на его температуре хрупкости.

И.М. Руденской («РосдорНИИ») по реологическим типам битумов предложено проводить классификацию по интервалу пластичности на три группы: битумы с малым (меньше 60°C), средним (60-70°C) и широким (более 70°C) интервалом пластичности [5].

По результатам исследования дисперсных структур в нефтяных битумах различных типов, проведенных А.С. Колбановской, установлены преимущества битумов, имеющих структуру III типа «Золь-гель» перед I типом «Гель» и II типом «Золь». Гелеобразная структура I типа не рекомендована для приготовления битумоминеральных материалов из-за ускоренного старения в технологическом режиме приготовления и хранения горячих битумоминеральных смесей при рабочей температуре. Оптимальная структура битума для горячих асфальтобетонов выбирается путём сравнительной оценки поведения различных дисперсных структур в эксплуатационных условиях. Битумы I типа, несмотря на повышенную пластичность при низких температурах и высокую теплоустойчивость, обладают рядом существенных недостатков, к числу которых относятся низкая устойчивость против действия окислительных факторов и склонность к синерезису на поверхности пористых минеральных материалов, что способствует ускоренному старению. Битумы II типа, несмотря на высокую прочность и устойчивость против термоокислительных воздействий при высоких технологических температурах в процессе приготовления асфальтобетонных смесей, практическое отсутствие синерезиса на пористых минеральных поверхностях, недостаточно теплоустойчивы при положительных температурах и хрупки даже при небольших отрицательных температурах. Битумы III типа не имеют указанных недостатков, так как обладают более высокой теплоустойчивостью и повышенной пластичностью при низких температурах в сравнении с битумами II типа и более устойчивы к старению, чем битумы I типа, а также практически не синерезируют на пористых минеральных поверхностях. Таким образом, оптимальной структурой битума в асфальтовом бетоне является структура III типа.

2. Классификация и область применения вязких дорожных битумов

Вязкие нефтяные битумы применяют в дорожном строительстве в качестве вяжущего материала для асфальтобетонных смесей при строительстве и ремонте дорожных и аэродромных покрытий.

В зависимости от глубины проникания иглы при 25°C вязкие дорожные нефтяные битумы различают следующих марок: БНД 200/300, БНД 130/200, БНД 90/130, БНД 60/90, БНД 40/60, БН 200/300, БН 130/200, БН 90/130, БН 60/90. Индекс показывает интервал глубины проникания иглы, с единицей измерения 0,1 мм.

По физико-химическим показателям дорожные битумы должны соответствовать нормам ГОСТ 22245-90, указанным в табл. 1.

Область применения битумов указана в табл. 2 и 3.

Таблица 1

Основные требования к нефтяным дорожным битумам

Показатели	Нормы по маркам								
	БНД 200/300	БНД 130/200	БНД 90/130	БНД 60/90	БНД 40/60	БН 200/300	БН 130/200	БН 90/130	БН 60/90
Глубина проникания иглы, 0,1 мм: при: 25°C, не менее при: 0°C, не менее	201...300 45	131...200 35	91... 130 28	61... 90 20	40... 60 13	201...300 24	131...200 18	91... 130 15	60... 90 10
Температура размягчения по кольцу и шару, °C, не ниже	35	40	43	47	51	33	38	41	45
Растяжимость, см: при 25°C не менее: при 0°C не менее:	- 20	70 6	65 4	55 3,5	45 -	- -	80 -	80 -	70 -
Температура хрупкости, °C, не выше	-20	-18	-17	-15	-12	-14	-12	-10	- 6
Температура вспышки, °C, не ниже	220	220	230	230	230	220	230	240	240
Индекс пенетрации	-1...+1					-1,5...+1			

Таблица 2

Область применения битумов

Дорожно-климатическая зона	Среднемесячные температуры наиболее холодного времени года, °C	Марка битума
I	Не выше -20	БНД 90/130, БНД 130/200, БНД 200/300
II и III	От -10 до -20	БНД 60/90, БНД 90/130, БНД 130/200, БНД 200/300
II, III, IV	От -5 до -10	БНД 40/60, БНД 60/90, БНД 90/130, БНД 130/200, БН 90/130, БН 130/200, БН 200/300
IV и V	Не ниже +5	БНД 40/60, БНД 60/90, БНД 90/130, БН 60/90, БН 90/130

Качество вязкого битума оценивают по:

- условной вязкости, характеризуемой глубиной проникания стандартной иглы при 25 и 0°C;
- деформативной способности, оцениваемой растяжимостью стандартного образца битума при температурах 25 и 0°C;
- температуре размягчения и температуре хрупкости, характеризующим температурный переход битума из вязкоупругого состояния в текучее и соответственно из вязкоупругого состояния в хрупкое;

- адгезии и активности битума по отношению к каменным материалам, определяемой по сцеплению с мрамором или кварцевым песком;
- стабильности свойств битума при высокой температуре, характеризующейся изменением температуры размягчения после прогрева;
- устойчивости битума под воздействием атмосферных факторов, определяемой содержанием в нем водорастворимых соединений;
- индексу пенетрации, характеризующему температурную чувствительность битума в области эксплуатационных температур;
- способности битума не возгораться при технологических температурах, определяемой по температуре вспышки.

Таблица 3

Область применения битумов

Марка битума	Область применения
БН 200/300, БНД 200/300	Для укрепления грунтов
БН 130/200, БНД 130/200	Для поверхностной обработки дорожных покрытий при слабых каменных материалах ($R_{сж} = 30 \dots 60$ МПа)
БН 90/130, БНД 90/130	В асфальтобетоне, применяемом для устройства покрытий в районах с умеренным климатом, для пропитки щебеночных и гравийных покрытий
БН 60/90, БНД 60/90	В асфальтобетоне, применяемом для устройства покрытий в районах с континентальным климатом, устройства поверхностных обработок, для изготовления жидких дорожных битумов, для кровельных и гидроизоляционных работ
БНД 40/60	В асфальтобетоне, применяемом для устройства покрытий на автомагистралях при тяжелом движении в южных районах, для литого асфальтобетона, для кровельных и гидроизоляционных работ

3. Жидкие дорожные битумы. Классификация и область применения

Жидкие нефтяные дорожные битумы, находящиеся в жидкотекучем состоянии при комнатных температурах, применяют в качестве вяжущего материала при строительстве покрытий и оснований дорожных одежд, а также при выполнении ремонта дорожных покрытий и работ по предварительной подгрунтовки оснований перед устройством нового асфальтобетонного покрытия. Жидкие дорожные битумы получают преимущественно путем компаундирования вязкого битума с разжижителем. Такой битум называют разжиженным. При испарении разжижителя разжиженные битумы загустевают. Важнейшим свойством жидких битумов является скорость формирования их структуры, которая в зависимости от применяемого разжижителя подразделяет жидкие битумы на классы: БГ – быстрогустеющие (не рекомендованные к применению вследствие высокой пожарной опасности, обусловленной необходимостью применения легких растворителей, например бензина); СГ – среднегустеющие;

МГ – медленногустеющие. Жидкие битумы марок СГ готовят смешением вязких битумов марок БНД 40/60 или БНД60/90 с одним из следующих разжижителей: арктическим дизельным топливом, зимним дизельным топливом, керосином для технических целей. Жидкие битумы марок МГ получают разжижением указанных марок вязких битумов, применяя в качестве разжижителя природные смолистые нефти, мазут, масляные нефтепродукты. В этом же классе различают жидкие битумы марок МГО, получаемые из остаточных или частично окисленных нефтепродуктов или их смесей.

По показателю условной вязкости, по ГОСТ 11955-82 [17], в каждом классе выделяют несколько марок жидких битумов: для класса СГ – СГ 40/70, СГ 70/130, СГ 130/200; для класса МГ – МГ 40/70, МГ 70/130, МГ 130/200 (МГО 40/70, МГО 70/130, МГО 130/200). Цифры в индексах марок битумов означают пределы по условной вязкости, определяемой стандартным вискозиметром с отверстием 5мм по времени истечения пробы жидкого битума объемом 50 мл при 60°С, в секундах.

Качество жидких битумов оценивают:

- по истинной вязкости, определяемой в ротационном или капиллярном вискозиметре;
- условной вязкости;
- стабильности состава, характеризующейся количеством разжижителя, испарившегося из битума при выдерживании его при определенной температуре и в течение заданного промежутка времени в сушильном шкафу или вакуум термостате;
- скорости формирования структуры жидкого битума, характеризуемой температурой размягчения остатка после определения количества испарившегося разжижителя;
- температуре вспышки; активному сцеплению с мрамором или кварцевым песком. Технические требования к жидким дорожным битумам марок СГ, МГ, МГО по ГОСТ 11955-82 приведены в табл. 4.

Качество вязких битумов оценивают:

- по условной вязкости, определяемой в стандартном вискозиметре;
- стабильности состава, характеризуемой количеством разжижителя, испарившегося из битума при выдерживании его при определенной температуре и в течение заданного промежутка времени;
- скорости формирования структуры и свойств, характеризуемой температурой размягчения остатка после определения количества испарившегося разжижителя;
- температуре вспышки, показывающей способность битума не возгораться при технологических температурах;
- активному сцеплению с минеральным материалом, характеризующему адгезионные свойства жидкого битума.

Таблица 4

Технические требования к жидким дорожным битумам марок СГ, МГ, МГО

Показатели	Нормы для марок					
	МГ40/70/ МГО40/70	МГ70/130/ МГО70/130	МГ130/200/ МГО130/200	СГ 40/70	СГ 70/130	СГ 130/200
1. Условная вязкость по вискозиметру с отверстием 5 мм при 60°C	40-70	70-130	130-200	40-70	70-130	130-200
2. Количество испарившегося разжижителя, % не менее	8/-	7 /-	5/-	10	8	7
3. Температура размягчени остатка после определения количества испарившегося разжижителя, °С, не менее	28/ -	29/ -	30/ -	37	39	39
4. Температура вспышки в открытом тигле, °С, не ниже	100/120	110/160	110/180	45	50	60
5. Испытание на сцепление с мрамором и песком	Выдерживает в соответствии с контрольным образцом № 2					

4. Отбор проб органических вяжущих веществ и подготовка их для испытаний

Учитывая большую зависимость показателей свойств материалов от правильного отбора пробы, которая должна с максимально возможным приближением характеризовать эти свойства, регламентируется порядок отбора и подготовки пробы к испытанию.

Для определения свойств битума, поступающего на строительную площадку, и установления их соответствия данным, приведенным в сопроводительном паспорте, пробу отбирают таким образом, чтобы она наиболее полно отражала свойства поступающей партии материалов.

При поступлении битума в цистернах или бункерных полувагонах пробу можно отбирать при сливе в хранилища или после слива из хранилищ. Во избежание загрязнения посторонними материалами пробу не следует брать с поверхности цистерны, бункерного полувагона или хранилища. Если для взятия пробы нет специального прибора, то можно пользоваться металлической трубкой, диаметром 4-5 см (рис.1), которую погружают в испытываемый материал. Рекомендуется брать три пробы весом

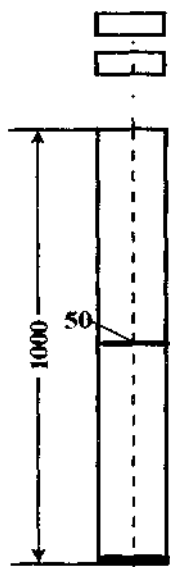


Рис. 1.1 Металлическая трубка для взятия пробы битума

по 2 кг каждая из верхней части емкости или хранилища - с глубины не менее 15 см от поверхности, из середины и из нижней части - также не ниже 15 см от дна. Взятые пробы смешивают и из смеси отбирают для испытания среднюю пробу весом 2-3 кг. После погружения трубки на необходимую глубину открывают верхнюю крышку, и после того, как трубка наполнится, ее вынимают и содержимое выливают в сосуд для получения образца, характеризующего среднюю пробу доставленного материала.

Предназначенная для испытания проба должна быть помещена в чистую и сухую посуду. Каждую пробу необходимо снабдить этикеткой с обозначением названия и марки продукта, завода-поставщика, номера партии, номера вагона или цистерны и даты отбора пробы.

Перед проведением испытаний битум обезвоживают при температуре 120...160°C, процеживают сквозь металлическое сито № 07 и перемешивают до удаления пузырьков воздуха.

Раздел I. Испытания вязких дорожных битумов

Лабораторная работа №1

Определение глубины проникания иглы по ГОСТ 11501

Цель работы Определение глубины проникания иглы

Приборы, оборудование и материалы Пенетрометр с иглой (рис. 1.1), или полуавтоматический пенетрометр типа «игла», или любой другой, основные размеры рабочей части которого (размеры и масса иглы, держателя, плунжера, груза) соответствуют требованиям ГОСТ 1440-78 [31]. Пенетрометр должен быть снабжен дополнительным грузом - шайбой массой $100,00 \pm 0,5$ или $150,00 \pm 0,05$ г.

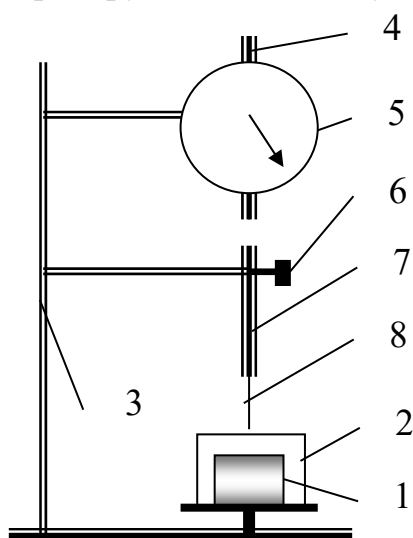


Рис.1.1 Схема пенетрометра

- 1-чашка с битумом;
- 2-кристаллизатор;
- 3-штатив;
- 4-кремальера;
- 5-лимб со стрелкой;
- 6-стопорная кнопка;
- 7-стержень;
- 8-игла ($d=1$ мм).

Чашка металлическая (пенетрационная) цилиндрическая с плоским дном, внутренним диаметром 55 ± 1 мм и внутренней высотой: 35 ± 2 мм - для битумов с глубиной проникания иглы до 250 или 60 ± 1 мм - для битумов с глубиной проникания иглы более 250.

Баня водяная вместимостью не менее 10 дм^3 (для термостатирования); допускаемая погрешность температуры воды в бане не более $\pm 0,1^\circ\text{C}$. В бане должна быть полка с отверстиями на расстоянии не менее 50 мм от дна и не менее 100 мм ниже уровня жидкости. При определении глубины проникания иглы при 0°C допускается применять баню меньшей вместимости.

Термометр ртутный стеклянный с диапазоном измерения $0-55^\circ\text{C}$ и с ценой деления $0,1^\circ\text{C}$. Допускается применять другие термометры с ценой деления $0,1^\circ\text{C}$. Чашка кристаллизационная ЧКЦ или сосуд металлический плоскодонный вместимостью не менее $0,5 \text{ дм}^3$. Сосуд должен быть снабжен полкой с отверстиями, которая расположена на расстоянии 2-4 мм от дна сосуда. Высота сосуда должна быть не менее чем на 15 мм больше высоты пенетрационной чашки. Сито с металлической сеткой № 7. Чашка фарфоровая или металлическая. Палочка стеклянная. Секундомер. Тoluол, бензин или другой растворитель. Соль поваренная пищевая. Кислота олеиновая.

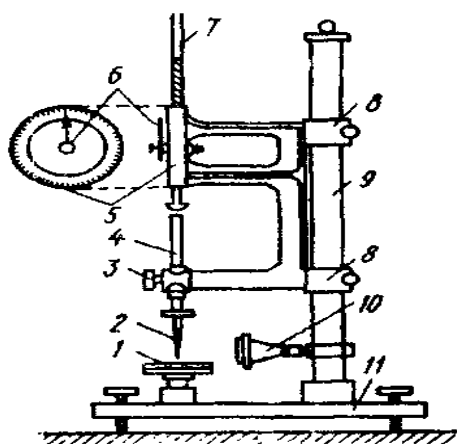


Рис. 1.2 Пенетрометр:

1 - столик; 2 - игла; 3 - зажимное устройство; 4 - стержень иглодержателя; 5 - циферблат; 6 - стрелка; 7 - штанга; 8 - кронштейн; 9 - штатив; 10 - зеркало; 11 - подставка

выше 160°С) при осторожном перемешивании, избегая местных перегревов. Время нагревания битума при указанных условиях не должно превышать 30 мин.

Обезвоженный и расплавленный до подвижного состояния битум процеживают через металлическое сито и наливают в две пенетрационные чашки так, чтобы поверхность битума была не более чем на 5 мм ниже верхнего края чашки, и тщательно перемешивают до полного удаления пузырьков воздуха. Чашку с битумом охлаждают на воздухе при 18-30°С, предохраняя образец от пыли. Продолжительность охлаждения – 60-90 мин при испытании битума с глубиной проникания иглы до 250 и 90-120 мин - с глубиной проникания иглы более 250. Затем чашки с битумом помещают в баню для термостатирования при заданной температуре испытания. Время выдерживания в бане чашек высотой 35 мм – 60-90 мин, а чашек высотой 60 мм – 90-120 мин.

Пенетрометр устанавливают горизонтально по уровню или отвесу, после этого проверяют точность показаний пенетрометра. Для этого вынимают иглу, произвольно опускают плунжер прибора. Затем между плунжером и нижним концом рейки кремальеры вставляют тарированный стержень высотой $50 \pm 0,05$ мм, устанавливают стрелку на нуль, вынимают тарировочный стержень и опускают рейку кремальеры до касания с верхним концом плунжера. Показание пенетрометра должно соответствовать высоте тарировочного стержня. Для пенетрометров, снабженных автоматическим реле времени, необходимо проверить выключение их через $5,0 \pm 0,1$ с и $60,0 \pm 0,6$ с.

Подготовка к испытанию Глубина проникания стандартной иглы условно характеризует вязкость битумов и выражает величину, обратную вязкости, т.е. текучесть. Сущность метода заключается в измерении глубины проникания стандартной иглы при действии на нее груза в течение 5 с при температуре 25°С или 200 г в течение 60 с при 0°С [9].

Показатель глубины проникания иглы является основным при разделении битумов на марки. Чем меньше глубина проникания иглы, тем больше прочность битума.

Глубина проникания иглы определяется на приборе пенетрометре (схема рис. 1.1, прибор рис.1.2).

Испытуемый образец битума нагревают до подвижного состояния, при наличии влаги его обезвоживают путем нагрева до температуры на 90°С выше температуры размягчения, но не выше 180°С (для дорожных битумов - не

Ход работы Температуры испытания при определении глубины проникания иглы приведены в табл. 1.1. По истечении заданного времени выдерживания чашку с образцом битума вынимают из бани для термостатирования и помещают в плоскодонный сосуд вместимостью не менее 0,5 дм³, наполненный водой так, чтобы высота жидкости над поверхностью битума была не менее 10 мм, температура воды в сосуде должна соответствовать температуре испытания.

Таблица 1.1

Условия испытания глубины проникания иглы
при различных температурах

Температура испытания, °С	Общая масса стержня иглы и дополнительного груза, г	Время опускания иглы, с
0,0 ± 0,1	200,00 ± 0,20	60
25,0 ± 0,1	100,00 ± 0,15	5

Сосуд устанавливают на столик прибора и подводят острие иглы к поверхности битума так, чтобы игла слегка касалась ее. Правильность подведения иглы к поверхности битума проверяют с помощью зеркала при освещении поверхности образца источником направленного холодного света. Допускается применять другие устройства, обеспечивающие проверку правильности подведения конца острия иглы к поверхности битума. При разногласиях, возникших в оценке качества битума, правильность подведения иглы к поверхности битума проверяют с помощью зеркала. Доводят кремальеру до верхней площадки плунжера, несущего иглу, и устанавливают стрелку на нуль или отмечают ее положение, после чего одновременно включают секундомер и нажимают кнопку прибора, давая игле свободно входить в испытуемый образец в течение 5 с, по истечении которых отпускают кнопку. После этого доводят кремальеру вновь до верхней площадки плунжера с иглой и отмечают показания прибора. Если прибор полуавтоматический, то устанавливают шкалу или стрелку на 0 и приводят в действие механизм, который по истечении 5 с выключится сам.

Определение повторяют не менее трех раз в различных точках на поверхности образца битума, отстоящих от краев чашки и друг от друга не менее чем на 10 мм. После каждого погружения иглу вынимают из гнезда, отмывают ее толуолом, бензином или другим растворителем и насухо вытирают в направлении острия. Для отдельных марок битумов, если результаты имеют разброс, перед проведением испытания иглы погружают на 5 мин в раствор олеиновой кислоты в толуоле с массовой долей 1 %, затем насухо вытирают. Если глубина проникания иглы образца выше 200 единиц, применяют не менее трех игл, оставляя каждую в образце до завершения трех испытаний.

Обработка результатов За результат испытания при 25°С принимают среднее арифметическое значение результатов не менее трех определений, расхождения между наибольшим и наименьшим определением не должны превы-

шать значений, указанных в табл. 1.2. Если результаты определений превышают указанные значения, то испытания повторяют на другом параллельно подготовленном образце. Если разница между тремя значениями вновь превысит значения, указанные в табл. 1.2, то испытание повторяют. Результаты испытаний округляют до целого числа. Если испытания проводят при другой температуре, то расхождения между полученными результатами могут отличаться от указанных в табл.1.2.

Два результата испытания, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (95-процентной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения, указанного в табл. 1.3.

Таблица 1.2

Значения допустимых расхождений показателя
глубины проникания иглы

Глубина проникания иглы при 25°С, 0,1 мм	Допускаемые расхождения между наибольшим и наименьшим определением, 0,1 мм
До 50	2
Св. 50 до 150	4
Св. 150 до 250	6
Св. 250	3 % от среднего арифметического значения

Два результата испытания, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (95 - процентной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышает значения, указанного в табл. 1.3-1.4.

Таблица 1.3

Допустимые расхождения в результатах испытаний глубины
проникания битумов при 25°С

Глубина проникания при 25°С, 0,1 мм	Сходимость, 0,1 мм	Воспроизводимость, 0,1 мм
До 50	1%	4%
Свыше 50	3 % от среднего арифметического	8 % от среднего арифметического

Допустимые расхождения в результатах испытаний глубины проникания битумов при 0°С

Глубина проникания при 0°С, 0,1 мм	Сходимость, 0,1 мм	Воспроизводимость, 0,1 мм
До 20 Свыше 20	2% 10 % от среднего арифметического	7% 20 % от среднего арифметического

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Как вязкие дорожные битумы подразделяются на марки.
2. Изложите последовательность определения условной вязкости битума.

Лабораторная работа №2

Определение температуры размягчения по «Кольцу и шару» по ГОСТ 11506

Цель работы Определение температуры размягчения по «Кольцу и шару»

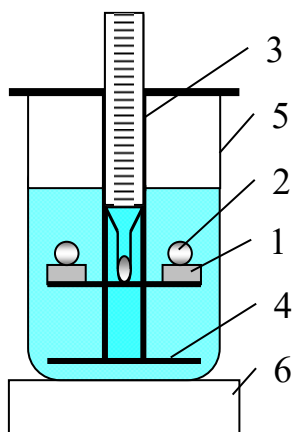


Рис. 2.1 Схема прибора «Кольцо и шар»

- 1-кольцо с битумом;
- 2-стальной шарик;
- 3-термометр;
- 4-контрольный диск;
- 5-стакан с водой;
- 6-электроплита.

Приборы, оборудование и материалы Аппарат, показанный на рис. 2.2, в комплект которого входят: стакан (баня) из термостойкого стекла диаметром не менее 85 мм и высотой не менее 120 мм; кольцо латунное ступенчатое; пластинки металлические, расстояние между которыми 25,0-25,4 мм. Верхняя пластинка имеет три отверстия: два для помещения колец и третье для термометра; штатив, поддерживающий пластинки; направляющая металлическая накладка для концентрического размещения шариков; допускается проводить определение без направляющей накладки, шарики стальные с номинальным диаметром 9,525 мм и массой 3,50+0,05 г каждый [7]. Допускается использовать автоматические и полуавтоматические аппараты, а также аппараты с четырьмя гнездами, основные размеры рабочих частей которых соответствуют

требованиям стандарта. Секундомер; стакан фарфоровый или металлический для расплавления битума; палочка стеклянная или металлическая для перемешивания битума; вода дистиллированная; сито металлическое с сеткой № 7; нож для срезания битума; горелка газовая или плитка электрическая с регулировкой нагрева; глицерин, декстрин, тальк, пинцет.

Подготовка к испытанию Температура размягчения битума является условной характеристикой перехода битума из вязкопластического в текучее состояние. Чем выше температура размягчения, тем больше прочность пленки битума.

Для определения температуры размягчения используют прибор "Кольцо - шар" (схема рис. 2.1, рис. 2.2).

Температура размягчения (как и глубина проникания иглы) условно характеризует вязкость битумов и его теплостойкость. За температуру размягчения принимают температуру, при которой шарик собственным весом продавит слой битума, залитого в кольцо, и коснется нижней пластинки прибора.

Перед испытанием образец битума (масса битума около 50 г) при наличии влаги обезвоживают осторожным нагреванием без перегрева до температуры на 80-100°C выше ожидаемой температуры размягчения, но не ниже 120°C и не выше 180°C. Обезвоженный и расплавленный до подвижного состояния битум процеживают через сито и затем тщательно перемешивают до полного уда-

ления пузырьков воздуха.

Битум с некоторым избытком наливают в два ступенчатых кольца (для битумов с температурой размягчения свыше 80°C кольца первоначально подогревают с помощью горелки или электрической плитки до предполагаемой температуры размягчения битума), помещенные на пластинку, покрытую

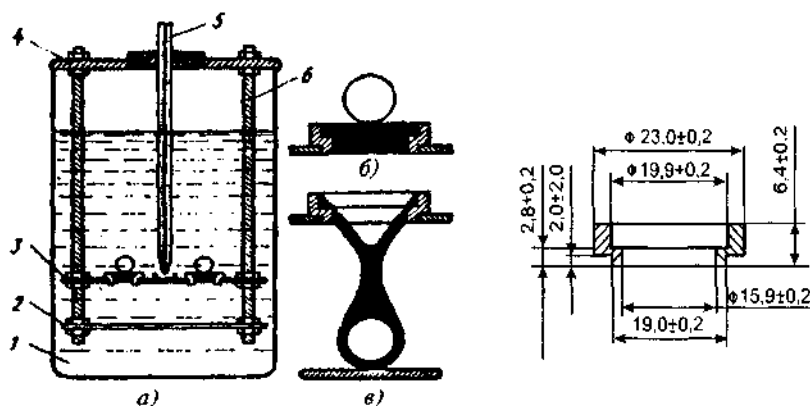


Рис. 2.2 Определение температуры размягчения битума:

а - схема прибора "Кольцо и шар"; б - положение шарика в начале испытания; в - положение шарика в конце испытания: 1 - стакан; 2...4 - диски; 5 - термометр; 6 - крепежные стержни

смесь декстрина с глицерином (1:3) или талька с глицерином (1:3), при этом следует избегать образования пузырьков воздуха.

После охлаждения колец с битумом на воздухе в течение 30 минут при 25±10°C избыток битума гладко срезают нагретым ножом на уровне краев колец. Для битума с температурой размягчения свыше 110°C избыток битума сре-

зают после охлаждения на воздухе в течение 5 минут, а затем выдерживают еще 15 минут. Для битумов с температурой размягчения ниже 30°C кольца с битумом помещают на 30 минут в стакан с водой, температура которой на $8\pm 1^\circ\text{C}$ ниже предполагаемой температуры размягчения. Избыток битума срезают нагретым ножом.

Ход работы Для битумов с температурой размягчения ниже 80°C кольца помещают в отверстия верхней пластинки аппарата. В среднее отверстие верхней пластинки вставляют термометр так, чтобы нижняя точка ртутного резервуара была на одном уровне с нижней поверхностью битума в кольцах.

Штатив с испытуемым битумом в кольцах и направляющими накладками помещают в стеклянный стакан – баню, заполненную дистиллированной, свежее вскипяченной водой, температура которой $5\pm 1^\circ\text{C}$, уровень воды над поверхностью колец не менее 50 мм. По истечении 15 минут верхнюю пластинку вынимают из бани, на каждое кольцо в центре поверхности битума кладут пинцетом стальной шарик, охлажденный в бане до $5\pm 1^\circ\text{C}$, и опускают на штатив обратно в баню, избегая появления пузырьков воздуха на поверхности битума.

Устанавливают баню на нагревательный прибор так, чтобы плоскость колец была строго горизонтальной. Температура воды в бане после, первых 3 минут подогрева должна подниматься со скоростью $5\pm 0,5^\circ\text{C}$ в минуту.

Для битумов с температурой размягчения свыше 80°C определение проводят со следующими изменениями: для битумов с температурой размягчения от 80°C до 110°C в баню наливают смесь воды с глицерином (1:2); для битумов с температурой размягчения свыше 110°C в баню наливают глицерин; температура выдерживания образцов битума в течение 15 мин в бане, наполненной глицерином с водой или глицерином, должна быть $34\pm 1^\circ\text{C}$; шарик должен быть нагрет в бане до $34\pm 1^\circ\text{C}$.

Для каждого кольца и шарика отмечают температуру, при которой выдавливаемый шариком битум коснется нижней пластинки аппарата. Если шарик продавливает битум, то испытание повторяют. Если при повторном испытании продавливание повторяется, то отмечают это в результате.

Обработка результатов За температуру размягчения битума принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, округленных до целого числа.

Два результата определения, полученные одним лаборантом на одних и тех же аппаратуре и пробе битума, признаются достоверными (95-процентной вероятности), если расхождение между ними не превышает значения, указанного в табл. 2.1.

Таблица 2.1

Достоверность результатов определения температуры размягчения

Температура размягчения, °С	Сходимость, °С	Воспроизводимость, °С
До 80	1	2
Свыше 80	2	4

Два результата определения, полученные в разных лабораториях на одной и той же пробе битума, признаются достоверными (с 95-процентной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения, указанного в табл. 2.1.

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Изложите порядок подготовки битума для определения показателя температуры размягчения.
2. Приведите схему прибора для определения температуры размягчения.

Лабораторная работа №3

Метод определения растяжимости битума по ГОСТ 11505

Цель работы Определения растяжимости битума

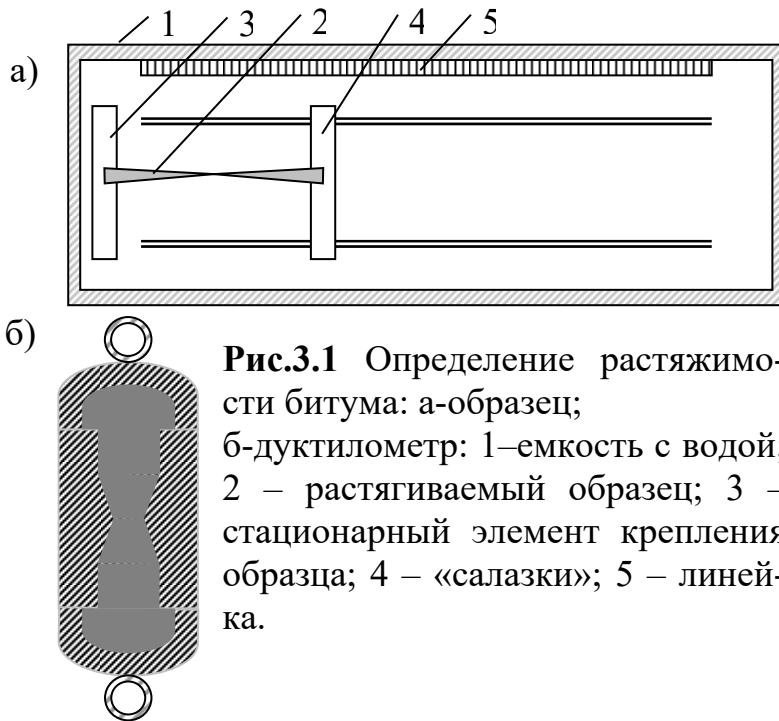


Рис.3.1 Определение растяжимости битума: а-образец; б-дуктилометр: 1—емкость с водой; 2 — растягиваемый образец; 3 — стационарный элемент крепления образца; 4 — «салазки»; 5 — линейка.

(червячный винт приводится в движение от мотора, скорость движения должна быть 5 см/мин); линейки для отсчета величины растяжимости. Отсчеты берут при помощи стрелки, прикрепленной к подвижной пластине.

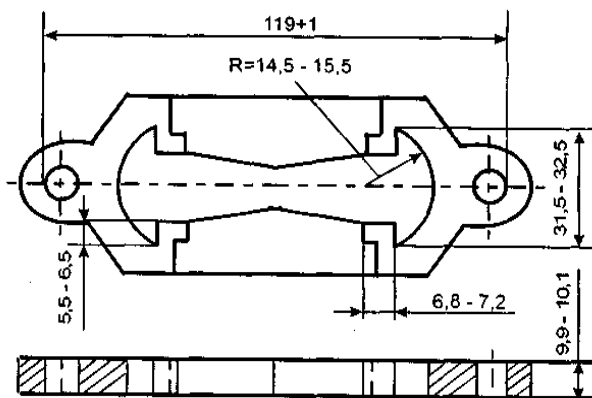


Рис.3.2 Форма "восьмерка"

свая или термостойкая стеклянная;

- тальк, глицерин, соль поваренная пищевая, декстрин, спирт этиловый, бумага папиросная.

Подготовка к испытанию Растяжимость характеризует пластичность и эластичность вязких и твердых битумов и заключается в определении макси-

Приборы, оборудование и материалы

Для определения растяжимости применяют прибор дуктилометр (рис. 3.1). Дуктилометр, состоит из удлиненного водонепроницаемого ящика, глубина которого должна быть не меньше 7-8 см, для того чтобы, над образцом и под ним при испытании был слой воды около 3 см; подвижной и неподвижной пластин со штифтами для укрепления на них разъемных форм, заполняемых испытываемым битумом; червячной передачи для перемещения передвижной пластины

К прибору прилагаются комплекты разъемных форм (рис. 3.2) и необходимое оборудование:

- термометр ртутный стеклянный с интервалом измеряемых температур 0-50°C, с ценой деления шкалы 0,5°C;
- нож для среза битума с прямым лезвием;
- сито с металлической сеткой № 07;
- пластинка полированная металлическая или термостойкая стеклянная;

мальной длины, на которую может растянуться без разрыва битум, залитый в форму для стандартных образцов - восьмерок, половинки которых раздвигаются с постоянной скоростью 5 см/мин при заданной температуре 25 и 0°С [12].

Расплавить на песчаной бане предварительно обезвоженный битум, перемешивая его стеклянной палочкой, затем процедить сквозь сито и перемешать до полного удаления пузырьков воздуха. Слегка смазать внутренние боковые поверхности форм и установить их на металлические и стеклянные пластинки, которые также предварительно смазать. Для смазки применяется смесь талька с глицерином в соотношении 1:3. Не допуская образования пузырьков воздуха, залить установленные формы с некоторым избытком битумом, выдержать их на воздухе в течение 30 минут при температуре 18-20°С, после чего срезать вровень с краями избыток битума горячим тонким ножом. Срезать битум необходимо вдоль формы, от середины к краям, так чтобы поверхность была совершенно гладкой.

Ход работы Формы с битумом, не снимая с пластинки, помещают в водяную ванну, объем воды в которой должен быть не менее 10 л (можно в ванну дуктилометра). Высота слоя воды над битумом должна быть не менее 25 мм; в ванне поддерживают температуру испытания, добавляя горячую или холодную воду или лед. При определении растяжимости при 25°С температура воды поддерживается $25 \pm 0,5^\circ\text{C}$, при определении растяжимости при 0°С температура воды поддерживается $0 \pm 0,5^\circ\text{C}$. По истечении 1ч формы с битумом вынимают из воды, снимают с пластинки и закрепляют в дуктилометре, для чего кольца зажимов формы надевают на штифты, находящиеся на салазках и на стойке дуктилометра. После этого отнимают боковые части форм. Если образцы выдерживались не в дуктилометре, а в другой ванне, то прежде, чем переносить их в дуктилометр, его также наполняют водой, имеющей температуру испытания, в таком объеме, чтобы вода покрывала штифты не менее чем на 25 мм. После того как в дуктилометре установится необходимая температура воды ($25 \pm 0,5^\circ\text{C}$ при испытании при 25°С и $0 \pm 0,5^\circ\text{C}$ - при испытании при 0°С), включают мотор дуктилометра и наблюдают за растяжением битума. Скорость растяжения при испытаниях при 25°С и 0°С должна быть 5 см/мин.

Допускается при определении растяжимости битума при 0°С устанавливать перегородку в середине ванны дуктилометра.

При определении растяжимости битумов, имеющих плотность, значительно большую или меньшую плотности воды (при растяжении нити битума достигают дна или всплывают на поверхность воды), плотность воды изменяют добавлением раствора поваренной соли или глицерина (для увеличения плотности) и этилового спирта (для уменьшения плотности).

Обработка результатов За растяжимость битума принимают длину нити битума в сантиметрах, отмеченную указателем в момент ее разрыва. Для каждого образца проводят три определения. За окончательный результат при-

нимают среднее арифметическое значение трех параллельных определений. Допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 10 % от среднего арифметического сравниваемых результатов.

Результаты определения, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95-процентной доверительной вероятностью), если расхождения между каждым определением и средним результатом не превышают значения, указанного в табл. 3.1.

Два результата определения, полученные в разных лабораториях, признаются достоверными (с 95-процентной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения, указанного в табл. 3.1.

Таблица 3.1.

Достоверность результатов испытаний

Растяжимость при 25°С, см	Сходимость, % от среднего результата	Воспроизводимость, % от среднего результата
От 0 до 30	10	20
Свыше 30	10	30

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Назовите приборы и оборудование, необходимые для определения показателя растяжимости битума.
2. Изложите порядок определения показателя растяжимости.

Лабораторная работа № 4

Методы определения температуры вспышки и воспламенения в открытом тигле по ГОСТ 4333-87

Цель работы Определения температуры вспышки и воспламенения

Приборы, оборудование и материалы Аппарат для определения температур вспышки и воспламенения в открытом тигле (рис.4.1) по методу Кливленда (типа ТВ-2) или автоматические или полуавтоматические аппараты, да-

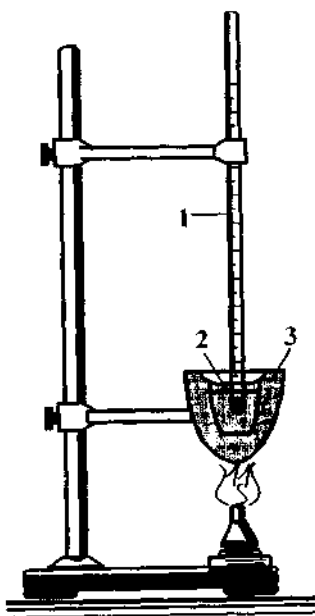


Рис. 4.1 Аппарат для определения температуры вспышки: 1 - термометр; 2 - тигель с битумом; 3 - песчаная баня

ющие результаты в пределах расхождений (рис.4.1) [23]. При возникновении разногласий в оценке качества нефтепродукта определение проводят вручную.

Экран трехстворчатый, окрашенный с внутренней стороны черной краской, с секциями шириной 46 ± 1 см и высотой 60 ± 5 см или щит высотой 55-65 см из листовой кровельной стали, окрашенный с внутренней стороны черной краской. Термометр типа ТН-2. Секундомер. Барометр ртутный или барометр-анероид с погрешностью измерения не более 0,1 кПа. Бумага фильтровальная лабораторная. Пипетка. Щетка металлическая. Бензин растворитель с пределами выкипания от 50 до 170°C или нефрас – от 50 до 170°C .

Осушающие реагенты (обезвоженные): натрий сернокислый безводный, или натрий сернокислый технический, или кальций хлористый технический. Вода дистиллированная. Натрий хлористый.

Дополнительно для метода «Б» – аппарат для определения температур вспышки и воспламенения в открытом тигле по методу Бренкена (типа ЛТВО).

Метод «А»

Подготовка к испытанию Температура вспышки и воспламенения характеризует огнеопасность материала или способность его вспыхивать или воспламеняться. Эти свойства материала необходимо учитывать при их нагреве во избежание возникновения пожара. Температуру вспышки и воспламенения определяют на специальном стандартном приборе. За температуру вспышки принимают температуру, при которой газообразные продукты, выделяющиеся из испытываемого материала при нагреве и образующие с воздухом горючую

смесь, на короткое время вспыхивают при поднесении к ним пламени. За температуру воспламенения принимают температуру, при которой испытываемый материал при его нагреве загорается при поднесении к нему пламени и горит не менее 5 с. Точность определения этих свойств материала зависит от прибора, в котором испытывают материал, скорости нагрева, периодичности поднесения пламени и его мощности.

Пробу тщательно и осторожно перемешивают. Пробы твердых нефтепродуктов предварительно расплавляют. Температура пробы после нагревания должна быть ниже предполагаемой температуры вспышки не менее чем на 56°C .

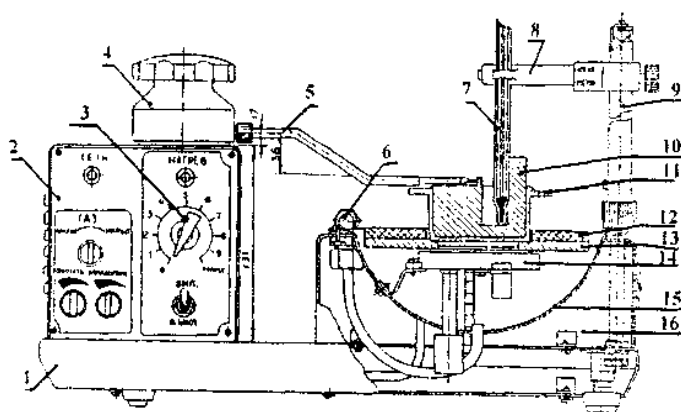


Рис. 4.2 Аппарат для определения температуры вспышки в открытом тигле:

1 - основание; 2 - блок управления; 3 - ручка регулировки нагрева; 4 - ручка; 5 - газовое устройство; 6 - штуцер воздушный; 7 - термометр; 8 - зажим; 9 - стойка; 10 - шаблон; 11 - тигель; 12 - асбестовая прокладка; 13 - нагревательная пластина; 14 - нагревательный элемент; 15 - отражатель; 16 - термоблок

Перед каждым испытанием аппарат охлаждают.

При работе с токсичными продуктами или продуктами, содержащими ароматические углеводороды (продукты пиролиза), пары которых являются токсичными, аппарат помещают вместе с экраном или со щитом в вытяжной шкаф. При температуре на 56°C ниже предполагаемой температуры вспышки движение воздуха в вытяжном шкафу следует поддерживать без создания сильных потоков над тиглем, для чего необходимо работать при закрытой верхней заслонке вентиляционного устройства вытяжного шкафа.

Перед каждым испытанием тигель промывают растворителем, углеродистые отложения удаляют металлической щеткой. Затем тигель промывают холодной дистиллированной водой и высушивают на открытом пламени или го-

Испытуемый нефтепродукт, содержащий воду, сушат встряхиванием с одним из осушающих реагентов при комнатной температуре. Нефтепродукты с температурой вспышки до 100°C сушат при температуре не выше 20°C . Вязкие нефтепродукты (вязкость при 100°C свыше $16,5 \text{ мм}^2/\text{с}$) сушат при температуре не более 80°C . Затем пробы фильтруют и декантируют.

Аппарат устанавливают на горизонтальном столе в таком месте, где нет заметного движения воздуха и вспышка хорошо видна. Для защиты от движения воздуха аппарат с трех сторон окружают экраном или щитом. Перед прове-

рячей электроплитке. Тигель охлаждают до температуры вспышки и помещают его в аппарат. В тигель помещают термометр в строго вертикальном положении, так чтобы нижний конец термометра находился на расстоянии 6 мм от дна тигля и на равном расстоянии от центра и от стенок тигля.

Ход работы Тигель заполняют нефтепродуктом так, чтобы верхний мениск точно совпадал с меткой. При наполнении тигля выше метки избыток нефтепродукта удаляют пипеткой или другим соответствующим приспособлением. Удаляют пузырьки воздуха с поверхности пробы. Не допускается смачивание стенок тигля выше уровня жидкости. При попадании нефтепродукта на внешние стенки тигля, тигель освобождают от нефтепродукта и обрабатывают.

Тигель с пробой нагревают пламенем газовой горелки или при помощи электрообогрева сначала со скоростью 14-17°С в минуту. Когда температура пробы будет приблизительно на 56°С ниже предполагаемой температуры вспышки, скорость подогрева регулируют так, чтобы последние 28°С перед температурой вспышки нефтепродукт нагревался со скоростью 5-6°С в минуту.

Зажигают пламя зажигательного устройства и регулируют его таким образом, чтобы размер диаметра пламени был примерно 4 мм. Его сравнивают с лекалом (шариком-шаблоном), вмонтированным в аппарат.

Начиная с температуры не менее чем на 28°С ниже температуры вспышки, каждый раз применяют зажигательное устройство при повышении температуры пробы на 2°С. Пламя зажигательного устройства перемещают в горизонтальном направлении, не останавливаясь над краем тигля, и проводят им над центром тигля в одном направлении в течение 1с.

При последующем повышении температуры перемещают пламя зажигания в обратном направлении. За температуру вспышки принимают температуру, показываемую термометром при появлении первого синего пламени над частью или над всей поверхностью испытуемого нефтепродукта. В случае появления неясной вспышки она должна быть подтверждена последующей вспышкой через 2 с. Голубой круг (ореол), который иногда образуется вокруг пламени зажигания, во внимание не принимают.

Для определения температуры воспламенения продолжают нагревать пробы со скоростью 5-6°С в минуту и повторяют испытание пламенем зажигательного приспособления через каждые 2°С подъема температуры нефтепродукта.

За температуру воспламенения принимают температуру, показываемую термометром в тот момент, в который испытываемый нефтепродукт при поднесении к нему пламени зажигательного приспособления загорается и продолжает гореть не менее 5 с.

Обработка результатов Если барометрическое давление во время испытания ниже, чем 95,3 кПА (715 мм рт. ст.), то необходимо в дополнение к полученным значениям температуры вспышки и температуры воспламенения ввести

соответствующие поправки по табл.4.1. За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов двух определений, округленное до целого числа и выраженное в градусах Цельсия.

Таблица 4.1.

Поправки к температурам вспышки и воспламенения

Барометрическое давление, кПа (мм рт. ст.)	Поправка, °С
От 95,3 до 88,7 (от 715 до 665)	+ 2
От 88,6 до 81,3 (от 664 до 610)	+ 4
От 81,2 до 73,3 (от 609 до 550)	+ 6

Два результата испытаний, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95-процентной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышают значений, указанных в табл. 4.2.

Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95-процентной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышают значений, указанных в табл. 4.2

Таблица 4.2

Допустимые расхождения между результатами испытаний

Наименование показателя	Сходимость, °С	Воспроизводимость, °С
Температура вспышки	5	16
Температура воспламенения	8	14

Метод «Б»

Подготовка к испытанию Подготовка к испытанию проводится так же, как и по методу «А».

Ход работы Тигель охлаждают до температуры 15-25°С и ставят в наружный тигель аппарата с прокаленным песком так, чтобы песок был на высоте около 12 мм от края внутреннего тигля, а между дном этого тигля и наружным тиглем был песок, толщина слоя которого 5-8 мм, что проверяется шаблоном.

Во внутренний тигель с нефтепродуктом устанавливают термометр в строго вертикальном положении так, чтобы ртутный шарик находился в центре тигля приблизительно на одинаковом расстоянии от дна тигля и от уровня нефтепродукта, и закрепляют термометр в таком положении в лапке штатива.

Испытуемый нефтепродукт наливают во внутренний тигель так, чтобы уровень жидкости отстоял от края тигля на 12 мм для нефтепродуктов со

вспышкой до 210°C включительно и на 18 мм для нефтепродуктов со вспышкой выше 210°C. Правильность налива нефтепродукта проверяют шаблоном: нефтепродукт наливают до соприкосновения поверхности нефтепродукта с острием указателя высоты уровня жидкости. При налипании не допускается разбрызгивание нефтепродукта и смачивание стенок внутреннего тигля выше уровня жидкости.

Наружный тигель аппарата нагревают пламенем газовой горелки или электрообогревом так, чтобы испытуемый нефтепродукт нагревался на 10°C в 1 мин. За 40°C до предполагаемой температуры вспышки нагрев ограничивают до 4°C в 1 мин. За 10°C до предполагаемой температуры вспышки пламенем зажигательного приспособления проводят медленно по краю тигля на расстоянии 10-14 мм от поверхности испытуемого нефтепродукта и параллельно этой поверхности. Длина пламени должна быть 3-4 мм. Время продвижения пламени от одной стороны тигля до другой – 2-3 с. Такое испытание повторяют через каждые 2°C подъема температуры.

За температуру вспышки принимают температуру, показываемую термометром при появлении первого синего пламени над частью или над всей поверхностью испытуемого нефтепродукта. Неясная вспышка должна быть подтверждена последующей вспышкой через 2°C. Истинную вспышку не следует смешивать с отблеском от пламени зажигательного приспособления.

Для определения температуры воспламенения продолжают нагревание наружного тигля так, чтобы нефтепродукт нагревался со скоростью 4°C в 1 минуту, и повторяют испытание пламенем зажигательного приспособления через каждые 2°C подъема температуры нефтепродукта. За температуру воспламенения принимают температуру, показываемую термометром в тот момент, в который испытуемый нефтепродукт при поднесении к нему пламени зажигательного приспособления загорается и продолжает гореть не менее 5 с.

Обработка результатов Обработка результатов испытания проводится так же, как описано в методе А.

Два результата определений температуры вспышки, полученные одним исполнителем в одной лаборатории, признают достоверным (с 95-процентной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 4°C. Расхождение между двумя последовательными определениями температуры воспламенения не должно превышать 6°C.

Воспроизводимость (для температуры вспышки): два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95-процентной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 16°C.

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Назовите приборы и оборудование, необходимые для определения показателя температуры вспышки.
2. Изложите последовательность определения показателя температуры вспышки.

Лабораторная работа № 5

Метод определения температуры хрупкости по Фраасу по ГОСТ 11507

Цель работы Определения температуры хрупкости по Фраасу

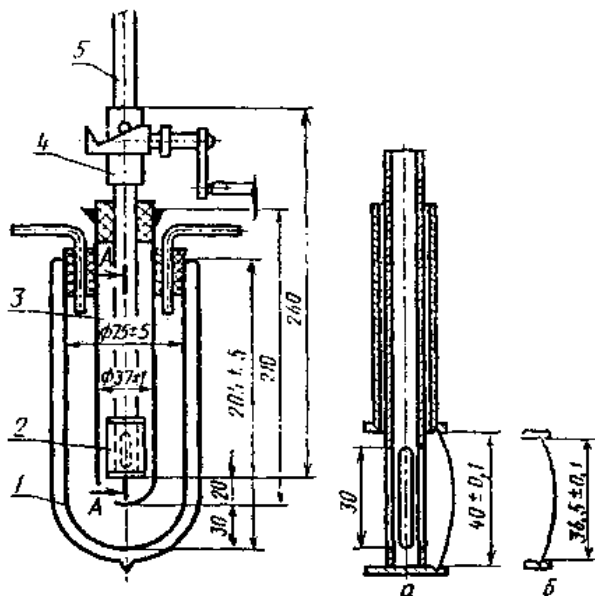


Рис 5.1 Прибор Фрааса:

1 - сосуд Дьюара; 2 - пластинка; 3 - пробирка; 4 - устройство для сгибания пластинки; 5 - термометр; а - начальное положение пластинки; б - конечное положение пластинки

подачи газообразного азота) и отводящей трубки.

Термометр ртутный стеклянный с длиной погружаемой части 250-260 мм, диаметром не более $5 \pm 0,5$ мм, ртутным резервуаром цилиндрической формы длиной 15-20 мм, с диапазоном измерения от минус 35 до плюс 30°C , ценой деления 1°C и погрешностью $\pm 0,5^\circ\text{C}$ или термопара хромель-копелевая малоинерционная с длиной погружаемой части не менее 250 мм, с потенциометром класса точности 0,5 с диапазоном измерения от минус 50 до плюс 50°C и ценой деления 1°C . Допускается применять аппараты другой конструкции, по основным размерам рабочей части, условиям проведения и результатам испытаний соответствующий аппарату Фрааса. К числу их можно отнести аппарат АТХ-90 производства Уфимского СКВ (рис. 5.2, 5.3).

Приборы, оборудование и материалы При определении используют: пластинки стальные длиной $41 \pm 0,05$ мм, шириной $20 \pm 0,2$ мм и толщиной $0,15 \pm 0,02$ мм, изготовленные из стальной ленты 65Г-С-Н-0,15Х20 по ГОСТ 2283. В ненапряженном состоянии пластинки должны быть плоскими. Не допускается применять пластинки со следами коррозии.

Пробирка стеклянная диаметром 37 ± 1 мм, высотой около 210 мм, в которую вставляется изгибающее устройство. Устройство для охлаждения, состоящее из несеребрянного сосуда Дьюара, снабженного резиновой пробкой с прорезями для пробирки с изгибающим устройством для подачи охлаждающего агента (воронка подачи углекислоты или трубка для

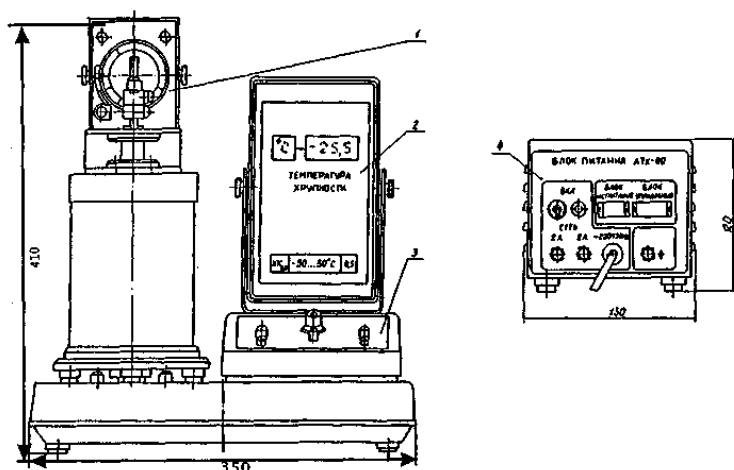


Рис. 5.2 Общий вид аппарата АТХ-90:
 1 - блок испытаний; 2 - измерительный блок; 3 - блок управления; 4 - блок питания

Устройство для расплавления битума на пластинке, состоящее из двух металлических пластинок любой формы 60x60 мм, расположенных друг от друга на расстоянии примерно 50 мм. Верхняя плитка толщиной 5 мм, нижняя - отражатель толщиной 1-2 мм. Устройство закрепляется на штативе горизонтально. Для расплавления битума допускается устройство другой конструкции, обеспечивающей отсутствие перегрева битума и равномерное распределение его на пластинке. Например, электрическая плитка с горизонтальной качающейся поверхностью или магнитный блок, состоящий из плоскошлифованной магнитной стальной пластины размером 40x60x8 мм, обеспечивающей полное соприкосновение всей поверхности пластинки для испытания при расплавлении битума и электрической плитки с устройством, обеспечивающим горизонтальность поверхности.

Секундомер. Сито с металлической сеткой № 7. Плитка керамическая размером 100x100x5 мм для выдерживания пластинок после расплавления битума. Кальций хлористый технический или кальций хлористый плавленный.

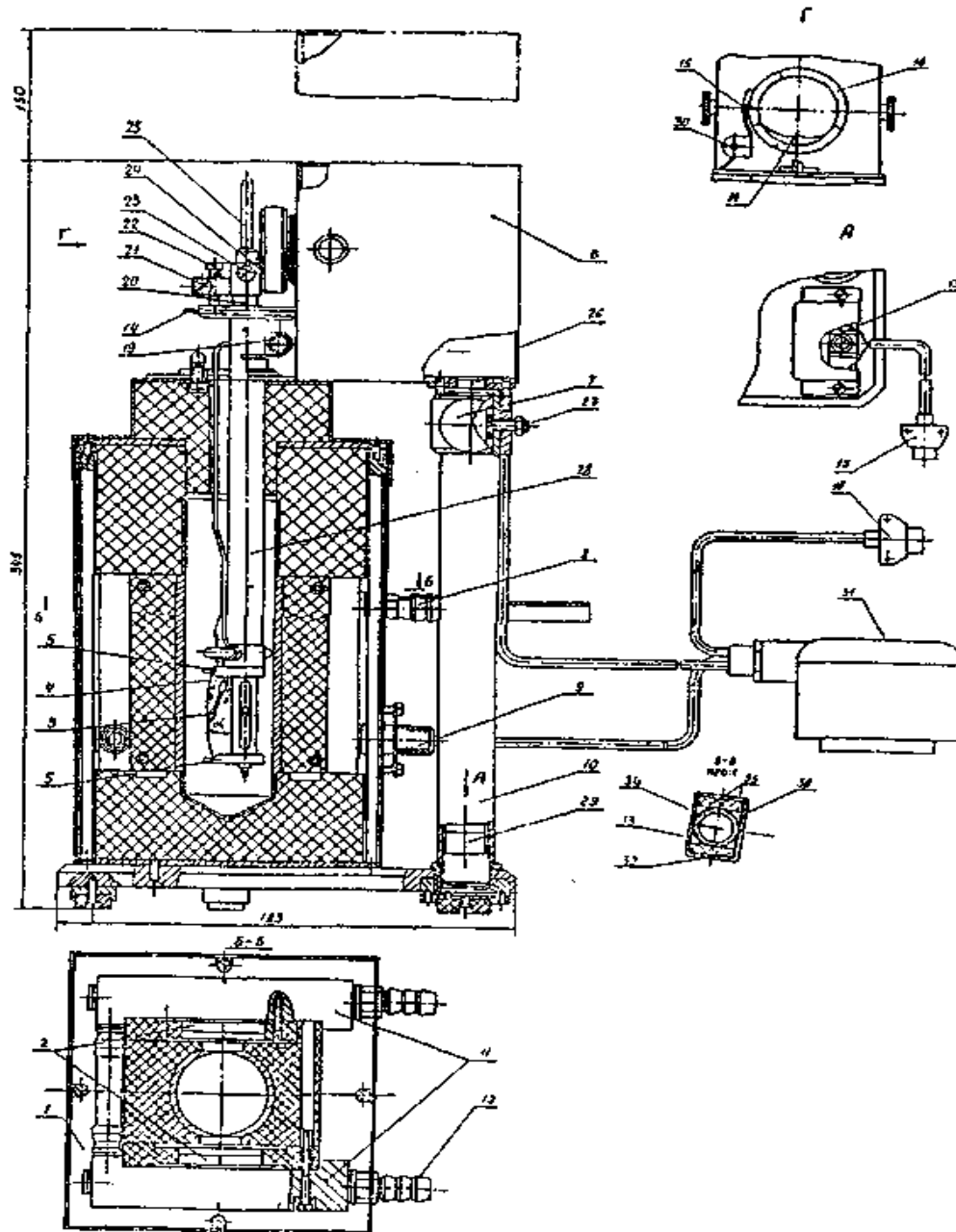


Рис. 5.3 Блок испытаний аппарата АТХ-90: 1-термостат; 2-микроохладители; 3-пьезодатчик; 4-пластина с образцом; 5-захваты; 6-устройство деформации; 7-ручка для фиксации; 8-выходной штуцер; 9-датчик блокировки; 10-направляющая; 11-радиаторы; 12-входной штуцер; 13-колодка; 14-пластина поворотная; 15-стрелка; 16-кулачок; 17-вилка блока испытаний; 18-вилка блока управления; 19, 21, 23-винты стопорные; 20-внутренняя трубка; 22-винт регулировочный; 24-подшинник; 25-блок термомпар; 26-крышка; 27-винт стопорный; 28-внешняя трубка; 29-блок устройства деформации; 30-пружина тормозная; 31-вилка силовая; 32-нижняя пластина (пружина); 33-верхняя пластина; 34-пьезоэлемент; 35-контактные поверхности пьезоэлемента; 36-трубка изоляционная

Толуол нефтяной, или толуол каменноугольный, или керосин осветительный. Охлаждающая смесь: этиловый технический регенерированный спирт, или сырец, или технический изооктан с твердой углекислотой; жидкий азот или жидкая углекислота. Допускается использовать другие охлаждающие смеси.

Весы лабораторные 3-го класса точности. Держатель для помещения пластинок в пазы захватов. Ширина концов держателя не должна превышать 8 мм. Он должен быть снабжен устройством, предотвращающим сближение концов на расстояние менее 38 мм.

Подготовка к испытанию За температуру хрупкости принимается температура, при которой битум переходит из вязкопластичного состояния в хрупкое и в слое битума, нанесенном на стальную пластину и охлаждаемом с постоянной скоростью, при циклическом изгибе пластины появляются трещины. Температура хрупкости битума условно характеризует переход битума с понижением температуры в хрупкое состояние. Этот переход битумов протекает различно в зависимости от происхождения и технологии производства. Быстрый переход битума в хрупкое состояние при понижении температуры является отрицательным свойством, особенно при применении такого битума в районах с холодным или умеренным климатом. Чем ниже температура хрупкости битума, тем более трещиностойкими становятся материалы на основе этого вяжущего. Переход битума в хрупкое состояние происходит при температуре затвердевания или хрупкости, которую определяют на специальном приборе Фрааса (рис. 5.1). Ей соответствует появление первой трещины в слое битума, нанесенном на стальную пластинку, подвергаемую изгибу при охлаждении со скоростью 1°С/мин [8].

Чем ниже температура хрупкости битума, тем более деформативен битум в зимнее время. Температура хрупкости дорожных битумов колеблется в пределах от -5 до -25°С. Абсолютное значение температуры хрупкости позволяет прогнозировать трещиностойкость асфальтобетонов и является важнейшей характеристикой при решении вопроса о применении битума в различных дорожно-климатических зонах России.

Образец битума при наличии влаги обезвоживают осторожным нагреванием без перегрева до температуры на 80-100°С выше температуры размягчения, но не ниже 120°С и не выше 180°С, перемешивая стеклянной палочкой. Обезвоженный и расплавленный до подвижного состояния битум процеживают через металлическое сито и тщательно перемешивают до полного удаления пузырьков воздуха.

Две стальные пластинки тщательно промывают толуолом или керосином, высушивают и взвешивают с погрешностью не более 0,01 г.

Испытанием на изгиб вручную устанавливают, в какую сторону изгибается стальная пластинка. Наносят 0,40±0,01 г битума на выпуклую при изгибе сторону пластинки. Пластинку с навеской битума кладут на верхнюю плитку устройства для расплавления битума и осторожно нагревают нижнюю плитку-

отражатель газовой горелкой или другим источником тепла до тех пор, пока битум не растечется равномерно по поверхности пластинки. Пламенем шириной около 5 мм и длиной 5-10 мм осторожно прогревают поверхность, удаляя возможные пузырьки воздуха, и получают гладкое, равномерное покрытие. При этом следует избегать местных перегревов. Время расплавления и распределения битума составляет 5-10 мин. Подготовленные пластинки с битумом сдвигают на гладкую плоскую горизонтально установленную керамическую плитку. Защищенные от пыли пластинки с битумом выдерживают при комнатной температуре не менее 30 мин.

В захваты устройства для сгибания (при расстоянии между пазами захватов $40,0 \pm 0,1$ мм) вставляют пластинку так, чтобы битумный слой был расположен наружи. При этом надо избегать образования трещин в битумном покрытии при сгибании пластинки. Если покрытие треснуло, то в устройство для сгибания помещают пластинку с другим покрытием. Собирают устройство для охлаждения, а сосуд Дьюара заполняют изооктаном или спиртом примерно на $1/2$ высоты.

Ход работы Устройство для сгибания пластинки вставляют в стеклянную пробирку с небольшим количеством хлористого кальция. Термометр или термопару устанавливают так, чтобы ртутный резервуар термометра или рабочий конец термопары находились на уровне середины пластины. Температура в пробирке к началу испытания должна быть не ниже 15°C . Вводят порциями охлаждающий агент и понижают температуру в пробирке со скоростью $1^\circ\text{C}/\text{мин}$, при этом допускаемые отклонения не должны превышать $\pm 1^\circ\text{C}$ на 10 мин.

Сгибать пластинку начинают при температуре, примерно, на 10°C выше ожидаемой температуры хрупкости. Сгибают и распрямляют пластинку равномерным вращением рукоятки со скоростью около 1 об/с сначала в одну сторону до достижения максимального прогиба (при уменьшении расстояния между пазами захватов на $36,5 \pm 0,1$ мм), а затем в обратную сторону до достижения исходного положения. Весь процесс сгибания и распрямления пластинки должен заканчиваться за 20-24 с. Операцию повторяют в начале каждой минуты и отмечают температуру в момент появления первой трещины. Для уточнения появления трещины допускается кратковременно извлекать пробирку с битумом из сосуда Дьюара или широкой пробирки. В ходе испытания устройство для сгибания нельзя вынимать из пробирки. Время с момента нанесения битумного покрытия до конца испытания не должно превышать 4 ч.

При недостаточном освещении используют люминесцентный светильник или лампу мощностью не более 15 Вт, находящуюся на расстоянии 100 мм от аппарата. Лампой пользуются в момент максимального сгибания пластинки, включая ее на короткое время.

Аналогичные испытания проводят с другой пластинкой с битумом, при этом сгибать пластинку начинают при температуре, на 10°C выше температуры появления трещины на первой пластинке

Если полученные значения различаются на величину, превышающую 3°C , то проводят третье определение.

Обработка результатов За температуру хрупкости принимают среднее арифметическое значение двух определений, округленное до целого числа. Два результата определения, полученные одним лаборантом на одном и том же аппарате и пробе битума, признаются достоверными (при доверительной вероятности 95 %), если расхождения между ними не превышает 3°C .

Два результата испытания, полученные разными лаборантами в двух разных лабораториях на одной и той же пробе битума, признаются достоверными (при доверительной вероятности 95 %), если расхождения между ними не превышают 8°C . Допускаемые точностные характеристики действительны до температуры минус 30°C .

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Изложите порядок подготовки образца для определения температуры хрупкости.
2. Назовите последовательность действий при определении температуры хрупкости на приборе Фрааса.

Лабораторная работа № 6

Изменение температуры размягчения после прогрева по ГОСТ 18180 и 11506

Цель работы Изменение температуры размягчения после прогрева

Приборы, оборудование и материалы При определении изменения температуры размягчения после прогрева применяют [18]: чашки металлические цилиндрические с плоским дном, внутренним диаметром 128 ± 1 мм, высотой $15 \pm 0,1$ мм и толщиной стенок $1,5 \pm 0,1$ мм или чашки стеклянные типа ЧБН с наружным диаметром 100 ± 1 мм; шкаф сушильный с терморегулятором, поддерживающим температуру с погрешностью не более $\pm 1^\circ\text{C}$; термометр стеклянный технический с ценой деления 1°C , до 200°C или лабораторный ТЛ-2 с ценой деления 1°C , до 250°C ; эксикатор; аппарат, в состав которого входят: стакан (баня) из термостойкого стекла диаметром не менее 85 мм и высотой не менее 120 мм; кольцо латунное ступенчатое; пластинки металлические, расстояние между которыми 25,0-25,4 мм. Верхняя пластинка имеет три отверстия: два для помещения колец и третье для термометра; штатив, поддерживающий пластинки; направляющая металлическая накладка для концентрического размещения шариков (допускается проводить определение без направляющей накладки); шарики стальные с номинальным диаметром 9,525 мм и массой $3,50 \pm 0,05$ г каждый.

Допускается использовать автоматические и полуавтоматические аппараты, а также аппараты с четырьмя гнездами, основные размеры рабочей части которых соответствуют требованиям настоящих стандартов; секундомер; стакан фарфоровый или металлический для расплавления битума; палочка стеклянная или металлическая для перемешивания битума; вода дистиллированная; сито с металлической сеткой № 7; нож для срезания битума; горелка газовая или плитка электрическая с регулировкой нагрева; глицерин; декстрин; тальк, пинцет.

Подготовка к испытанию Изменение температуры размягчения битума после его прогрева является результатом увеличения его температуры размягчения вследствие испарения летучих компонентов или за счет окисления воздухом. Метод используется для определения стабильности битумов при продолжительном хранении при повышенных температурах, оцениваемой по изменению их качественных показателей.

Изменение температуры размягчения после нагревания битума в течение 5 часов при 163°C устанавливается путем сравнения показателя температуры размягчения для одного и того же образца битума до и после его нагревания в течение 5 часов. Это изменение выражают в градусах.

Перед испытанием пробу битума при необходимости обезвоживают нагреванием до температуры на $80-100^\circ\text{C}$ выше температуры размягчения, но

не ниже 125°C и не выше 180°C (не допуская перегрева), перемешивая стеклянной палочкой. Битум, обезвоженный и расплавленный до подвижного состояния, процеживают через металлическое сито и перемешивают до полного удаления пузырьков воздуха.

Ход работы Битум наливают не менее чем в две чашки (в металлические – по 50±0,1 г, в стеклянные – по 28±0,1 г в каждую) и при осторожном наклоне чашки распределяют его по дну равномерным слоем (приблизительно 4 мм). Пробы устанавливают на горизонтальную решетку сушильного шкафа, предварительно подогретую до 163±1°C. Температуру контролируют термометром, ртутный резервуар которого находится на уровне чашек. Во время испытания сушильный шкаф не открывать. Прогрев битума продолжают 5 ч. Так как при установлении проб температура сушильного шкафа понижается, то 5 ч отсчитывают от момента достижения 163°C. Время достижения заданной температуры не должно превышать 15 мин. По истечении 5 ч чашки с битумом вынимают из сушильного шкафа и наливают с некоторым избытком в два гладких или ступенчатых кольца и определяют температуру размягчения битума согласно ГОСТ 11506.

Обработка результатов За изменение температуры размягчения битума после прогрева принимают разность между средними значениями температур размягчения битума до и после прогрева. Сходимость и воспроизводимость методов должны соответствовать требованиям ГОСТ 11506 [7] (см. табл. 2.1).

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Как можно охарактеризовать устойчивость вязких дорожных битумов к старению.
2. Изложите последовательность определения показателя «изменение температуры размягчения после прогрева».

Лабораторная работа № 7

Определение содержания водорастворимых соединений по ГОСТ 11510

Цель работы Определение содержания водорастворимых соединений

Приборы, оборудование и материалы При определении содержания в битуме водорастворимых соединений применяют: колбы конические из термически стойкого стекла, вместимостью 100 см³ и 250 см³; стаканы из термически

стойкого стекла вместимостью 100 см³; обратный холодильник; шкаф сушильный на 100-150°C; сетку металлическую № 7; воду дистиллированную; соль поваренную пищевую; бумагу фильтровальную; весы лабораторные 2-го класса точности [14].

Подготовка к испытанию Наличие водорастворимых соединений в битуме делает его нестойким к воде. Под действием атмосферных осадков водорастворимые соединения легко вымываются из битума, нарушая его водостойчивость, а следовательно, и водостойчивость материала, приготавливаемого с применением такого битума.

К водорастворимым относятся соединения, которые извлекаются водой в виде раствора или выделяются в виде эмульсий. К ним обычно относятся низкомолекулярные соединения как кислого, так и основного характера, а также некоторые соли органических кислот. Особенно много содержится водорастворимых соединений в битумах, которые получены из защелоченных нефтей. Водорастворимые соединения определяют путем кипячения пробы битума в воде.

Перед испытанием образец битума обезвоживают; вязкие битумы - осторожным нагреванием без перегрева при помешивании стеклянной палочкой; жидкие битумы - фильтрацией нагретого до 60°C битума через слой крупнокристаллической свежeproкаленной поваренной соли. Обезвоженный и расплавленный до подвижного состояния битум процеживают через металлическое сито с сеткой № 7 и тщательно перемешивают для полного удаления пузырьков воздуха.

Ход работы В коническую колбу помещают около 1 г испытуемого битума, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, нагревают его и равномерно распределяют по дну колбы, после чего в колбу наливают 25 см³ дистиллированной воды. Присоединяют к колбе обратный холодильник и кипятят ее содержимое в течение 30 мин. После окончания кипячения колбу, не отключая от холодильника, охлаждают до комнатной температуры и профильтровывают водную вытяжку через фильтр (предварительно смоченный дистиллированной водой) во взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г стакан или коническую колбу вместимостью 100 см³; колбу тщательно ополаскивают дистиллированной водой, которую сливают на тот же фильтр. Собранный в стакан или коническую колбу вместимостью 100 см³ фильтрат выпаривают при нагревании, не допуская кипения раствора.

Сконцентрированный остаток в стакане или конической колбе вместимостью 100 см³ сушат при температуре 100-105°C до постоянной массы. Расхождения между последовательными взвешиваниями не должны превышать 0,0004г.

Обработка результатов Массовую долю в битуме водорастворимых соединений (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \cdot 100, \%$$

где m_1 - масса стаканчика с сухим остатком, г;

m_2 - масса чистого стаканчика, г;

m_3 - масса испытуемого битума, г.

Два результата определений, полученные одним исполнителем одной и той же аппаратуре и пробе битума, признаются достоверными (с 95-процентной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышают 0,05 %.

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Изложите последовательность определения содержания водорастворимых соединений в вязком битуме.

Лабораторная работа № 8

Определение содержания воды в битуме

Цель работы Определение содержания воды в битуме

Приборы, оборудование и материалы Растворитель с температурой кипения выше 100°C; пробка; коллодий; пемза или неглазурованный фаянс.

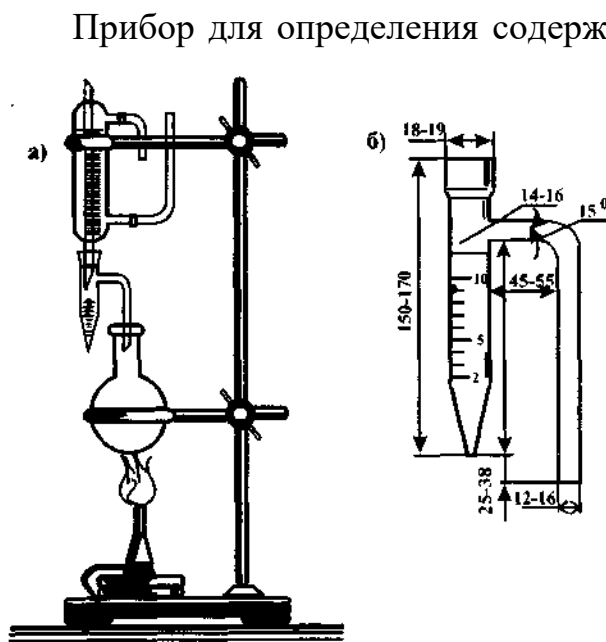


Рис. 8.1 Прибор для определения содержания воды: а) общий вид; б) ловушка воды

температура до тех пор, пока не будет выпарена вода.

Взвесить колбу, после чего поместить в нее около 100 г испытываемого материала. Если определяют содержание воды в вязком материале, то его необходимо расплавить при 60-80°C, после чего залить в колбу. Количество помещенного в колбу материала должно быть также взвешено с точностью до 0,1 г.

Ход работы В колбу с испытываемым материалом наливают 100 см³ растворителя и тщательно перемешивают содержимое колбы; в качестве растворителя применяют лигроин, ксилол, толуол, бензин и др.; во избежание сильного вспенивания испытываемого материала при нагревании в колбу следует положить несколько кусочков пемзы или неглазурованного фаянса. Присоединить к колбе с притертой пробкой приемник-ловушку так, чтобы срезанный конец трубки был погружен в горло колбы не более чем на 15-20 мм; присоединить к приемнику-ловушке также с помощью притертой пробки холодильник так, чтобы его косо срезанный нижний конец находился против отводной трубки приемника. Поставить колбу на нагревательный прибор и нагревать ее с такой интенсивностью, чтобы с косо срезанного конца холодильника поступало в приемник 2-3 капли в секунду; нагрев колбы прекращается после того, как объем воды в приемнике перестанет увеличиваться, а растворитель в ловушке станет совершенно прозрачным; если в конце перегонки в трубке холодильника задержится несколько капель воды, их надо сбросить в приемник путем сильного нагрева колбы или стеклянной палочкой.

Охладить приемник до комнатной температуры и определить в нем по делениям количество воды (по линии раздела вода - растворитель); если это определение затруднено из-за непрозрачности растворителя, то следует приемник

Прибор для определения содержания воды, (рис.8.1) состоящий из стеклянной или металлической круглодонной колбы с коротким горлом емкостью 500 см³, стеклянно-го градуированного приемника-ловушки с нижней конической частью и обратного стеклянного холодильника длиной 250-300 мм с гладкой внутренней трубкой. Приемник градуирован от 0 до 1 см³ через 0,05 см³ и от 1 до 10 см³ через 0,2 см³.

Подготовка к испытанию

Вода, находясь в битуме, оказывает вредное влияние на его свойства. Обводненный битум не может быть нагрет до высокой тем-

опустить на 20-30 мин в горячую воду, а затем снова охладить. Дополнительный нагрев облегчит процесс разделения воды и растворителя.

Обработка результатов Содержание воды определяют по следующей формуле:

$$W = \frac{V}{q} \cdot 100,$$

где: W - содержание воды к весу испытываемого материала, %; V - объем воды в приемнике, см³; q - навеска испытываемого материала, г.

При сильно обводненных материалах количество воды в приемнике может быть больше 10 см³. В этом случае испытание надо повторить с уменьшенным количеством материала и соответственно растворителя, с тем чтобы количество воды в приемнике было меньше 10 см³.

Каждый образец испытывают два раза. Результаты параллельных испытаний не должны расходиться более чем на одно деление приемника. Если количество воды в приемнике окажется меньше половины нижнего деления приемника, считается, что в испытываемом материале содержатся следы воды.

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Почему при испытании дорожного битума необходимо его обезвоживать.
2. Изложите последовательность определения содержания воды в битуме.

Лабораторная работа № 9

Определение истинной плотности битума

Цель работы Определение истинной плотности битума

Приборы, оборудование и материалы Для определения истинной плотности используют: стеклянную колбу с притертым капиллярным пикнометром с мерной чертой на горлышке и с притертой пробкой (рис.9.1); термостат;

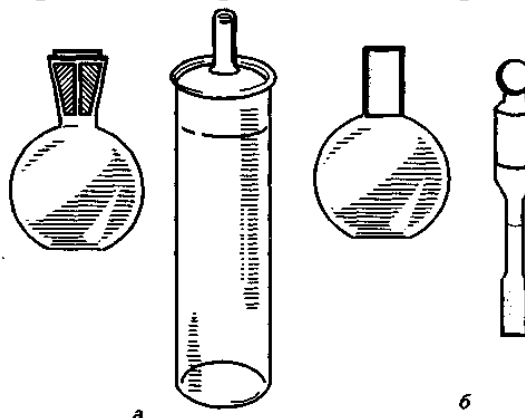


Рис. 9.1 Пикнометры: а - капиллярный пикнометр; б - пикнометр с меткой на съемном горлышке с притертой пробкой

хромпик; спирт; дистиллированную воду; фильтровальную бумагу.

Плотность битума косвенно характеризует его свойства и наличие в нем различных посторонних примесей. Определение плотности необходимо не только для этих целей, но и для расчета объемов хранилищ и перевозочных средств. Плотность битума определяют как отношение массы некоторого его объема при температуре + 20°С к массе такого же объема воды при +4°С. Плотность обычно определяют при помощи пикнометра (пикнометрический метод).

Определяют «водное число» пикнометра, т.е. массу дистиллированной воды в его объеме при 20°С. Для этого пикнометр промывают хромпиком, спиртом, дистиллированной водой, просушивают с продуванием, взвешивают с погрешностью до 0,001 г (q_1), наполняют дистиллированной водой несколько выше черты пикнометра. Наполненный пикнометр помещают в термостат или баню с температурой +20°С примерно на 30 мин, до того времени, пока уровень воды в пикнометре не перестанет изменяться; избыток воды на шейке капилляра отбирают с помощью фильтровальной бумаги или пипетки, обтирают снаружи мягкой тряпкой, закрывают пробкой и взвешивают с водой (q_2). Определяют «водное число» q как разность наполненного водой и чистого сухого пикнометра:

$$q = q_2 - q_1$$

Ход работы В высушенный пикнометр заливают битум примерно наполовину. Для полного расплавления битума и удаления из него пузырьков воздуха пикнометр с битумом помещают в термостат и выдерживают в нем 20-30 мин при 100°С. Далее пикнометр охлаждают в водном термостате или водяной бане до +20°С и взвешивают на аналитических весах (q_3). В капиллярный пикнометр до черты доливают дистиллированную воду с температурой 18-20°С и выдерживают в термостате при 20°С до тех пор, пока уровень мениска не пере-

станет изменяться, избыток воды собирают фильтровальной бумагой, пикнометр вытирают и взвешивают (q_4).

Обработка результатов Истинная плотность определяется по следующей формуле:

$$\gamma^{20} = \frac{q_3 - q_1}{(q_2 - q_1) - (q_4 - q_3)}.$$

Формулу можно сократить, подставляя значения «водного числа» данного пикнометра:

$$\gamma^{20} = \frac{q_3 - q_1}{q - (q_4 - q_3)}.$$

Истинная плотность битума при 20°C по отношению к плотности воды при 4°C вычисляется по формуле

$$\gamma_4^{20} = 0.9982 \cdot \gamma^{20} + K \cdot (t^0 - 20),$$

где K - средняя температурная поправка плотности, определяемая в зависимости от истинной плотности битума по табл. 9.1.

Таблица 9.1.

Температурная поправка к плотности битума

Истинная плотность битума, ед.изм	Температурная поправка на 1°C	Истинная плотность битума, ед.изм	Температурная поправка на 1°C
0,90-0,91	0,000633 0,000620	0,96-0,97	0,000554 0,000541
0,91-0,92	0,000607 0,000594	0,97-0,98	0,000528 0,000515
0,92-0,93	0,000581 0,000567	0,98-0,99	0,000502 0,000489
0,93-0,94		0,99-1,00	
0,94-0,95		1,00-1,10	
0,95-0,96		1,10-1,20	

Величину истинной плотности вычисляют как среднее из двух определений, расхождения между которыми не должны превышать 0,0004 ед.

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Изложите последовательность определения истинной плотности битума.

Лабораторная работа № 10

Методы определения сцепления битума с мрамором и песком

Цель работы Определения сцепления битума с мрамором и песком

Метод А «Пассивное» сцепление

Приборы, оборудование и материалы При определении сцепления битума с мрамором или песком применяют:

- сита металлические с отверстиями размером 2×2 и 5×5 мм;
- ложку металлическую, воду дистиллированную;
- бумагу фильтровальную, песок, мрамор белый (содержание кальция в пересчете на углекислый кальций не менее 98 %; содержание магния в пересчете на углекислый магний не более 1,5 %, содержание суммы нерастворимых в соляной кислоте веществ и полуторных окислов не более 0,5 %);
- чашку ЧВП-2 - 250, стаканы лабораторные вместимостью 250 см³;
- сито с металлической сеткой № 07;
- сетку металлическую № 025 или 05; диаметр сетки на 5-10 мм меньше диаметра стакана, к окантовке сетки припаяны провололочные дужки;
- шкаф сушильный с терморегулятором, поддерживающим температуру с погрешностью не более ±2°С;
- плитку электрическую с закрытой спиралью;
- весы лабораторные 3-го класса точности или другие весы такого же класса точности.

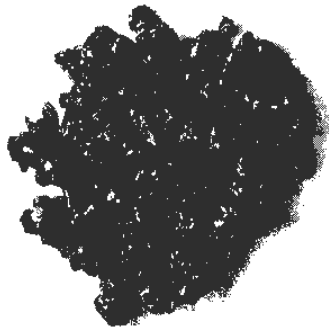
Подготовка к испытанию Определение сцепления проводят двумя методами: метод А - «пассивное» сцепление и метод Б - «активное» сцепление [29]. Сущность метода «А» заключается в определении способности вязкого битума удерживаться на поверхности песка или мрамора при кипячении. Сущность метода «Б» предусматривает определение сцепления жидкого или вязкого битума с поверхностью песка или мрамора в присутствии воды. Испытание характеризует прочность сцепления битума с минеральными материалами в дорожных покрытиях и заключается в определении способности вязкого битума удерживаться на поверхности мрамора или песка при воздействии кипящей воды.

Испытание проводят на мраморе или песке (минеральный материал должен быть указан в технических требованиях на битум). Мрамор измельчают, отсеивают через металлические сита фракцию размером от 2 до 5 мм. Кусочки с полированной поверхностью отбрасывают. Образцы мрамора или песка про-

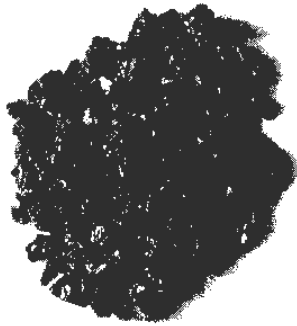
мывают дистиллированной водой и сушат при 105-110°C, песок - в течение 2 ч, мрамор - 5 ч.

Перед испытанием образец битума обезвоживают осторожным нагреванием до 105°C при перемешивании стеклянной палочкой. Битум, обезвоженный и расплавленный до подвижного состояния, процеживают через сито с сеткой № 07.

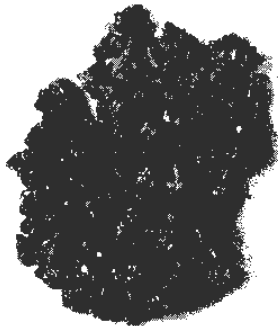
Для приготовления битумно-минеральной смеси в двух фарфоровых чашках взвешивают по 30 г мрамора или песка с погрешностью не более 0,1 г и по 1,20 г испытуемого битума с погрешностью не более 0,01 г. Чашки выдерживают в течение 20 мин в термостате при 130-140°C. Чашки вынимают из термостата и перемешивают мрамор или песок с битумом металлической ложкой до покрытия всей поверхности минерального материала. Затем смесь выдерживают при комнатной температуре в течение 20 мин.



Контрольный образец № 1



Контрольный образец № 2



Контрольный образец № 3

Рис. 10.1 Контрольные образцы битумно-минеральных смесей.

Ход работы На металлическую сетку № 025 или 05 с проволочными дужками выкладывают из одной чашки примерно половину подготовленной битумно-минеральной смеси, распределяют ее равномерным слоем и опускают сетку в стакан с кипящей дистиллированной водой (высота слоя воды под сеткой и над смесью должна быть по 40-50 мм). Аналогичную операцию производят с битумно-минеральной смесью из второй чашки. Сетки с испытуемыми образцами выдерживают в кипящей воде в течение 30 мин. Кипение воды не должно быть бурным. Битум, отделившийся от смеси и всплывший на поверхность воды в процессе кипячения, снимают фильтровальной бумагой.

Сетки с испытуемым битумом сразу по окончании кипячения переносят в стаканы с холодной водой, где выдерживают в течение 3-5 мин, после этого смеси переносят на фильтровальную бумагу.

Обработка результатов Для оценки сцепления битума с поверхностью минерального материала битумно-минеральную смесь сравнивают с фотографиями контрольных образцов (рис. 10.1). Битум считают выдержавшим испытание на сцепление с мрамором или песком, если сцепляемость не менее двух параллельных образцов не хуже изображения на фотографиях контрольных образцов.

Метод Б «Активное» сцепление

Приборы, оборудование и материалы При определении сцепления битума с мрамором и песком применяют:

- сита металлические с отверстиями размером 2×2 и 5×5 мм;

- ложку металлическую; воду дистиллированную; бумагу фильтровальную; песок; мрамор белый; стаканы лабораторные из стекла, вместимостью 100 см³;
- пробирки стеклянные с притертыми пробками (рис. 10.2);
- баню водяную диаметром не менее 110 мм, высотой не менее 160 мм;
- подставку для пробирок (рис. 10.3) или любое приспособление, позволяющее проводить испытание;
- чехол из кошмы или другого теплоизоляционного материала внутренним диаметром 35-38 мм, длиной 180-190 мм.

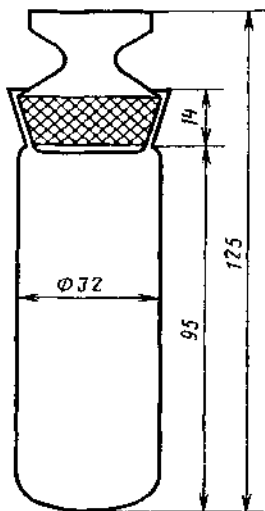


Рис. 10.2 Пробирка стеклянная с притертой крышкой

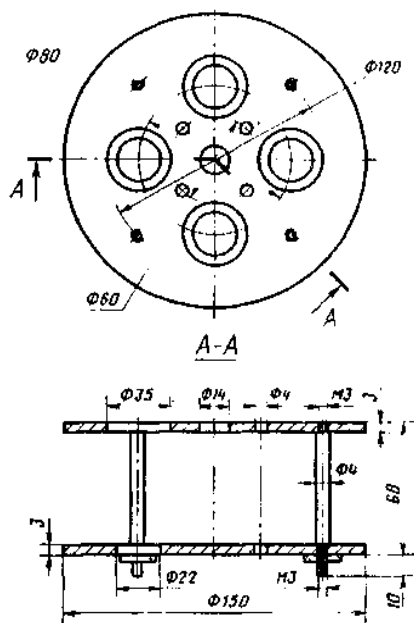


Рис. 10.3 Подставка для пробирок

Подготовка к испытанию Подготовку образцов мрамора и песка проводят, как описано в «методе А». В трех стеклянных пробирках с притертыми пробками взвешивают по 8 г мрамора или песка с погрешностью до 0,1 г, наливают по 10 см³-воды и на поверхность воды добавляют по 0,32 г испытуемого битума, как в методе А.

Ход работы Пробирки закрывают пробками, ставят в подставке в водяную баню на 10 мин, накрывают стаканом выступающие из воды части пробирок. Накрывающий пробирки стакан должен касаться воды. При испытании вязких битумов пробирки после десятиминутного кипячения накрывают кошмой и интенсивно встряхивают 2 мин. При испытании жидких битумов температуру в водяной бане поддерживают 10 мин в пределах 55-60°С. После встряхивания смесь из пробирок переносят на стеклянные пластинки.

Обработка результатов Для оценки результатов смеси на пластинках сравнивают с фотографиями контрольных образцов. Битум считают выдержавшим испытание на «активное» сцепление, если его сцепляемость в испытанных смесях не хуже, чем на фотографиях (см. рис.10.1).

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Поясните, как показатель сцепления битума влияет на долговечность покрытий.
2. Изложите порядок определения сцепления битума с минеральным материалом.

Лабораторная работа № 11

Определение растворимости битума в органических растворителях

Цель работы Определение растворимости битума в органических растворителях

Приборы, оборудование и материалы Колбы КН-250 по ГОСТ 25336; воронки В или ВФ по ГОСТ 25336; воронки для горячего фильтрования; колбы с тубусом по ГОСТ 25336; стаканчик для взвешивания СВ по ГОСТ 25336; промывалка; холодильник ХПТ или ХШ или ХСН по ГОСТ 25336; эксикатор 2 по ГОСТ 25336; палочка стеклянная; баня водяная или песочная; шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий нагрев до температуры не ниже 200°C и регулирование температуры с погрешностью не более 5°C; сито с металлической сеткой № 07 по ГОСТ 6613-86. Допускается применять импортные сита с аналогичными размерами сетки; насос водоструйный по ГОСТ 25336 или любой насос, создающий разрежение; толуол по ГОСТ 5789, или хлороформ по ГОСТ 20015, или трихлорэтилен по ГОСТ 9976; фильтры беззольные плотные марки «Синяя лента» диаметром 80-130 мм; лабораторные весы общего назначения по ГОСТ 24104, 2-го класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г, или аналогичного типа [20].

Подготовка к испытанию

Сущность метода заключается в определении растворимости битума в органическом растворителе - толуоле, или хлороформе, или трихлорэтилене.

Перед испытанием образец битума при наличии влаги обезвоживают осторожным нагреванием на газовой горелке или электроплитке закрытого типа, перемешивая стеклянной палочкой, до температуры на 80-100°C выше температуры размягчения, но не ниже 120°C и не выше 180°C. Обезвоженный и расплавленный до подвижного состояния битум процеживают через сито с металлической сеткой и затем тщательно перемешивают до полного удаления пузырьков воздуха.

Два сложенных вместе беззольных фильтра перед испытанием промывают растворителем, помещают в стаканчик для взвешивания с открытой крышкой и сушат не менее 1 ч в сушильном шкафу при 105-110°C. Затем стаканчик закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин и взвешивают. Операцию высушивания и взвешивания повторяют до получения расхождения

между двумя последовательными взвешиваниями - не более 0,0004 г. Повторное высушивание фильтра проводят в течение 30 мин.

Ход работы В предварительно взвешенную коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают около 5 г пробы битума. Навеску испытуемого битума растворяют в 100 см³ растворителя, нагревают колбу с обратным холодильником на водяной бане. Применение открытого огня для нагрева не допускается.

Раствор битума фильтруют через доведенный до постоянной массы беззольный двойной фильтр, помещенный в стеклянную воронку, укрепленную на штативе. Раствор наливают в фильтр по стеклянной палочке, воронку с фильтром наполняют раствором. Остаток в колбе смывают в фильтр чистым подогретым растворителем. Остатки нефтепродукта или твердые примеси, прилипшие к стенкам колбы, снимают стеклянной палочкой и смывают в фильтр подогретым чистым растворителем. По окончании фильтрации фильтр с осадком промывают подогретым растворителем при помощи промывалки, обращая при этом внимание на чистоту промывки краев фильтра. Промывку ведут до тех пор, пока на фильтре не будет оставаться следов битума и растворитель будет стекать прозрачным (отсутствие масляного пятна на фильтровальной бумаге после испарения растворителя). Допускается фильтрацию раствора битума и промывку фильтра проводить под вакуумом или применять воронку для горячего фильтрования. При фильтровании под вакуумом воронку с помощью резиновой пробки присоединяют к колбе, соединенной с насосом, создающим разрежение. Беззольный бумажный фильтр смачивают растворителем и помещают в воронку так, чтобы фильтр плотно прилегал к стенкам воронки. При фильтрации с применением воронки для горячего фильтрования не допускается вскипание фильтруемого раствора.

Все операции по растворению битума и фильтрации раствора не обязательно проводить в вытяжном шкафу.

По окончании промывки фильтр с осадком переносят в стаканчик для взвешивания, в котором сушился чистый фильтр, сушат с открытой крышкой не менее 1 ч в сушильном шкафу при 105-110°C. Затем стаканчик закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин и взвешивают. Операцию высушивания и взвешивания повторяют до получения расхождения между последовательными взвешиваниями не более 0,0004 г.

Обработка результатов Растворимость битума (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_1},$$

где m_1 - масса битума, взятая на анализ, г;

m_2 - масса нерастворимого осадка на фильтре, г.

За растворимость битума принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до второго десятичного знака.

Два результата определения, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95-процентной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышают 0,05 %.

Два результата испытания, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95-процентной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышают 0,15 %.

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Изложите последовательность определения растворимости битума в органических растворителях.

Лабораторная работа № 12

Метод определения содержания парафинов по ГОСТ 17789

Цель работы Определения содержания парафинов

Приборы, оборудование и материалы При определении содержания парафинов применяют:

- колонку адсорбционную (высота 700 ± 10 мм, внутренний диаметр 30 ± 2 мм, в верхней части колонки - шаровой резервуар с внутренним диаметром 80 ± 2 мм, в нижней части колонки - кран);
- колбы - Кн-1 - 250 или Кн-2 - 250, Кн-1 - 500, или Кн-2 - 500, стаканы Н-1 - 250; цилиндры измерительные вместимостью 100 и 500 см³;
- аллонж АИ;
- чашки фарфоровые выпарительные;
- насос водоструйный; термометр стеклянный, типа ТН-б;
- дефлегматор и холодильник ХПТ; эксикатор 2-250;
- стеклянную палочку; стеклянную пластинку; баню водяную;
- баня для охлаждения пробы битума и ацетон-толуольной смеси;
- воронки В-75 или В-100;
- воронку фильтрующую ВФ-1-32-ПОР 40 или ВФ-1-40-ПОР 40, помещенную в баню для охлаждения;
- плитку электрическую с закрытой спиралью;
- шкаф сушильный;

- весы лабораторные аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г и наибольшим пределом взвешивания 200 г;
- печь муфельную;
- сито металлическое с сеткой № 07;
- газ инертный;
- толуол;
- эфир петролейный марки 70-100;
- ацетон-толуольная смесь 1:2;
- ацетон (обезвоженный хлористым кальцием) и толуол;
- окись алюминия для хроматографии;
- фильтры беззольные марки «белая лента» диаметром 150-180 мм;
- вату медицинскую гигроскопическая;
- бумагу фильтровальную лабораторную;
- охлаждающую смесь: соль поваренная пищевую и лед мелкоистолченный (или снег);
- спирт этиловый сырец, или спирт этиловый технический, или спирт этиловый синтетический и твердую углекислоту;
- весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,01 г.

Подготовка к испытанию Метод заключается в предварительном осаждении петролейным эфиром асфальтенов из растворенного в бензоле битума, адсорбции смолистых веществ окисью алюминия и выделении парафинов из десорбированной фракции вымораживанием [18].

Окись алюминия прокаливают в муфельной печи в фарфоровых выпарительных чашках 12 ч при 500-600°C. Прокаленную окись алюминия хранят в эксикаторе. Отработанная окись алюминия повторно не используется из-за сложности регенерации. В нижнюю часть адсорбционной колонки помещают тампон из гигроскопической ваты и небольшими порциями насыпают 150±1,0 г окиси алюминия, прокаленной и охлажденной до комнатной температуры.

Пробу битума обезвоживают осторожным нагреванием без перегрева (до температуры на 75-100°C выше температуры размягчения битума, но не выше 180°C) при помешивании стеклянной палочкой. Обезвоженный и расплавленный до подвижного состояния битум процеживают через металлическое сито и тщательно перемешивают для полного удаления пузырьков воздуха.

Ход работы В предварительно взвешенный стакан вместимостью 250 см³ помещают 5-6 г подготовленной пробы битума, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г. Навеску испытуемого битума растворяют в 5-10 см³ толуола при подогреве на водяной бане и перемешивании стеклянной палочкой. Для осаждения асфальтенов к навеске битума прибавляют 40-кратное количество петролейного эфира (взятое по объему к навеске битума) и, накрыв стеклянной пластинкой, помещают его в темное место на 24 ч.

Отстоявшийся раствор осторожно без перемешивания фильтруют через двойной фильтр «Белая лента». Осадок переносят в фильтр, небольшим количеством петролейного эфира в несколько приемов ополаскивают колбу, в которой проводилось осаждение асфальтенов. Асфальтены на фильтре промывают подогретым до $\approx 50^\circ\text{C}$ петролейным эфиром до полного исчезновения масляного пятна на фильтровальной бумаге после испарения эфира.

Из колбы с фильтратом на водяной бане отгоняют большую часть растворителя до получения 20-30 см³ концентрата (остатка) в колбе. При этом используют холодильник, дефлегматор и инертный газ.

В адсорбционную колонку, заполненную окисью алюминия, наливают 100-120 см³ петролейного эфира для смачивания адсорбента. Когда окись алюминия полностью впитает петролейный эфир, в колонку помещают концентрат фильтрата. Колбу, в которой находился фильтрат, промывают 2-3 раза по

10-15 см³ петролейного эфира, который также наливают в колонку. Когда адсорбент впитает весь фильтрат, в колонку наливают 500 см³ петролейного эфира, включая петролейный эфир, израсходованный на промывку колбы из-под фильтрата.

Скорость истечения раствора поддерживают краном в нижней части колонки в пределах 1,5-3 см³/мин.

От полученного десорбированного раствора из колбы на водяной бане отгоняют петролейный эфир, используя холодильник, дефлегматор и инертный газ. Остаток в колбе растворяют в 50 см³ ацетон-толуольной смеси при нагревании до $\approx 50^\circ\text{C}$ на водяной бане. Полученный раствор охлаждают до комнатной температуры, а затем колбу с раствором помещают на 1 ч в предварительно охлажденную до минус 20°C баню. В той же бане охлаждают 50 см³ ацетон-толуольной смеси. Одновременно в другой бане при минус 20°C охлаждают в течение 10 мин воронку с фильтром из пористой стеклянной пластинки.

По истечении 1 ч охлажденный раствор продукта фильтруют при минус 20°C через пористый стеклянный фильтр при помощи водоструйного насоса. Парафин со стенок колбы смывают на фильтр в несколько приемов охлажденной ацетон-толуольной смесью. Парафин на фильтре промывают 50 см³ охлажденной смеси.

После окончания фильтрования парафин с фильтра смывают толуолом, нагретым примерно до 60°C , в предварительно взвешенную коническую колбу вместимостью 250 см³. Толуол от парафина отгоняют на водяной бане.

Колбу с парафином доводят до постоянной массы в сушильном шкафу при $105-110^\circ\text{C}$ и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Работу с толуолом и ацетон-толуольной смесью необходимо проводить в вытяжном шкафу.

Обработка результатов Содержание парафина (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{G_3},$$

где m_1 - масса колбы с парафином, г;

m_2 - масса колбы без парафина, г;

G_3 - количество битума, взятое на анализ, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух определений.

Два результата определения, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95-процентной достоверной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,5%.

Два результата определения, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95-процентной достоверной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 1,6 %.

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Изложите порядок определения содержания парафинов в нефтяном битуме методом осаждения.

Лабораторная работа № 13

Рентгенофазовый метод определения парафинов по ГОСТ 28967-91

Цель работы Определения парафинов рентгенофазовый метод

Приборы, оборудование и материалы Дифрактометр рентгеновский общего назначения типа ДРОН. Шкаф сушильный, обеспечивающий нагрев до 200°C с погрешностью не более 5°C. Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с пределом взвешивания 200 г. Эксикатор. Стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ-34/12. Кюветы медные или латунные для образцов (рис. 13.1). Вставка из латуни и фторопласта (рис. 13.1). Пинцет. Нож для среза битума. Палочки стеклянные длиной около 100 мм с оплавленными концами. Асфальт пропановой деасфальтизации с температурой размягчения по кольцу и шару (по ГОСТ 11506) не ниже 30°C. Парафины марки Т по ГОСТ 23683. Линейка измерительная по ГОСТ 427. Отбор проб - по ГОСТ 2517.

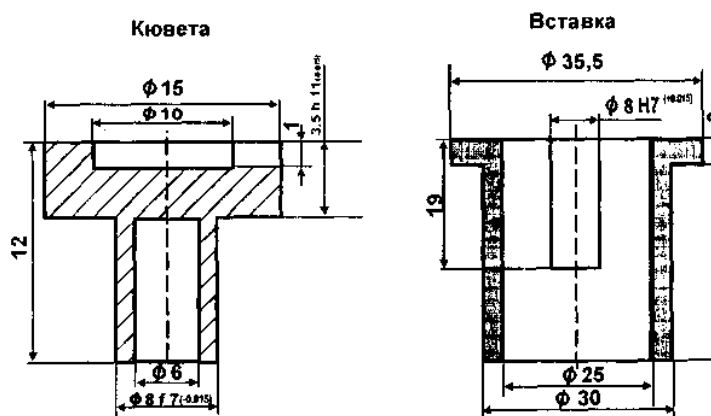


Рис. 13.1 Кюветы медные или латунные для образцов и вставка из латуни и фторопласта.

пановой деасфальтизации.

Взвешивают стаканчики (бюксы) с погрешностью не более 0,0002 г. Асфальт разогревают в сушильном шкафу, перемешивают стеклянной палочкой и разливают во взвешенные стаканчики примерно до половины объема (масса около 10 г). Стаканчики с содержимым охлаждают до комнатной температуры и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

Берут навеску парафина с погрешностью до 0,0002 г и добавляют в стаканчики с асфальтом в таком количестве, чтобы получить контрольные образцы с массовой долей парафина 2, 4, 6, 8 и 12 %.

Стаканчики с асфальтом и парафином разогревают в сушильном шкафу при температуре $100 \pm 5^\circ\text{C}$, содержимое тщательно перемешивают стеклянными палочками и охлаждают до комнатной температуры.

Стаканчики с контрольными образцами закрывают крышками и ставят в эксикатор. Перед использованием разогревают в сушильном шкафу при температуре $100 \pm 5^\circ\text{C}$ и перемешивают стеклянной палочкой.

Готовят контрольные образцы добавлением парафина в асфальт пропановой деасфальтизации.

Взвешивают стаканчики (бюксы) с погрешностью не более 0,0002 г. Асфальт разогревают в сушильном шкафу, перемешивают стеклянной палочкой и разливают во взвешенные стаканчики примерно до половины объема (масса около 10 г). Стаканчики с содержимым охлаждают до комнатной температуры и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

Берут навеску парафина с погрешностью до 0,0002 г и добавляю в стаканчики с асфальтом в таком количестве, чтобы получить контрольные образцы с массовой долей парафина 2, 4, 6, 8 и 12 %.

Стаканчики с асфальтом и парафином разогревают в сушильном шкафу при температуре $100 \pm 5^\circ\text{C}$, содержимое тщательно перемешивают стеклянными палочками и охлаждают до комнатной температуры.

Подготовка к испытанию Сущность метода заключается в измерении интенсивности линии парафинов на дифрактограмме битума и определении массовой доли парафинов по градуировочному графику.

Готовят контрольные образцы добавлением парафина в асфальт пропановой деасфальтизации.

Стаканчики с контрольными образцами закрывают крышками и ставят в эксикатор. Перед использованием разогревают в сушильном шкафу при температуре $100 \pm 5^\circ\text{C}$ и перемешивают стеклянной палочкой.

Подготовка кювет с контрольными образцами. С помощью стеклянной палочки заполняют 2-3 каплями разогретого контрольного образца три кюветы, предварительно подогретые в сушильном шкафу при температуре $100 \pm 5^\circ\text{C}$. Кюветы с контрольным образцом охлаждают при комнатной температуре в течение 5-10 мин до загустения. Допускается охлаждать в бане со льдом в течение 2-3 мин до загустения. Излишки контрольного образца убирают подогретым ножом. Кюветы с контрольным образцом разогревают в сушильном шкафу при температуре $100 \pm 5^\circ\text{C}$, выдерживают в течение 2-3 мин до получения зеркально ровной поверхности образца и охлаждают при комнатной температуре в течение 40-50 мин. Допускается охлаждать в бане со льдом в течение 5-10 мин.

Кювету с контрольным образцом с помощью пинцета переносят к дифрактометру, устанавливают в центре вставки, укрепленной на столике гониометра с помощью специального кольца.

Подготовка дифрактометра. Подбирают условия записи дифрактограмм в соответствии с инструкцией к дифрактометру и рентгеновской трубке с медным анодом и никелевым фильтром. Настраивают аппаратуру так, чтобы высота линии парафинов на дифрактограмме контрольного образца с массовой долей парафинов 8 % составляла 6-7 см. Запись дифрактограммы проводят в области $2\theta = 6-28^\circ\text{C}$ со скоростью развертки $2^\circ/\text{мин}$.

Аналогично записывают дифрактограммы всех контрольных образцов.

Построение градуировочного графика. На дифрактограмме контрольных образцов проводят базовую прямую через основание линии парафинов с угловым положением $20-21^\circ\text{C}$ (рис.13.2). Измеряют в сантиметрах высоту (интенсивность) линии. Для каждого контрольного образца находят среднее арифметическое результатов трех параллельных измерений интенсивности. Строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массовую долю парафинов в контрольных образцах, на оси ординат - соответствующее ей среднее арифметическое интенсивности линии парафинов.

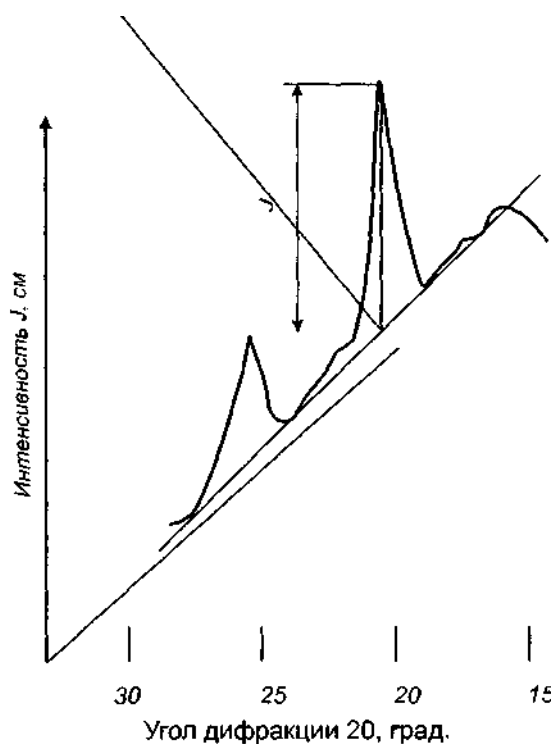


Рис. 13.2 Интенсивность линии парафина на дифрактограмме битума

Градуировочный график проверяют один раз в месяц с использованием двух-трех контрольных образцов.

Подготовка образцов битумов

Битумы разогревают в сушильном шкафу при температуре на 30-40°C выше температуры размягчения и тщательно перемешивают стеклянной палочкой. Подготовка кювет с образцами битумов проводят, как описано выше.

Ход работы

Записывают дифрактограммы образцов битумов, измеряют интенсивность линии парафинов и находят среднее арифметическое трех параллельных измерений, как и при построении градуировочного графика.

Обработка результатов Массовую долю парафинов в битумах определяют по градуировочному графику.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух последовательных определений, округленное до первого десятичного знака.

Два результата определения, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95-процентной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышают значения сходимости для большего результата, приведенного на рис. 13.2.

Два результата испытания, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95-процентной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышает значения воспроизводимости для большего результата, приведенного на рис. 13.2.

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Изложите порядок определения содержания парафинов в нефтяном битуме рентгенофазовым методом.

Лабораторная работа № 14

Определение водорастворимых кислот и щелочей

Цель работы Определение водорастворимых кислот и щелочей

Приборы, оборудование и материалы При определении содержания в битуме водорастворимых кислот щелочей применяют [15]: колбы конические вместимостью 250-500 см³; пробирки стеклянные; пипетки вместимостью 25 см³; металлическую сетку № 07; воду дистиллированную; фенолфталеин 1 - процентный спиртовой раствор; метиловый оранжевый 0,02-процентный водный раствор; соль поваренную пищевую.

Подготовка к испытанию Метод позволяет проводить качественные определения содержания в битумах водорастворимых кислот и щелочей.

Перед испытанием образец битума обезвоживают: вязкие битумы - осторожным нагреванием без перегрева при помешивании стеклянной палочкой; жидкие битумы - фильтрацией нагретого до 60°C битума через слой крупнокристаллической свежeproкаленной поваренной соли. Обезвоженный и расплавленный до подвижного состояния битум процеживают через металлическое сито с сеткой № 7 и тщательно перемешивают для полного удаления пузырьков воздуха.

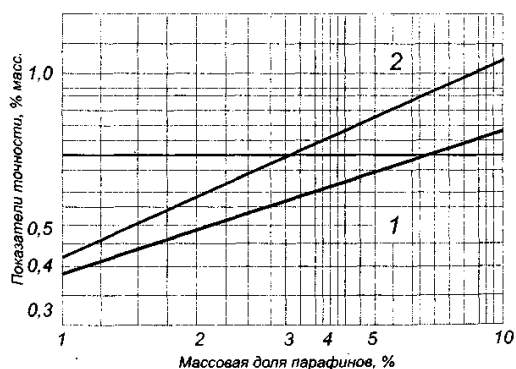


Рис. 14.1 Зависимость показателей точности от массовой доли парафинов:
1 - сходимость; 2 - воспроизводимость

твора фенолфталеина. Окрашивание раствора в розово-малиновый цвет указывает на слабощелочную реакцию, окрашивание в ярко-малиновый цвет - на сильнощелочную реакцию.

Обработка результатов При отсутствии окрашивания раствора в первой пробирке приливают к водной вытяжке в другую пробирку две капли раствора

метилового оранжевого. Окрашивание раствора в розовый цвет указывает на наличие в битуме водорастворимых кислот.

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Изложите последовательность определения содержания в битуме водорастворимых кислот и щелочей.

Лабораторная работа № 15

Определение зольности битумов

Цель работы Определение зольности битумов

Приборы, оборудование и материалы При определении зольности битума применяют [16]:

тигли фарфоровые низкой формы №5; эксикатор; щипцы тигельные длиной 25-30 см; фарфоровый треугольник; асбестовую пластинку с вырезом для тигля; треножник; муфельную или тигельную печь; сетку металлическую № 07; аммоний азотнокислый, 10-процентный водный раствор; кислоту соляную, 20 - процентный раствор; воду дистиллированную; соль поваренную пищевую; часовое стекло или стеклянную пластинку; весы лабораторные 2-го класса точности с погрешностью не более 0,0002 г.

Подготовка к испытанию Сущность метода заключается в определении зольности нефтяных битумов путем сжигания битума и прокаливания твердого остатка до постоянной массы.

Перед испытанием при наличии влаги битум обезвоживают: вязкие битумы - осторожным нагреванием без перегрева при помешивании стеклянной палочкой; жидкие битумы - фильтрацией нагретого до 60°C битума через слой крупнокристаллической свежeproкаленной поваренной соли. Обезвоженный и расплавленный до подвижного состояния битум процеживают через металлическое сито с сеткой № 07 и тщательно перемешивают для полного удаления пузырьков воздуха.

Тигель промывают дистиллированной водой, прокаливают в муфеле или тигельной печи при $775 \pm 25^\circ\text{C}$ в течение 10 мин, затем охлаждают в течение 5 мин на воздухе и переносят в эксикатор. После охлаждения в течение 30 мин тигель взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

Прокаливание, охлаждение и взвешивание повторяют до получения расхождений между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,0004 г.

Ход работы Около 10 г подготовленного битума взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г в доведенном до постоянной массы тигле.

Тигель с битумом помещают в отверстие асбестовой пластинки, предохраняющей выделяющиеся пары от воспламенения, и медленно нагревают на огне (пламя горелки не должно быть коптящим) в вытяжном шкафу. Если при этом выделяющиеся от нагревания пары воспламеняются, их надо быстро потушить, оставив горелки и накрыв тигель часовым стеклом, стеклянной пластинкой или крышкой. Необходимо регулировать нагрев так, чтобы битум не перетекал через края тигля.

После того, как в тигле останется лишь углистый остаток, тигель переносят в муфель или тигельную печь и прокаливают при $775 \pm 25^\circ\text{C}$ до полного озоления остатка. Трудносгораемый остаток смачивают, охладив предварительно тигель несколькими каплями раствора азотнокислого аммония, осторожно выпаривают и прокаливают до озоления.

Допускается сжигание и прокаливание битума в электропечах при постоянном подъеме температуры. После озоления тигель охлаждают, переносят в эксикатор, где выдерживают в течение 30 мин, и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

Прокаливание, охлаждение и взвешивание тигля повторяют до получения расхождений между двумя взвешиваниями не более 0,0004 г.

Обработка результатов Зольность испытуемого битума (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m_3},$$

где m_1 - масса тигля с золой, г;

m_2 - масса чистого тигля, г;

m_3 - навеска испытуемого битума, г.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое из двух параллельных определений.

Два результата определений, полученные одним лаборантом на одной и той же аппаратуре и пробе продукта, признают достоверными (с 95 - процентной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышают значений, указанных в табл. 15.1.

Таблица 15.1

Допустимые расхождения двух результатов испытаний

Зольность	Сходимость	Воспроизводимость
До 0,01	0,001	0,004
Св. 0,01 до 0,1	0,006	0,03
Св. 0,1 до 0,5	0,03	0,1
Св. 0,5 до 1,0	0,05	0,2
Св. 1,0	4% от среднего арифметического значения	10% от среднего арифметического значения

Два результата испытаний, полученные в разных лабораториях на одной и той же пробе продукта, признаются достоверными (с 95-процентной вероятностью), если расхождения между ними не превышают значений, указанных в табл. 15.1.

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Изложите порядок определения зольности битума.

Лабораторная работа № 16

Метод определения абсолютной вязкости в ротационном вискозиметре

Цель работы Определения абсолютной вязкости

Приборы, оборудование и материалы При определении абсолютной вязкости применяют ротационный вискозиметр; термометр с интервалом измеряемых температур 0-150°C и ценой деления 1°C; сетку металлическую № 07; минеральное масло с температурой вспышки не ниже 240°C; глицерин дистиллированный; бензин или другой растворитель; соль поваренную пищевую.

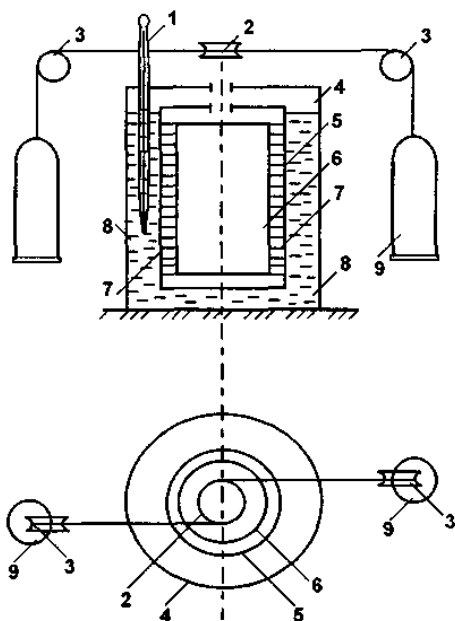


Рис 16.1 Вискозиметр ротационный:
1 - термометр; 2, 3 - шкивы; 4 - термостат;
5 - неподвижный цилиндр; 6 - цилиндр,
вращаемый грузами на площадках 9;
7 - испытуемый битум; 8 - вода

битумы - осторожным нагреванием без перегрева, при помешивании стеклянной палочкой; жидкие битумы - фильтрацией нагретого до 60°C битума через слой крупнокристаллической свежeproкаленной поваренной соли. Обезвоженный и расплавленный до подвижного состояния битум процеживают через сито с сеткой № 07 и тщательно перемешивают для полного удаления пузырьков воздуха.

Вискозиметр устанавливают горизонтально с помощью установочных винтов. Горизонтальность проверяется по уровню.

Определяют величину силы трения прибора. Для этого цилиндры вискозиметра промывают бензином или другим растворителем, высушивают и устанавливают в приборе. К нитям, вращающим внутренний цилиндр, подвешивают грузы по 0,5 г и следят за вращением цилиндра. Если в течение 1 мин внутренний цилиндр не начнет вращаться, то к каждой нити дополнительно подве-

Подготовка к испытанию

Определение заключается в измерении скорости сдвига тонкого слоя битума, находящегося между двумя соосными цилиндрами, один из которых закреплен неподвижно, а второй вращается под действием приложенного к нему постоянного момента.

Перед испытанием образец битума обезвоживают: вязкие

шивают грузы по 0,25 г, и так повторяют до тех пор, пока внутренний цилиндр не начнет вращаться. Величина трения прибора (F_0) равна наименьшему грузу, вызывающему вращение внутреннего цилиндра, который вычисляется как сумма грузов, подвешенных к обоим нитям. Вискозиметр, у которого величина трения больше 3 г, не пригоден для определения вязкости.

Ход работы В промытый растворителем и высушенный внешний цилиндр вискозиметра наливают испытуемый битум в таком количестве, чтобы его уровень был на высоте 3-8 см (по шкале на поверхности внутреннего цилиндра). После этого цилиндры вискозиметра опускают в термостат.

Если вязкость битума определяется при температуре ниже 80°C, то заданную температуру поддерживают при помощи водяной бани. Определение вязкости при температуре выше 80°C проводится при термостатировании в масляной бане.

При заданной температуре битум выдерживается в течение 30 мин. Во время испытания температуру поддерживают с точностью до 1°C.

К нитям, вращающим цилиндр, подвешивают груз, отпускают тормоз и с помощью секундомера измеряют время одного оборота внутреннего цилиндра вискозиметра, начиная измерение после первого полного оборота. Груз выбирают с таким расчетом, чтобы время одного оборота внутреннего цилиндра вискозиметра было не менее 3 с, но и не более 3 мин.

Если выбранный груз не обеспечивает требуемую скорость вращения, последовательно увеличивают его массу на 20-25 % и, таким образом добившись требуемой скорости, заставляют внутренний цилиндр вискозиметра прокрутиться 10-12 раз, а затем измеряют секундомером время одного-пяти оборотов цилиндра.

Измерения повторяют до тех пор, пока разница между четырьмя последовательными отсчетами времени не будет отличаться меньше чем на 10 % от среднего арифметического сравниваемых определений.

Затем подвешивают на нити еще два-три груза, отличающихся друг от друга по массе на 20-25 %, и таким же образом измеряют скорость вращения цилиндра.

После окончания опыта вынимают цилиндры из термостата и измеряют высоту налива испытуемого битума (h) по шкале на поверхности внутреннего цилиндра.

Обработка результатов Постоянную ротационного вискозиметра K определяют по графику в зависимости от высоты налива испытуемого битума. На графике по оси абсцисс отмечают высоту налива битума, а по оси ординат - постоянную ротационного вискозиметра.

При необходимости уточнения величины постоянной вискозиметра K ее значение находят экспериментально, для чего измеряют вязкость глицерина

при температуре 20°C при различных уровнях налива (3-8 см по шкале поверхности внутреннего цилиндра).

Постоянную ротационного вискозиметра (К) при данной высоте уровня глицерина вычисляют по формуле

$$K = \frac{\eta_0 \cdot N}{F - F_0},$$

где η_0 - вязкость глицерина при 20°C, Пз;

N - число оборотов цилиндра 1 с;

F - масса груза, вращающего цилиндр вискозиметра (сумма двух грузов, подвешенных на нитях), г;

F_0 - величина трения прибора, г.

Полученные результаты наносят на график, откладывая на оси ординат уровень глицерина в цилиндре в сантиметрах, а на оси абсцисс - соответствующие значения постоянной вискозиметра К.

Постоянная К проверяется при получении нового вискозиметра через каждые три месяца при условии регулярной работы его и перед каждым определением вязкости, если перерыв в пользовании вискозиметром превышает три месяца. Эта константа прибора должна проверяться также и при обнаружении пятен коррозии на цилиндрах вискозиметра

Динамическую вязкость испытуемого битума при заданной температуре (η_t) в Пз (пуаз) вычисляют по формуле

$$\eta_t = K \frac{F - F_0}{N}$$

Результаты определений вносят в табл. 16.1, составленную по следующей форме:

Таблица 16.1

Результаты измерений

Температура испытания, °С	Масса груза, г	Число оборотов цилиндра	Время оборотов цилиндра, с	Число оборотов цилиндра за 1 с, об	Динамическая вязкость, Пз

За величину вязкости в ротационном вискозиметре при заданной температуре принимают среднее арифметическое результатов определения при трех нагрузках.

Расхождения между параллельными определениями вязкости в ротационном вискозиметре не должны быть больше 10 % от среднего арифметического сравниваемых результатов.

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Изложите последовательность определения абсолютной вязкости битума.

Лабораторная работа № 17

Определение группового состава битумов

Цель работы Определение группового состава битумов

Приборы, оборудование и материалы Бензол, чда, алкилатная фракция с температурой кипения 28-58°C, петролейный эфир с температурой кипения 70-100°C, спирт этиловый, ректификат, силикагель марки АСК, фракции 0,25-0,5 мм.

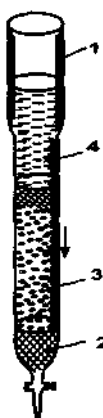


Рис 17.1 Хроматографическая колонка:

- 1 - стеклянная трубка;
- 2 - ватный тампон;
- 3 - сорбент-силикагель;
- 4 - анализируемый раствор масел и смол

Колбы Эрленмейера на 250 см ³	- 6 шт.
Колбы на 150 см ³	- 2 шт.
Колбы на 100 мл	- 20-25 шт.
Стеклянные палочки	- 2 шт.
Холодильник Либиха	- 1 шт.

Резиновые шланги	
Электроплитка с закрытой спиралью	- 1 шт.
Водяная баня	- 1 шт.
Фильтры «Синяя лента» беззольные	- 1 пачка
Весы аналитические с разновесами	
Корковые пробки	
Напильник и пробойники	
Хроматографическая колонка (рис.17.1)	

Ход работы Применяя различные методы и растворители для определения группового состава битумов, получают разные результаты. Поэтому для сравнительной оценки группового состава разных битумов следует придерживаться одной и той же методики, в противном случае результаты будут несопоставимыми.

Наиболее достоверные результаты по количественной оценке содержания в битумах основных структурообразующих компонентов, по нашему мнению, могут быть получены при использовании методики, разработанной ВНИИ НП при участии СоюзДорНИИ и Одесского НПЗ.

Определение группового состава битумов производится методом адсорбционной хроматографии.

Выделение асфальтенов. Навеска битума 5 г помещается в колбу Эрленмейера емкостью 250 см³ и растворяется в 10 см³ бензола на водяной бане с обратным холодильником. Полноту растворения устанавливают визуально. После охлаждения колбы до 18-20°C в нее добавляется 40 - кратный объем к навеске, (200 см³) алкилатной фракции с пределами кипения 29-58°C. Фракция добавляется небольшими порциями при постоянном перемешивании. Выпавшие в осадок асфальтены отфильтровываются после 24-часового стояния колбы в темноте.

Фильтрат собирается в другую колбу (тоже 250 см³). Осадок асфальтенов в первой колбе промывается алкилатной фракцией до появления бесцветного фильтрата (расход алкилата 200 см³). Далее осадок асфальтенов на фильтре растворяют в 150 см³ бензола, промывают бензолом до тех пор, пока в колбу не будет стекать совершенно бесцветный бензол. После чего бензол отгоняют на водяной бане до подвижной массы. К этой массе добавляют 150 см³ алкилатной фракции небольшими порциями (также при постоянном перемешивании содержимого для повторного осаждения асфальтенов).

Необходимость повторного осаждения асфальтенов связана с тем, что смолы и масла адсорбируются на поверхности асфальтенов и одно осаждение не дает полного их разделения.

Раствор асфальтенов фильтруется через 24 часа в колбу с первым фильтратом через тот же фильтр. Фильтр с остатком (асфальтенами) промывают алкилатной фракцией до тех пор, пока капли фильтрата не перестанут окрашивать фильтровальную бумагу. Остаток на фильтре полностью растворяется горячим бензолом, направляемым в колбу, доведенный до постоянной массы (два взвешивания). Фильтр промывают бензолом до полного растворения асфальтенов. Затем бензол отгоняют из раствора асфальтенов и колбу с асфальтенами сушат при 105°C до достижения постоянной массы с точностью $\pm 0,0005$ г. Фильтр высушивают при 105°C также до постоянной массы до и после фильтрации. По приросту массы фильтра определяем содержание карбоидов и карбенов.

Разделение масел и смол. Разделение масел и смол проводится хроматографическим методом на крупнопористом силикагеле марки АСК. Силикагель марки АСК просеивается и берется для анализа фракция 0,25-0,5 мм. Просеянная фракция силикагеля промывается горячей дистиллированной водой (можно кипятить) до тех пор, пока промывные воды будут совершенно чистыми, затем силикагель сушится 6 часов при 60°C и 6 часов при температуре 150°C. Хранится в стеклянной посуде с притертой пробкой.

Проведение хроматографического анализа. Фильтрат после первого и второго осаждения асфальтенов пропускается через стеклянную колонку диаметром 30-35 мм и высотой 1300-1400 мм, наполненную силикагелем (рис. 17.1). Для анализа берется 10-12-кратное отношение силикагеля к навеске масел и смол (примерно 200 г). При наполнении колонки силикагель уплотняется постукиванием по стенке колонки резиновым пестиком.

Перед подачей в колонку фильтрата силикагель смачивается 150 мл алкилатной фракции для снятия тепла адсорбции. Затем заливается фильтрат, предварительно выпаренный до объема 50-70 см³. С конца колонки стекает продукт. Фильтрацию через силикагель проводят со скоростью 5 см³/мин, регулируя ее краном внизу колонки. До фильтрации кран должен быть полностью открыт. Первые 150 см³ надо слить в колбу с фильтратом (для ополаскивания), а затем снова залить в колонку.

Вначале идет чистая алкилатная фракция, взятая для смачивания силикагеля, затем продукт, растворенный в том или ином растворителе. Для десорбции масел и смол применяются следующие растворители, добавляемые по 150 см³ в следующем порядке:

- алкилатная фракция;
- фракция (70-100°С) петролейного эфира или смесь 95 процентов алкилата и 5 процентов бензола;
- смесь из 90-процентного петролейного эфира и 10-процентного бензола;
- смесь из 80-процентного петролейного эфира и 20-процентного бензола;
- смесь из 70-процентного петролейного эфира и 30-процентного бензола;
- бензол (для десорбции смол);
- спиртобензольная смесь (1:1) в количестве 500 см³.

Фракции отбираются в колбы, высушенные до постоянной массы, следующим образом: скорость прохождения через силикагель составляет 300-350 см³ в час. Скорость регулируется при помощи крана в нижней части трубки. Раствор с низа колонки отбирается в отдельные взвешенные колбочки по 50 см в каждую (20 колбочек). Бензольные и спиртобензольные фракции собираются отдельно в колбы на 250 см³, тоже взвешенные.

Фракции, выделенные бензолом, окрашены в лимонный и оранжевый цвета. Фракции с оранжевой окраской, содержащие только бензольные смолы, собирают сначала в колбу на 150 см³, а затем в колбу на 250 см³. Фракции, выделенные спиртобензольной смесью, окрашены в черный цвет, их собирают в отдельную колбу.

Растворители отгоняются из масел и смол на водяной бане. Колбочки после отгонки растворителей сушат при 105°С в термостате до постоянной массы. После взвешивания определяют коэффициент рефракции при 20°С для продукта в каждой колбе. Полученные при адсорбционном разделении фракции суммируют в группы в зависимости от значения коэффициента рефракции:

- до 1,49 - парафинонафтеновые углеводороды;
- 1,49-1,53 - легкие ароматические углеводороды;
- 1,53-1,59 - средние ароматические углеводороды;
- 1,59 и выше - тяжелые ароматические углеводороды.

Все эти фракции объединяются в общую группу масел. Фракции, относящиеся к смоляным веществам, в рефрактометре не просматриваются, их раз-

деляют на две фракции: бензолные и спиртобензолные смолы. Результаты записываются в табл. 17.1.

Таблица 17.1

Результаты анализа хроматографического разделения масел и смол

№ колб	Вес тарированных колб	Первое взвешивание после просушивания	Повторное взвешивание	Повторное взвешивание	Разница, г	К ре-фракции	Выход фракций битума, %

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Какие группы углеводов выделяют в нефтяном битуме.
2. Изложите методику определения группового состава битума.

Лабораторная работа № 18

Определение индекса пенетрации битума

Цель работы Определение индекса пенетрации битума

Индекс пенетрации характеризует температурную чувствительность битума в области эксплуатационных температур.

В зависимости от химического состава битумов, свойств, строения молекул их компонентов в битумах образуются определённые структуры, которые могут изменяться под воздействием различных факторов и оказывать значительное влияние на свойства материала в процессе его дальнейшей эксплуатации.

Битумы при одинаковой глубине проникания иглы, являющейся важнейшей характеристикой, могут обладать комплексом других, существенно отличающихся друг от друга свойств, поэтому по температурной чувствительности их подразделяют на три реологических типа: золь, гель и золь-гель.

Так, битумы группы БН относятся к типу золь. Они характеризуются высокой устойчивостью против старения, повышенной растяжимостью, низкой температурой размягчения и высокой температурой хрупкости. Поэтому эти

битумы рекомендуются для дорог IV и V категорий с пониженной напряжённостью и грузоподъёмностью.

Битумы типа гель не рекомендуется применять для дорожного строительства, так как они характеризуются расслоением, высокой скоростью старения, малой растяжимостью, несмотря на высокую температуру размягчения и низкую температуру хрупкости.

Битумы промежуточного типа золь-гель обладают всеми достоинствами битумов крайних типов и рекомендуются к применению на дорогах I-II категорий. Эти битумы относятся к группе БНД.

Определить принадлежность битума к тому или иному типу и спрогнозировать условия его эксплуатации можно по интервалу пластичности:

$$\text{ИПл} = t_p + t_{xp},$$

где t_p и t_{xp} - сумма температуры размягчения и температуры хрупкости.

Если $\text{ИПл} > 75^\circ\text{C}$, то такие битумы следует относить к типу гель; если $\text{ИПл} < 55^\circ\text{C}$ - к типу «Золь». Промежуточный тип битумов «Золь-гель» характеризуется интервалом пластичности $55...75^\circ\text{C}$. При использовании этого показателя не учитывается глубина проникания иглы.

Определение типа битума можно также осуществлять по величине индекса пенетрации, основывающегося на взаимосвязи температуры размягчения и глубины проникания иглы. Индекс пенетрации (ИП) определяется по номограмме, приведенной в ГОСТ 22245-90.

Индекс пенетрации также определяют по формуле

$$\text{И.П.} = \frac{30}{1 + 50A} - 10,$$

$$\text{где } A = \frac{2,9031 - \log P}{T - 25},$$

где P - глубина проникания иглы при 25°C , 0,1 мм;

T - температура размягчения, $^\circ\text{C}$.

Битумы с $\text{ИП} < -2$ относятся к типу «Золь», с $\text{ИП} > +2$ - к типу «Гель», а с ИП от -2 до $+2$ - к типу «Золь-гель». Высокое качество битумов группы БНД в стандарте ограничивается индексом пенетрации от $+1$ до -1 .

Результаты определения свойств битума сравниваются с требованиями ГОСТ 22245-90 (см. табл. 1), и по ним производится оценка принадлежности битума к той или иной марке, типу и делается прогноз о возможности использования его в дорогах различных категорий (2 и 3 части).

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. На какие реологические типы по температурной чувствительности подразделяются битумы.
2. Приведите формулу для определения индекса пенетрации битума.

Раздел II. Методы определения свойств жидких нефтяных битумов

Лабораторная работа № 19

Метод определения условной вязкости по ГОСТ 11503

Цель работы Определения условной вязкости

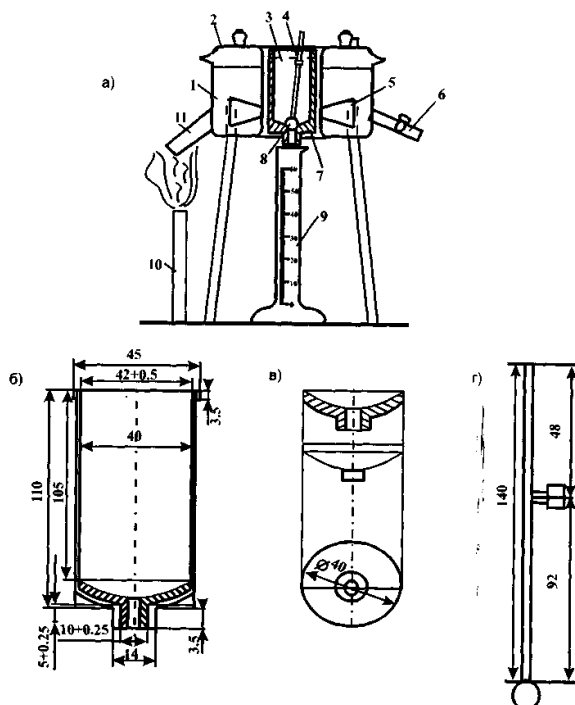


Рис 19.1 Вискозиметр стандартный ВЧБ-1: 1-водяная баня; 2-крышка; 3-стакан; 4-штифт пробки; 5-крыльчатка для перемешивания воды; 6-кран; 7-сменное доньшко; 8-шарик пробки; 9-мерный цилиндр; 10-газовая горелка; 11-подогреваемый отросток водяной бани; б) стакан вискозиметра; а) общий вид; в) сменное доньшко; г) шариковидная пробка

Приборы, оборудование и материалы Аппарат для определения условной вязкости нефтяных битумов ВУБ-1 (рис 19.1). Допускается применять другой аппарат, если диаметр отверстия истечения в рабочем цилиндре и отметка уровня его заполнения соответствуют аппарату ВУБ-1.

Подготовка к испытанию В стандартном аппарате определяют условную вязкость жидких битумов, сырья для битумного производства и других битуминозных продуктов. Определение основано на различном по времени и скорости истечения одного и того же объема отличающихся друг от друга по вязкости жидких материалов через строго определенных размеров отверстия. Это свойство жидких вяжущих материалов необходимо учитывать при приемке, смешении с различными минеральными материалами, при выборе типов дорожных покрытий и способов работ.

Сущность метода заключается в измерении времени в секундах, в тече-

ние которого 50 см³ битума протекает через калиброванное отверстие цилиндра аппарата диаметром 5 мм при температуре 60°C [10].

Перед испытанием пробу битума, нагретого до подвижного состояния (жидкого битума – не выше 60°C), при необходимости обезвоживают фильтрованием через слой (высотой 15-20 мм) крупнокристаллической свежeproкаленной поваренной соли или хлористого кальция. Битум, обезвоженный и нагретый до подвижного состояния, процеживают через сито и тщательно перемешивают до полного удаления пузырьков воздуха.

Аппарат устанавливают горизонтально с помощью установочных винтов. Внутреннюю поверхность цилиндра аппарата, а также затвор тщательно промывают бензином или другим растворителем и просушивают воздухом. Сточное отверстие рабочего цилиндра закрывают затвором и подставляют под него мерный цилиндр.

Баню аппарата наполняют водой, нагретой на 1-2°C выше температуры испытания. Температуру воды в бане поддерживают нагреванием, перемешивая с помощью мешалки.

Ход работы Битум, нагретый на 2-3°C выше температуры испытания, наливают в рабочий цилиндр аппарата при закрытом затворе до уровня отметки на затворе. Битумы необходимо наливать так, чтобы не образовывались пузырьки воздуха. Битум, залитый в цилиндр аппарата, хорошо перемешивают.

При достижении температуры испытания с погрешностью не более 0,5 °C из рабочего цилиндра аппарата вынимают термометр, быстро поднимают затвор и вешают его штيفом на край стакана вискозиметра. При сливе продукт не должен разбрызгиваться по стенкам мерного цилиндра. В момент, когда уровень битума достигнет в измерительном цилиндре метки 25 см³, включают секундомер. Когда уровень продукта достигнет метки 75 см³, секундомер останавливают и вычисляют время испытания. За условную вязкость принимают время в секундах истечения 50 см³ битума.

Для удобства работы допускается в мерный цилиндр перед определением наливать 20 см³ мыльного раствора с массовой долей 1 % или легкого минерального масла. При этом уровень меток истечения 25 см³ и последующих 50 см³ смещается на соответствующую величину.

Обработка результатов За результат испытания принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, округленное до целого значения; допускаемые расхождения между которыми не должны превышать значений, указанных в табл. 19.1.

Таблица 19.1

Допустимые расхождения между двумя параллельными определениями

Условная вязкость, с	Допускаемые расхождения
----------------------	-------------------------

До 40 Свыше 40	2с 10% от значения меньшего результата
-------------------	---

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Изложите последовательность определения условной вязкости жидких битумов.
2. Как жидкие дорожные битумы подразделяются на марки.

Лабораторная работа № 20

Определение количества испарившегося разжижителя из жидких битумов по ГОСТ 11504

Цель работы Определение количества испарившегося разжижителя из жидких битумов

Приборы, оборудование и материалы При определении количества испарившегося разжижителя из жидких битумов применяют [11]: чашки стеклянные (чашки с плоским дном, диаметром 100 мм (Петри); шкаф сушильный с терморегулятором, поддерживающим температуру с точностью до $\pm 1^\circ\text{C}$, или шкаф сушильный вакуумный (вакуум-термостат) с терморегулятором, поддерживающим температуру с точностью до $\pm 1^\circ\text{C}$; электроплитку; термометр ртутный стеклянный с ценой деления шкалы 1°C ; сито металлическое с сеткой № 7; эксикатор; весы лабораторные класса точности 3 или другие весы такого же класса точности; соль поваренную пищевую или кальций хлористый технический.

Подготовка к испытанию Метод позволяет определять количество испарившегося разжижителя из жидких битумов при заданных температурах и времени испытания.

Перед испытанием пробу битума, нагретого до 60°C , обезвоживают фильтрацией через слой (высотой 15-20 мм) крупнокристаллической свежепрокаленной поваренной соли или хлористого кальция.

Битум, обезвоженный и нагретый до подвижного состояния, процеживают через металлическое сито и тщательно перемешивают для полного удаления пузырьков воздуха.

Тщательно вымытые чашки помещают не менее чем на 30 мин в сушильный шкаф при $105 \pm 1^\circ\text{C}$. Затем чашки охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры и взвешивают с погрешностью не более 0,01 г.

Ход работы Испытания проводят в двух чашках. В каждую предварительно подготовленную чашку помещают навеску битума, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г, толщиной слоя 0,1 см.

Массу битума (m), соответствующую толщине слоя 0,1 см битума в граммах, вычисляют по формуле

$$m = \frac{\pi \cdot d^2 \cdot h \cdot \rho}{4} = \frac{3.14 \cdot d^2 \cdot 0.1 \cdot 1}{4},$$

где d - диаметр чашки, см;

h - толщина слоя битума, см;

ρ - плотность битума, г/см³ (условно принята 1).

Чашки с битумом нагревают до 40-60°C на электрической плитке, покрытой асбестовым листом до температуры текучести, в течение 1-2 мин, и при осторожном наклоне чашки битум распределяют равномерным слоем по ее дну. После чего чашки с битумом устанавливают на горизонтальную решетку сушильного шкафа или вакуум-термостата, предварительно нагретого до температуры испытания. Температуру контролируют термометром, ртутный резервуар которого находится на высоте чашек.

Так как при установлении чашек температура сушильного шкафа или вакуума-термостата понижается, то время пребывания чашек с битумом в сушильном шкафу или вакууме-термостате отсчитывают от момента достижения заданной температуры. Время достижения этой температуры не должно превышать 15 мин.

Чашки с битумом выдерживают в сушильном шкафу или вакуум-термостате при условиях, указанных в табл. 20.1.

Таблица 20.1

Условия выдерживания проб битума в сушильном шкафу или вакуум-термостате при определении количества испарившегося разжижителя

Аппаратура	Класс битума	Время, ч	Температура, °С
Сушильный шкаф	БГ	5	60 ± 1
	СГ	3	100 ± 1
	МГ	5	110 ± 1
Вакуум-термостат (остаточное давление не более 4·10 ³ Па, 30 мм рт. ст.)	БГ	1	100 ± 1
	СГ	2	100 ± 1
	МГ	3	100 ± 1

По истечении времени выдерживания чашку с битумом вынимают из сушильного шкафа или вакуума-термостата, устанавливают в эксикатор и после охлаждения в течение 30 мин взвешивают с погрешностью не более 0,01 г.

Обработка результатов Количество испарившегося разжижителя (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 100}{m},$$

где m - масса жидкого битума до испытания, г;

m_1 - масса жидкого битума после испытания, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений при расхождении не более 1,5 %.

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Изложите последовательность определения количества разжижителя из жидкого битума.

Лабораторная работа № 21

Определение фракционного состава жидких битумов

Цель работы Определение фракционного состава жидких битумов

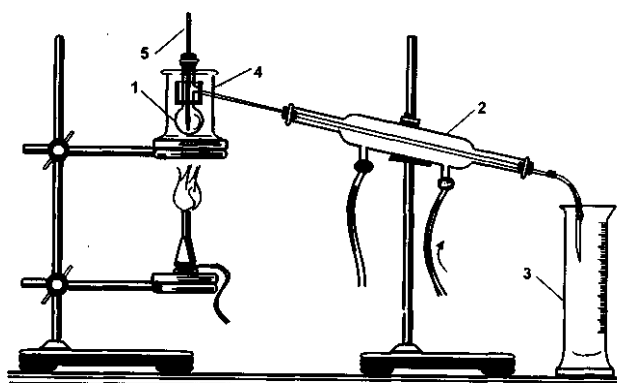


Рис. 21.1 Прибор для определения фракционного состава жидкого битума: 1-колба; 2-холодильник; 3-мерный цилиндр; 4-кожух; 5-термометр.

5-термометр

**Приборы, оборудование
и материалы** Прибор для фрак-

ционной разгонки жидкого битума; мерные цилиндры на 100 см³; нагреватель (газовая горелка или электронагреватель с реостатом); металлическая сетка № 7; термометр.

Подготовка к испытанию Жидкие битумы, как и другие углеводородные смеси, состоят из различных фракций, которые можно выделить, используя их свойство кипеть при различной температуре. Выделенные фракции при нагревании жидких битумов в сравнительно небольших температурных интервала будут обладать определенными физическими свойствами: вязкостью, удельным весом, температурой вспышки.

Количественное содержание какой-либо фракции существенно влияет на вяжущие свойства и температурную устойчивость жидких битумов. Поэтому, определяя фракционный состав жидких битумов, т.е. содержание сравнительно узких групп углеводородных соединений, имеющих близкие температурные интервалы кипения, можно судить о свойствах этих материалов. Например, если жидкий битум содержит большое количество легких фракций, кипящих при невысокой температуре, то такой битум будет иметь меньшую начальную вязкость и более быстро будет ее увеличивать со временем.

Фракционный состав жидких битумов определяют методом разгонки и характеризуют процентным содержанием фракций, кипящих в определенных температурных интервалах, и содержанием остатка после отбора фракций, выкипающих при температуре до 360°C. Температурные интервалы в градусах при определении фракционного состава жидких битумов приняты следующие: 0-225°C, 225-315°C, 315-360°C.

Фракционный состав определяют на стандартном приборе (рис. 21.1).

В колбу для перегонки жидкого битума отвешивают пробу с погрешностью 0,01 г, с таким расчетом, чтобы объем битума был около 200 см³. Если битум сильно обводнен (содержание воды более 2 %), то во избежание вспенивания его наливают 100 см³. Закрывают горло колбы плотно пригнанной пробкой с вставленным в нее термометром, так чтобы нижний конец термометра был выше дна на 6-7 мм.

Прибор для испытания собирают в следующей последовательности: соединяют отводную трубку колбы с холодильником с помощью плотно пригнанной пробки таким образом, чтобы отводная трубка колбы не касалась стенок холодильника и входила в него на 50 мм; устанавливают колбу на проводочную сетку, лежащую на кольце штатива, при этом ось отводной трубки холодильника должна являться продолжением оси отводной трубки колбы; укрепляют аллонж холодильника так, чтобы его конец заходил в мерный цилиндр не менее чем на 25 мм.

Ход работы Колбу с битумом начинают подогревать с такой интенсивностью, чтобы перегонка началась через 5-15 мин и отгонялась в дальнейшем с интенсивностью 50-70 капель в минуту. Когда температура в колбе достигает 225°C, 315°C и 360°C, приемные мерные цилиндры, в которые будет собираться дистиллят, отгоняемый из жидкого битума, надо менять. После окончания разгонки парам дистиллята, находящимся в холодильнике, дают возможность сконденсироваться и стечь в последний мерный цилиндр.

Остаток, находящийся в колбе после отгонки фракций до 360°C, необходимо слить в жестяной сосуд, который следует держать открытым до прекращения выделения паров.

Объем каждой фракции, выкипевшей в заданном температурном интервале, выраженный в процентах по отношению к объему взятой для испытания безводной пробы жидкого битума, принимают за содержание этой фракции в битуме.

Обработка результатов Результаты испытаний записывают в журнал в форме (см. табл.21.1).

Таблица 21.1

Результаты испытаний фракционного состава жидких битумов

Номер образца	Наименование и марка материала	Содержание фракций по объему, % при температуре, °С				Потери, %	Примечание
		225	315	360	остаток, %		

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Изложите порядок определения фракционного состава жидких битумов.

Лабораторная работа № 22

Определение свойств остатка жидкого битума после отбора фракций, выкипающих при 360°C

Цель работы Определение свойств остатка жидкого битума после отбора фракций

Приборы, оборудование и материалы Стандартный прибор; водяная баня диаметром и высотой около 200 мм; латунная или стеклянная пластинка; термометр до 100°C с делением через 0,2°C; смесь глицерина и талька в отношении 3:1; лед или снег.

Ход работы При разгонке жидких битумов после отбора фракций, выкипающих до 360°C, получается остаток, который характеризует принадлежность битума к классу среднегустеющих или медленногустеющих.

Жидкий битум - средне густеющий, после разгонки имеет более вязкий остаток, который испытывают на глубину проникания (на пенетрометре) и растяжимость (на дуктилометре). Жидкий битум - медленногустеющий, после разгонки имеет менее вязкий остаток, который не может быть испытан на глубину проникания и растяжимость, поэтому его испытывают на время размягчения.

Глубину проникания и растяжимость определяют стандартными методами, описанными ранее.

Время размягчения определяют в стандартном приборе для остатка, полученного при разгонке жидких битумов класса медленногустеющих. Прибор состоит из поплавка, изготовленного из алюминия или алюминиевого сплава и латунной конической втулки, плотно ввертывающейся узкой своей частью в нижнюю часть поплавка. Втулка заполняется жидким битумом. Вес поплавка $37,9 \pm 0,02$ г, вес пустой втулки $9,80 \pm 0,02$ г. Вес поплавка с ввернутой втулкой, наполненной жидким битумом вровень с краями, должен составлять 53,2 г. Свойства остатка медленногустеющих жидких битумов характеризуются временем его размягчения при 50°C, измеренным в секундах.

Водяную баню наполнить водой до высоты не менее 185 мм; смазать пластинку смесью глицерина и талька; расплавить остаток жидкого битума и налить его с некоторым избытком во втулку прибора; поставить втулку узким концом на смазанную пластинку. Охладить втулку до комнатной температуры $20 \pm 5^\circ\text{C}$ и поместить ее вместе с пластинкой в ванну, наполненную смесью воды со льдом или снегом, которая должна иметь температуру $+5^\circ\text{C}$; выдержать втулку с пластинкой в ванне при этой температуре в течение 5 мин, после чего вынуть втулку, срезать избыток остатка ножом вровень с краями втулки и снова поместить ее на 20-30 мин в ту же ванну. Подготовить вторую ванну с водой, имеющей температуру $50 \pm 0,5^\circ\text{C}$. Вынуть втулку из охлажденной ванны, вернуть ее до упора в поплавок и снова погрузить собранный поплавок в охлажденную ванну на 1 мин. Вынуть поплавок из охлажденной ванны, вытереть внутреннюю поверхность его фильтровальной бумагой и немедленно поместить его в ванну с водой, имеющей температуру 50°C, одновременно включив секундомер; по мере размягчения остаток, находящийся во втулке, постепенно будет выдавливаться водой вверх, и вода начнет заполнять поплавок. При появлении воды в поплавке остановить секундомер.

Обработка результатов За время размягчения остатка принимают время в секундах от момента помещения поплавка в ванну с температурой 50°C до момента появления воды в поплавке. Испытание повторить два раза для каждой пробы. Расхождение между результатами двух определений не должно превышать 3 сек.

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Изложите методику определения свойств остатка жидкого битума после отбора легких фракций.

Раздел III. Определение физических и механических свойств асфальтобетона

Лабораторная работа № 23

Определение средней плотности уплотненного материала (асфальтобетона)

Цель работы Определение средней плотности уплотненного Материала

Приборы, оборудование и материалы Весы точностью взвешивания не менее 0,01 г., емкость с водой.

Подготовка к испытанию Сущность метода заключается в гидростатическом взвешивании и расчете средней плотности образцов.

Перед выполнением данного вида испытаний выполняют приготовление смеси и ее уплотнение в специальных формах. Количество приготавливаемой смеси, для последующей формовки образцов, зависит от ее вида (песчаная, мелкозернистая, крупнозернистая) количества определяемых показателей. Для определения (проведения) требуемых по ГОСТ 12801-98 испытаний необходимо изготавливать не менее 12 образцов. Для учебных целей в лаборатории готовят 6 образцов. Песок, щебень и минеральный порошок (неактивированный) предварительно высушивают, а битум обезвоживают. Выбор размера

формы зависит от максимального размера минеральных зерен и выбирается для обычной одиночной формы на основании данных табл. 23.1. Температура нагрева асфальтобетонной смеси назначается согласно данным табл. 23.2. Время перемешивания устанавливают опытным путем. Перемешивание считают законченным, если все минеральные зерна равномерно покрыты вяжущим и в смеси нет отдельных сгустков.

Таблица 23.1

Зависимость размера формы от наибольшей крупности минеральных зерен

Наибольшая крупность минеральных зерен, мм	Размеры форм, мм						Площадь образца, см ²
	<i>d</i>	<i>d</i> ₁	<i>H</i>	<i>h</i> ₁	<i>h</i> ₂	<i>δ</i>	
5	50,5	-	130	80	50	10	20
10, 15, 20	71,4	-	160	100	60	12	40
40	101	-	180	110	70	12	80

Предварительно высушенные минеральные материалы в расчетном количестве на 3 или 6 образцов помещают в металлическую емкость и нагревают до температуры, соответствующей данным табл. 23.3. Смесь при нагревании постоянно перемешивают.

В нагретые минеральные материалы постепенно вводят требуемое количество вяжущего, нагретого до температуры, указанной в табл. 23.3 и всю смесь тщательно перемешивают вручную при температуре, соответствующей данным табл. 23.3.

Ориентировочное количество асфальтобетонной смеси для приготовления одного образца зависит от размера формы и принимается по табл. 23.2.

Таблица 23.2

Характеристики формы, образца и смеси

Тип и размеры формы, мм	Высота отформованного образца, мм	Ориентировочное количество смеси, г
Цилиндр диаметром 50,5	50,5 ±1,0	220...240
Цилиндр диаметром 71,4	71,4 ±1,5	640...670
Цилиндр диаметром 101,0	101,0 ±2,0	1900...2000

Таблица 23.3

Температура нагрева сырьевых материалов и асфальтобетонной смеси

Наименование материалов	Температура нагрева, °С, в зависимости от показателей вяжущего	
	Глубина проникания иглы при 25 °С, 0,1 мм	Условная вязкость по вискозиметру с отверстием 5 мм, с

	40...60	61...90	91...130	131...200	201...300	70...130	131...200
Минеральные материалы	170...180	165...175	160...170	150...160	140...150	100...120	120...140
Вязущее	150...160	140...150	130...140	110...120	100...110	80...90	90...100
Смесь	150...160	145...155	140...150	130...140	120...130	80...100	100...120

Примечание: при применении поверхностно-активных веществ или активированных минеральных порошков температуру нагрева минеральных материалов и смесей снижают на 10...20 °С (за исключением холодных смесей).

Уплотнение образцов асфальтобетона из смесей, содержащих до 50 % щебня по массе производят прессованием под давлением $40 \pm 0,5$ МПа при двухстороннем обжатии.

При изготовлении образцов из горячих смесей формы и вкладыши предварительно нагревают до температуры 90...100 °С. При изготовлении образцов из холодных смесей формы не нагревают. Затем их вынимают из сушильного шкафа, протирают тканью, смоченной в машинном масле или керосине. После этого форму собирают, отвешивают необходимое для одного образца количество нагретой смеси, равномерно распределяют ее в форме, нагретым ножом или шпателем. Ориентировочное количество смеси для заполнения форм должно соответствовать табл. 23.2. Затем вставляют верхний вкладыш, прижимают им смесь и прессуют, доводя давление до 40 МПа в течение 5...10 с. При данном давлении смесь выдерживают 3 мин. Затем нагрузку снимают и при помощи специального выжимного приспособления извлекают образец из формы. Выпрессовав образец, его осматривают. Образцы с дефектами кромок и непараллельными основаниями бракуют. У отпрессованного образца обязательно измеряют высоту, и если она отличается от требуемой (табл. 23.2), то при изготовлении следующих образцов вносят поправку на требуемую массу смеси g , г по формуле:

$$g = g_0 \frac{h}{h_0},$$

где g_0 – масса пробного образца, г;
 h_0 - высота пробного образца, мм;
 h - требуемая высота образца, мм.

Если в асфальтобетонной смеси содержится щебня более 50 %, то уплотнение смеси в формах ведут комбинированным способом. Для этого форму со смесью предварительно подвергают вибрации в течение 3 мин на лабораторной виброплощадке с нагрузкой 0,025...0,030 МПа. По окончании вибрации форму со смесью устанавливают на плиту прессы для доуплотнения, нагрузку доводят до 20 МПа и выдерживают при этой нагрузке 3 мин. Затем нагрузку снимают и образец извлекают из формы. Оценку физико-механических свойств изготовленных образцов асфальтобетона производят после их остывания, но не ранее, чем через 4 часа после их изготовления.

Ход работы Каждый образец асфальтобетона взвешивают на воздухе с точностью до 0,01 г, затем погружают в воду на 30 мин ($t = 20 \pm 2$ °С), а затем вторично взвешивают сначала на воздухе, а затем в воде. После взвешивания в воде образцы обтирают мягкой тканью и вторично взвешивают на воздухе.

Обработка результатов Среднюю плотность асфальтобетона рассчитывают с погрешностью 0,01 по формуле

$$\rho_m = \frac{g \cdot \rho_в}{g_2 - g_1}, \text{ г/см}^3,$$

гд g - масса образца на воздухе, г;

g_1 - масса образца, взвешенного в воде, г;

g_2 - масса образца, выдержанного в течение 30 мин в воде и вторично, взвешенного на воздухе, г;

$\rho_в$ - плотность воды, равная 1 г/см³.

За среднюю плотность принимают среднее арифметическое по результатам испытаний трех образцов. Результаты испытаний не должны отличаться между собой более чем на 0,03 г/см³, в противном случае испытывают дополнительно три образца и вычисляют среднее арифметическое из шести значений.

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Как определяется средняя плотность асфальтобетона.

Лабораторная работа № 24

Определение средней плотности минеральной части (остова)

Цель работы Определение средней плотности минеральной части

Сущность метода заключается в определении плотности минеральной части (остова) уплотненной смеси с учетом имеющихся в ней пор.

Средняя плотность минеральной части определяется расчетным методом с учетом предварительно установленной средней плотности образцов и соотношения минеральных материалов, органического вяжущего и воды при наличии ее в смесях.

Обработка результатов Среднюю плотность минеральной части смеси ρ_m^M , г/см³ вычисляют по формуле:

$$\rho_m^M = \frac{\rho_m}{1 + 0,01q_\delta}$$

где ρ_m - средняя плотность образцов асфальтобетона, г/см³;
 q_δ - массовая доля вяжущего в асфальтобетоне, % (сверх 100 % минеральной части).

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Приведите методику определения средней плотности минеральной части асфальтобетона.

Лабораторная работа № 25

Определение истинной плотности минеральной части (остова)

Цель работы Определение истинной плотности минеральной части

Ход работы Сущность метода заключается в определении расчетным путем плотности минеральной части асфальтобетона без учета имеющихся в ней пор.

Истинную плотность минеральной части асфальтобетона ρ^M , г/см³, определяют расчетным способом (с погрешностью 0,01 г/см³) на основании предварительно установленных значений истинных плотностей щебня, песка, минерального порошка, а также их содержания в смеси по формуле

$$\rho^M = \frac{100}{\frac{q_1}{\rho_1} + \frac{q_2}{\rho_2} + \dots + \frac{q_n}{\rho_n}},$$

где q_1, q_2, q_n - массовые доли отдельных минеральных материалов в минеральной части асфальтобетона, %;

ρ_1, ρ_2, ρ_n - истинная плотность отдельных минеральных материалов, г/см³.

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Как определяется истинная плотность минеральной части

Лабораторная работа № 26

Определение истинной плотности смеси

Цель работы Определение истинной плотности смеси

Ход работы Сущность метода заключается в определении истинной плотности смеси без учета имеющихся в ней пор. Истинную плотность смесей из дорожных покрытий (вырубок) и смесей, отобранных из смесителя, определяют только пикнометрическим способом.

Истинную плотность (ρ , г/см³) асфальтобетонной смеси определяют после подбора состава асфальтобетона расчетным методом (с погрешностью 0,01 г/см³) на основании предварительно установленных значений истинных плотностей минеральной части, вяжущего и их массовых соотношений в смеси по формуле

$$\rho = \frac{q_m + q_\delta}{\frac{q_m}{\rho^m} + \frac{q_\delta}{\rho^\delta}},$$

где ρ^m - истинная плотность минеральной части смеси, г/см³;

ρ^δ - истинная плотность вяжущего, г/см³;

q_m , - массовая доля минеральных материалов в смеси, % (принимается за 100 %);

q_δ , - массовая доля вяжущего в смеси, % (сверх 100 %).

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Как определяется истинная плотность асфальтобетонной смеси.

Лабораторная работа № 27

Определение пористости минеральной части (остова)

Цель работы Определение пористости минеральной части

Ход работы Сущность метода заключается в определении объема пор, имеющих в остове асфальтобетона или уплотненной смеси.

Пористость минеральной части асфальтобетона $V_{пор}^M$, %, определяют расчетным методом (с погрешностью 0,1 %) на основании предварительно установленных значений средней и истинной плотности минеральной части смеси по формуле

$$V_{пор}^M = \left(1 - \frac{\rho_m}{\rho}\right) \cdot 100\%,$$

где ρ_m - средняя плотность уплотненной смеси, г/см³;

ρ - истинная плотность смеси, г/см³.

Анализ результатов. Пористость минеральной части асфальтобетонов из горячих смесей должна составлять, % не более: высокоплотных - не более 16; плотных (типа А и Б) - не более 19, (типа В, Г, Д) - не более 22; пористых - не более 23; высокопористых щебеночных - не более 24 и высокопористых песчаных - не более 28. Для холодных смесей этот показатель должен иметь значения от 18 до 22 %.

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Как определяется пористость минеральной части асфальтобетона

Лабораторная работа № 28

Определение остаточной пористости

Цель работы Определение остаточной пористости

Ход работы Сущность метода заключается в определении объема пор, имеющих в уплотненной смеси или асфальтобетоне.

Остаточную пористость образцов из асфальтобетона $V_{пор}^o$, %, определяют расчетом на основании предварительно установленных средней и истинной плотностей по формуле

$$V_{пор}^o = \left(1 - \frac{\rho_m}{\rho}\right) \cdot 100,$$

где ρ_m - средняя плотность уплотненной смеси, г/см³;

ρ - истинная плотность смеси, г/см³.

Анализ результатов. Остаточная пористость у асфальтобетонов из горячих смесей должна составлять: у высокоплотных - 1...2,5 %; плотных - 2,5...5 %; пористых - 5...10 %; высокопористых - 10...18 %. Асфальтобетоны из холодных смесей должны иметь остаточную пористость от 6 до 10 %.

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Как определяется остаточная пористость асфальтобетона.

Лабораторная работа № 29

Определение водонасыщения

Цель работы Определение водонасыщения

Приборы, оборудование и материалы Емкость с водой, вакуумная установка, весы, мягкая ткань

Подготовка к испытанию Сущность метода заключается в определении количества воды, поглощенной образцом при заданном режиме насыщения. Водонасыщение определяют на образцах цилиндрической формы. Водонасыщение является характеристикой плотности асфальтобетона и его остаточной пористости. Для определения водонасыщения используют образцы, на которых определяли среднюю плотность.

После определения средней плотности образцы помещают в сосуд с водой, имеющий температуру 20 ± 2 °С. Уровень воды над образцами должен быть не менее 3 см. Затем сосуд с образцами и водой помещают под стеклянный сосуд вакуум-прибора, где создают и выдерживают в течение 1 ч остаточное давление не более 2000 Па (15 мм. рт. ст.). При испытании холодных смесей время выдержки составляет 30 мин. Затем давление доводят до атмосферного, выдерживают образцы в воде еще 30 мин. После этого образцы извлекают из воды, взвешивают в воде, обтирают мягкой тканью и взвешивают на воздухе.

Ход работы Водонасыщение образца (W , %) вычисляют по формуле

$$W = \frac{g_3 - g}{g_2 - g_1} \cdot 100\%,$$

где g - масса образца, взвешенного на воздухе, г;

g_1 - масса образца, взвешенного в воде, г;

g_2 - масса образца, выдержанного в течение 30 мин в воде и взвешенного на воздухе, г;

g_3 - масса насыщенного водой образца, взвешенного на воздухе, г.

Анализ результатов. Водонасыщение высокоплотных асфальтобетонов должно составлять 1...2,5 %, а для плотных типов: А – 2,0...5,0 %; Б, В и Г – 1,5...4,0 % и Д – 1,0...4,0 % по объему. Для холодных смесей этот показатель составляет от 5 до 9 %.

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Изложите последовательность определения водонасыщения асфальтобетона

Лабораторная работа № 30

Определение набухания

Цель работы Определение набухания

Приборы, оборудование и материалы не требуются. Используются результаты ранее проведенных испытаний.

Ход работы Набухание представляет собой приращение объема образца после насыщения его водой. Причиной набухания является, в основном, присутствие в минеральной части асфальтобетона глинистых и илистых включений.

Для определения набухания используют данные, полученные при определении средней плотности (ρ_m) и водонасыщения (W). Набухание (H , %) рассчитывают по формуле:

$$H = \frac{(g_3 - g_4) - (g_2 - g_1)}{g_2 - g_1} \cdot 100\%,$$

где g_1 - масса образца, взвешенного в воде, г;

g_2 - масса образца, выдержанного в течение 30 мин в воде и взвешенного на воздухе, г;

g_3 - масса насыщенного водой образца, взвешенного на воздухе, г.
 g_4 - масса насыщенного водой образца, взвешенного в воде, г.

Обработка результатов Набухание определяют как среднеарифметическое значение трех определений.

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Приведите методику определения набухания асфальтобетона.

Лабораторная работа № 31

Определение предела прочности при сжатии

Цель работы Определение предела прочности при сжатии

Приборы, оборудование и материалы Емкость с водой, гидравлический или механический пресс со скоростью движения плиты прессы $3,0 \pm 0,5$ мм/мин.

Подготовка к испытанию Сущность метода заключается в определении нагрузки, необходимой для разрушения образца при заданных условиях.

Образцы горячего асфальтобетона (3 шт.) после изготовления выдерживают не менее 12 часов. Затем образцы помещают для термостатирования в воду на 1 час с заданной температурой (50 ± 2 °С), (20 ± 2 °С) или (0 ± 2 °С). Температуру 0 ± 2 °С создают смешением воды со льдом.

Ход работы Испытание на сжатие производят на гидравлических или механических прессах при скорости движения плиты прессы $3,0 \pm 0,5$ мм/мин. После термостатирования в воде образцы вынимают, обтирают мягкой тканью, помещают на нижнюю плиту прессы, предварительно положив под образец и на него плотный картон.

Обработка результатов Предел прочности при сжатии $R_{сж}$, МПа, вычисляют по формуле:

$$R_{сж} = \frac{P}{F} \cdot 10^2,$$

где P - разрушающая нагрузка, H ;

F - первоначальная площадь поперечного сечения образца, $см^2$;

10^2 - коэффициент пересчета в МПа.

За результат определения принимают среднее арифметическое значение испытания трех образцов.

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Приведите методику определения предела прочности при сжатии асфальтобетона.

Лабораторная работа № 32

Определение водостойкости при длительном водонасыщении

Цель работы Определение водостойкости при длительном водонасыщении

Приборы, оборудование и материалы Вакуумная установка, емкость с водой, гидравлический или механический пресс.

Подготовка к испытанию Сущность метода заключается в оценке степени падения прочности образцов асфальтобетона после воздействия на них воды в течение 15 суток.

Образцы, предварительно насыщенные водой в вакуумной установке, переносят в сосуд с водой, имеющей температуру 20 ± 5 °С, и выдерживают в ней 15 суток. Затем образцы извлекают из воды, обтирают мягкой тканью и определяют предел прочности при сжатии.

Ход работы Водостойкость асфальтобетона при длительном водонасыщении вычисляют по формуле

$$K_{вд} = \frac{R_{сж}^{вд}}{R_{сж}^{20}},$$

где $R_{сж}^{20}$ - предел прочности при сжатии при температуре 20 ± 5 °С образцов до насыщения водой;

$R_{сж}^{6д}$ - предел прочности асфальтобетона при сжатии после насыщения водой в течение 15 суток, МПа.

Обработка результатов За результат определения принимают среднее арифметическое значение испытания трех образцов.

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Изложите последовательность определения водостойкости асфальтобетона.

Лабораторная работа № 33

Определение предела прочности асфальтобетона на растяжение при изгибе и показателей деформативности

Цель работы Определение предела прочности асфальтобетона на растяжение при изгибе

Приборы, оборудование и материалы Гидравлический или механический пресс.

Подготовка к испытанию Сущность метода заключается в определении нагрузки, необходимой для разрушения образца при изгибе, и соответствующих деформаций растяжения.

Величину предела прочности при изгибе необходимо знать при расчете прочности нежестких дорожных одежд.

Определение предела прочности при изгибе производят на образцах-балочках $4 \times 4 \times 16$ см. Уплотнение образцов производят прессованием при удельном давлении $12,5 \pm 2,5$ МПа при времени выдержки при этом давлении – 3 мин. Изготовленные образцы перед испытанием выдерживают не менее 4 ч в воздушно-сухой среде при температуре 20 ± 2 °С.

Ход работы Для испытания балочку устанавливают на двух опорах. При испытании скорость деформирования должна составлять 100 мм/мин. Усилие прикладывается посередине образца через пластинку шириной не более 8 мм.

Предел прочности на растяжение при изгибе (МПа) вычисляют по формуле

$$R_{изг} = \frac{3P\ell}{2bh^2} \cdot 10^2,$$

где P - разрушающая нагрузка, Н;

ℓ - расстояние между опорами, 10 см;

b - ширина образца, см;

h - высота образца, см;

10^2 - коэффициент пересчета в МПа.

При достижении разрушающей нагрузки одновременно по индикатору фиксируют величину прогиба и рассчитывают предельную относительную деформацию растяжения при изгибе \mathcal{E}_{np} по формуле

$$\mathcal{E}_{np} = \frac{6 \cdot f_{np} \cdot h}{\ell^2},$$

где f_{np} - максимальная величина прогиба образца в момент разрушения, см.

Модуль деформации, E , МПа вычисляют по формуле

$$E = \frac{P \cdot \ell^3}{4 \cdot f_{np} \cdot b \cdot h^3},$$

где P - нагрузка на образец, Н;

f_{np} - прогиб образца в середине пролета, см.

Обработка результатов Величины \mathcal{E}_{np} и E принимают как среднее арифметическое испытаний трех образцов.

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Приведите методику определения предела прочности на растяжении при изгибе и показателей деформативности асфальтобетона.

Лабораторная работа № 34

Определение предела прочности на растяжение при расколе

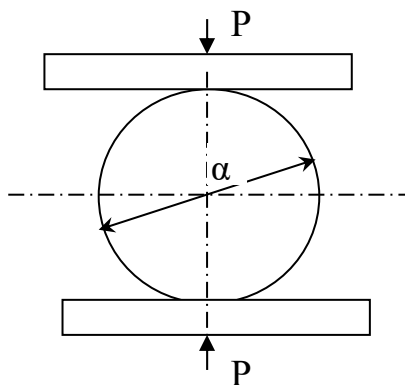


Рис.34.1 Схема испытания образцов на растяжение при расколе.

Цель работы Определение предела прочности на растяжение при расколе

Приборы, оборудование и материалы Гидравлический или механический пресс.

Подготовка к испытанию Сущность метода заключается в определении нагрузки, необходимой для раскалывания цилиндрического образца по образующей. Определение предела прочности на растяжение при раскалывании необходимо для оценки показателя трещиностойкости асфальтобетона.

Перед испытанием образцы термостатируют в течение 1 часа в воде при температуре 0 ± 2 °С. Такую температуру создают смешиванием воды со льдом.

Ход работы Испытания производят на прессах. Образцы устанавливают на боковую поверхность и производят нагружение, фиксируя разрушающую нагрузку (рис.34.1).

Обработка результатов Предел прочности на растяжение при расколе R_p , МПа вычисляют по формуле:

$$R_p = \frac{P}{hd} \cdot 10^2,$$

где P - разрушающая нагрузка, Н;

h - высота образца, см;

d - диаметр образца, см;

10^2 - коэффициент пересчета в МПа.

Вывод: _____

Контрольные вопросы:

1. Приведите методику определения предела прочности на растяжении при расколе для асфальтобетона.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Грушко И.М., Королев И.В., Борщ И.М., Мищенко Г.М. Дорожно-строительные материалы: учеб. для вузов.- М.: Транспорт, 1991.- 357 с.
2. Рыбьев И.А. Строительное материаловедение: учеб. пособие для вузов. - М.: Высшая школа, 2003.- 701 с.
3. Дорожная терминология: справочник.- М.: Транспорт, 1985.- 190 с.
4. Колбановская А.С., Михайлов В.В. Дорожные битумы. – М.: Транспорт, 1973.- 246 с.
5. Руденская И.М., Руденский А.В.. Органические вяжущие для дорожного строительства. – М.: Транспорт , 1984 – 229 с.
6. ГОСТ 22245-90. Битумы нефтяные дорожные вязкие. Технические условия.– М.: Изд-во стандартов, 1990. - 9 с.
7. ГОСТ 11506-73. Битумы нефтяные. Метод определения температуры размягчения по кольцу и шару. – М.: Изд-во стандартов, 1973. - 4 с.
8. ГОСТ 11507-78. Битумы нефтяные. Метод определения температуры хрупкости по Фраасу.- М.: Изд-во стандартов, 1978. - 5 с.
9. ГОСТ 11501-78. Битумы нефтяные. Метод определения глубины проникания иглы. – М.: Изд-во стандартов, 1978. - 4 с
10. ГОСТ 11503. Битумы нефтяные. Метод определения условной вязкости.– М.: Изд-во стандартов, 1977. - 3 с.

11. ГОСТ 11504. Битумы нефтяные. Метод определения количества испарившегося разжижителя из жидких битумов. – М.: Изд-во стандартов, 1988. - 3 с
12. ГОСТ 11505. Битумы нефтяные. Метод определения растяжимости. М.: – Изд-во стандартов, 1988. - 4 с
13. ГОСТ 11508. Битумы нефтяные. Метод определения сцепления битума с мрамором и песком. – М.: Изд-во стандартов, 1985. - 3 с
14. ГОСТ 11510. Битумы нефтяные. Метод определения содержания водорастворимых соединений. – М.: Изд-во стандартов, 1977. - 2 с
15. ГОСТ 11511-65. Битумы нефтяные. Метод определения водорастворимых кислот и щелочей. – М.: Изд-во стандартов, 1985. - 3 с
16. ГОСТ 11512-65. Битумы нефтяные. Метод определения зольности. – М.: Изд-во стандартов, 1977. - 3 с.
17. ГОСТ 11955. Битумы нефтяные дорожные жидкие. Технические условия. – М.: Изд-во стандартов, 1995. - 6 с
18. ГОСТ 17789. Битумы нефтяные. Метод определения содержания парафина. Изд-во стандартов, 1987. - 4 с.
19. ГОСТ 18180. Битумы нефтяные. Метод определения изменения температуры размягчения после прогрева. М.: – Изд-во стандартов, 1985. - 3 с
20. ГОСТ 20739-75. Битумы нефтяные. Метод определения растворимости. – М.: Изд-во стандартов, 1987. - 4 с.
21. ГОСТ 2477. Битумы нефтяные. Метод определения содержания воды. – М.: Изд-во стандартов, 1986. - 7 с.
22. ГОСТ 28967-91. Битумы нефтяные. Рентгенофазовый метод определения парафинов. – М.: Изд-во стандартов, 1991. - 5 с.
23. ГОСТ 4333. Метод определения температуры вспышки и воспламенения в открытом тигле. – М.: Изд-во стандартов, 1990. - 10 с.
24. ГОСТ 8267-93 Щебень и гравий из плотных горных пород для строительных работ. Технические условия. – М.: Изд-во стандартов, 1993. - 18 с.
25. ГОСТ 8269.0-97 Щебень и гравий из плотных горных пород и отходов промышленного производства для строительных работ. Методы физико-механических испытаний. – М.: Изд-во стандартов, 1997. - 52 с.
26. ГОСТ 8736-93 Песок для строительных работ. Технические условия. – М.: Изд-во стандартов, 1993. - 12 с.
27. ГОСТ 8735-88 Песок для строительных работ. Методы испытаний. – М.: Изд-во стандартов, 1978. - 22 с.
28. ГОСТ 12784-78 Порошок минеральный для асфальтобетонных смесей. Методы испытаний.- М.: Изд-во стандартов, 1978. - 14 с.

29. ГОСТ 9128-97 Смеси асфальтобетонные дорожные, аэродромные и асфальтобетон. Технические условия. – М.: Изд-во стандартов, 1997. - 15 с.
30. ГОСТ 12801-98 Материалы на основе органических вяжущих для дорожного и аэродромного строительства. Методы испытаний. – М.: Изд-во стандартов, 1998. - 31 с.

Заключение

Нефтяные дорожные битумы и асфальтобетонные смеси на их основе находят наиболее широкое применение в большинстве стран при строительстве верхних слоев дорожных покрытий, обеспечивая требуемые их эксплуатационные показатели, в том числе в условиях интенсивного движения транспортных средств. В связи с этим повышение качества оценки показателей физико-механических и физико-химических свойств вяжущих и асфальтобетонных смесей уделяется все более приоритетное внимание.

Использование вяжущих и битумоминеральных материалов с улучшенными показателями позволяет существенно повысить срок службы дорожных покрытий, что приведет к значительной экономии ресурсов, которые можно направить на строительство и реконструкцию дорожной сети страны.

Оглавление

Введение	3
1. Общие сведения о нефтяных битумах	4
2. Классификация и область применения вязких дорожных битумов	7
3. Жидкие дорожные битумы. Классификация и область применения	9
4. Отбор проб органических вяжущих веществ и подготовка их для испытаний	12
Раздел I. Испытания вязких дорожных битумов	13
Лабораторная работа №1	13
Лабораторная работа №2	17
Лабораторная работа №3	20
Лабораторная работа № 4	23
Лабораторная работа № 5	28
Лабораторная работа № 6	33
Лабораторная работа № 7	35
Лабораторная работа № 8	37
Лабораторная работа № 9	39
Лабораторная работа № 10	41
Лабораторная работа № 11	45
Лабораторная работа № 12	47
Лабораторная работа № 13	50
Лабораторная работа № 14	54
Лабораторная работа № 15	55
Лабораторная работа № 16	58
Лабораторная работа № 17	61
Лабораторная работа № 18	64
Раздел II. Методы определения свойств жидких нефтяных битумов	66
Лабораторная работа № 19	66
Лабораторная работа № 20	68
Лабораторная работа № 21	70
Лабораторная работа № 22	72
Раздел III. Определение физических механических свойств асфальтобетона	74
Лабораторная работа № 23	74
Лабораторная работа № 24	77
Лабораторная работа № 25	78
Лабораторная работа № 26	78
Лабораторная работа № 27	79
Лабораторная работа № 28	80
Лабораторная работа № 29	81
Лабораторная работа № 30	82
Лабораторная работа № 31	83

Лабораторная работа № 32	84
Лабораторная работа № 33	85
Лабораторная работа № 34	86
Библиографический список	88
Заключение	90

Учебное издание

Калгин Юрий Иванович
Строкин Александр Сергеевич
Тюков Евгений Борисович

ИСПЫТАНИЯ ДОРОЖНЫХ БИТУМОВ И АСФАЛЬТОБЕТОННЫХ СМЕСЕЙ

Лабораторный практикум
для студентов, обучающихся по направлению
08.05.01 «Строительство уникальных зданий и сооружений»
8.03.01 «Строительство»

Подписано к изданию 15. 12. 2021. Уч.-изд. л. 2,0.

ФГБОУ ВО «Воронежский государственный
технический университет»
394026 Воронеж, Московский проспект, 14