
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
*(проект,
первая
редакция)*

Дороги автомобильные общего пользования
МАТЕРИАЛЫ ВЯЖУЩИЕ НЕФТЯНЫЕ БИТУМНЫЕ
Метод визуализации дисперсии полимера при помощи
флуоресцентной микроскопии

Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия

Москва
Российский институт стандартизации
2024

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Автономной некоммерческой организацией «Научно-исследовательский институт транспортно-строительного комплекса» (АНО «НИИ ТСК»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 418 «Дорожное хозяйство»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от №

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (www.rst.gov.ru)

© Оформление, ФГБУ «РСТ», 2024

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1	Область применения	
2	Нормативные ссылки	
3	Термины и определения	
4	Требования к средствам измерений, вспомогательным материалам и реактивам	устройствам,
5	Метод исследования	
6	Требования безопасности и охраны окружающей среды	
7	Требования к условиям исследования	
8	Подготовка к выполнению исследования	
9	Порядок выполнения исследования	
10	Обработка результатов исследования	
11	Оформление результатов исследования	
12	Контроль точности результата	
Приложение А	(справочное) Пример технических характеристик флуоресцентного микроскопа	
Приложение Б	(справочное) Критерии визуальной оценки дисперсии полимера в битумном вяжущем материале	

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Дороги автомобильные общего пользования МАТЕРИАЛЫ ВЯЖУЩИЕ НЕФТЯНЫЕ БИТУМНЫЕ Метод визуализации дисперсии полимера при помощи флуоресцентной микроскопии

Automobile roads of general use.

Petroleum-based bitumen binders.

The method for determining the distribution of the polymer using fluorescence microscopy.

Дата введения -

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на нефтяные битумные вяжущие материалы (далее – битумные вяжущие), предназначенные для использования в качестве вяжущего материала при строительстве, ремонте и реконструкции дорожных покрытий и оснований и устанавливает метод визуализации дисперсии полимера при помощи флуоресцентной микроскопии.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.044 (ИСО 4589-84) Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения

ГОСТ 12.4.131 Халаты женские. Технические условия

ГОСТ 12.4.132 Халаты мужские. Технические условия

ГОСТ 12.4.252 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты рук. Перчатки. Общие технические требования. Методы испытаний

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

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения национального стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **битумное вяжущее** (bitumen binder): Органический вяжущий материал, производимый из продуктов переработки нефти с добавлением при необходимости органических модифицирующих добавок.

3.2 **флуоресцентный микроскоп** (fluorescence microscope): Специализированный оптический микроскоп, предназначенный для изучения

свойств органических или неорганических веществ с использованием явления флуоресценции.

4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам и реактивам

При выполнении исследования применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства и материалы.

4.1 Флуоресцентный микроскоп с источником света и системой фильтрации;

Примечание — Пример источника света, системы фильтрации и основных технических характеристик флуоресцентного микроскопа приведен в приложении А.

4.2 Морозильник, способный обеспечить температуру ниже минус 20 °С ;

Примечание — Вместо морозильника, допускается применение сосуда Дьюара и твердого диоксида углерода.

4.3 Острый инструмент (нож);

4.4 Емкость из алюминиевой фольги высотой (30 ± 5) мм, диаметром (60 ± 10) мм;

Примечание — Допускается использование емкости, выполненной из силикона.

4.5 Выпарительная чашка вместимостью 450 см³;

4.6 Песок для песчаной бани.

4.7 Сушильный шкаф, способный поддерживать температуру до 200 °С с точностью до 5 °С.

5 Метод исследования

Сущность метода заключается в визуальном исследовании, предварительно подготовленного образца битумного вяжущего материала при помощи флуоресцентного микроскопа.

6 Требования безопасности и охраны окружающей среды

Битумные вяжущие согласно ГОСТ 12.1.007 относятся к 4-му классу опасности являются малоопасными веществами по степени воздействия на организм человека.

При работе с битумными вяжущими используют одежду специальную защитную – по ГОСТ 12.4.131 или ГОСТ 12.4.132. Для защиты рук используют перчатки – по ГОСТ 12.4.252.

При выполнении измерений соблюдают правила по электробезопасности – по ГОСТ Р 12.1.019 и инструкции по эксплуатации оборудования.

Битумные вяжущие согласно ГОСТ 12.1.044 относятся к трудногорючим жидкостям. Работы с применением битумов должны производиться с соблюдением требований пожарной безопасности – по ГОСТ 12.1.004.

Испытанный материал утилизируют в соответствии с рекомендациями завода изготовителя, указанными в стандарте организации на материал.

7 Требования к условиям исследования

При выполнении исследований соблюдают следующие условия для помещений, в которых испытываются образцы:

- температура (23 ± 3) °С;
- относительная влажность (55 ± 15) %.

8 Подготовка к выполнению исследования

8.1 При подготовке к выполнению исследования проводят следующие работы:

- подготовка к исследованию;
- подготовка образцов.

8.2 Подготовка оборудования

Включите оборудование и установите нужные настройки, необходимые для проведения исследования согласно инструкции производителя оборудования.

8.3 Подготовка образцов

Битумное вяжущее необходимо разогреть в сушильном шкафу до температуры на 100°C выше температуры размягчения, но не более 200 °C, не допуская локальных перегревов. Время нагревания битумного вяжущего при указанных условиях не должно превышать 50 мин.

Затем битумное вяжущее необходимо перемешать при этой же температуре от 1 до 5 мин.

Параллельно с разогревом битумного вяжущего, необходимо произвести подготовку и нагрев песчаной бани:

- наполнить выпарительную чашку песком
- установить емкость из фольги в песок, погрузив ее таким образом, чтобы емкость была погружена, как минимум на 2/3 от высоты емкости. При этом расстояние до стенок выпарительной чашки должно быть не менее 20 мм.
- поднять температуру в песчаной бане до температуры разогрева битумного вяжущего.

Залить разогретый битумный вяжущий материал в емкость из фольги. Объем заливаемого материала должен занимать, как минимум 2/3 объема емкости.

Затем отключить нагрев песчаной бани и дать остыть битумному вяжущему материалу до комнатной температуры.

Примечание – Процедура охлаждения имеет большое влияние на результат исследования. При охлаждении в песчаной бане важна стабильная скорость охлаждения.

Далее емкость с битумным материалом охладить до температуры ниже минус 20 °С, помещая в морозильник. Допускается применение сосуда Дьюара и твердого диоксида углерода.

Примечание – Минимальное время охлаждения образца в морозильнике составляет 3 ч. При использовании сосуда Дьюара минимальное время составляет 10 мин.

Замороженный битумный материал раскалывают при помощи ножа, с образовавшейся свежесколотой поверхности откалывают небольшие фрагменты битумного материала плоской формы. Площадь исследуемого образца должна быть достаточной для проведения исследования.

Примечание – Рекомендуется использовать образцы не вытянутой формы, площадью не менее 15мм².

Полученные сколы материала размещают на предметном стекле микроскопа. В случае применения покровного стекла, аккуратно, чтобы не повредить исследуемую поверхность устанавливают покровное стекло, прижимая его к образцу таким образом, чтобы плоскости покровного и предметного стекла были параллельны.

9 Порядок выполнения исследования

Подготовленный образец устанавливают в микроскоп и производят осмотр поверхности. Увеличение микроскопа выбирают в зависимости от размера частиц. Увеличение может составлять от 25 до 600 крат.

Примечание – Осмотр поверхности необходимо произвести в течение одного часа.

Каждый исследуемый битумный материал необходимо проанализировать на трех независимо подготовленных поверхностях, перед выбором типичного изображения.

При помощи шкалы или программного обеспечения производят оценку размера частиц полимера.

Примечание – Изображение поверхности может быть сохранено при помощи цифровой фотокамеры.

10 Обработка результатов исследования

Дисперсию полимера в битумном вяжущем характеризуют при помощи изображения, а также номера характерного изображения в соответствии с приложением Б, и/или комбинацией из букв латинского алфавита.

Примечание – Не допускается присвоение изображению промежуточных номеров.

В случае отсутствия флуоресцентного излучения (цвет изображения исследуемой поверхности близкий к черному), образец описывают, как «0».

11 Оформление результатов исследования

Результат исследования оформляют в виде протокола, который должен содержать:

- идентификацию испытуемого образца;
- дату проведения исследования;
- название организации, проводившей исследование;
- ссылку на настоящий стандарт и отклонения от метода;
- ссылку на тип испытательного оборудования;
- характеристики источника света и системы фильтрации;
- изображение со шкалой и при необходимости комбинацию букв.

12 Контроль точности результата

Точность результата исследования обеспечивается:

- соблюдением требований настоящего стандарта;
- проведением периодической аттестации оборудования.

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

Приложение А (справочное)

Пример технических характеристик флуоресцентного микроскопа

Т а б л и ц а Б.1 - пример технических характеристик флуоресцентного микроскопа

Объективы					
Название	Коррекция	Увеличение	Апертура	Рабочее расстояние, мм	Покровное стекло
10x/0.3, WD=8.13mm Infinity Plan Semi-Apochromatic Fluorescent Objective	Планполуапохроматическая	10x	0,30	8,13	Для работы с покровным стеклом или без него
20x/0.5, W.D.=2.03mm Infinity Plan Semi-Apochromatic Fluorescent Objective	Планполуапохроматическая	20x	0,50	2,03	Для работы с покровным стеклом или без него
40x/0.75 (Spring), WD=0.74mm Infinity Plan Semi-Apochromatic Fluorescent Objective	Планполуапохроматическая	40x	0,75	0,74	Для работы с покровным стеклом толщиной 0,17мм
50X/0.80 WD7.8MM Long Working Distance Infinity Plan Metallurgical Semi-APO	Планполуапохроматическая	50x	0,80	1,20	Для работы без покровного стекла
Система флуоресцентного освещения					
Источник света	Возбуждающий фильтр	Дихроичное зеркало		Запирающий фильтр	
Светодиод - LED, мощность 3Вт, пик излучения 470nm	EX BP 450-490	BS FT 510		EM LP 515	
Система визуализации					
Тип матрицы	Интерфейс	Разрешение, пкс	Размер пикс.		Охлаждение
CCD	USB 3.0	2752 (H) x 2208 (V)	4.54 μm x 4.54 μm		Элемент Пельтье (Peltier cooling)

Приложение Б (справочное)

Критерии визуальной оценки дисперсии полимера в битумном вяжущем материале

Дисперсию полимера в битумном вяжущем материале, а также размер и форма частиц полимера обозначается в виде комбинации букв латинского алфавита, приведенных в таблице Б.1. Комбинация из букв.

Таблица Б.1 - Буквенные обозначения, применяемые для описания дисперсии полимера, размера и формы частиц.

P	полимерная фаза
B	битумная фаза
X	обе фазы
H	гомогенно (однородно)
I	негомогенно (неоднородно)
S	маленький (<10мкм)
M	средний (от10 до 100мкм)
L	большой (>100мкм)
r	округлый
s	вытянутый
o	другой формы

На рисунках с Б.1 по Б.6 представлены примеры типичных изображений поверхности битумных вяжущих, дополненные комбинациями из латинских букв, описывающими дисперсию, форму и размер частиц полимера в битумном вяжущем.

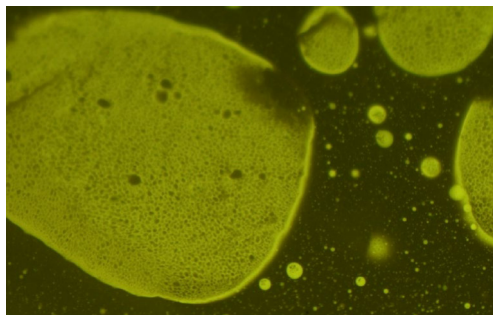


Рисунок Б.1 – В/І/SL/r

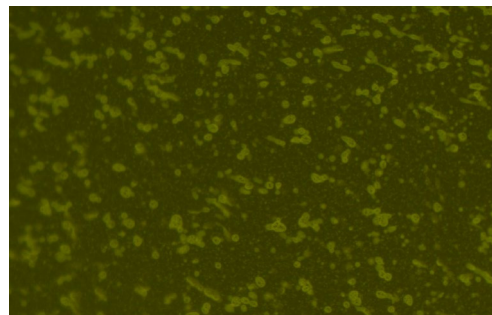


Рисунок Б.4 – В/І/S/o

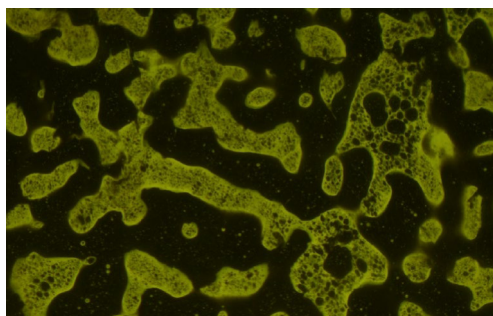


Рисунок Б.2 – P/І/SL/o

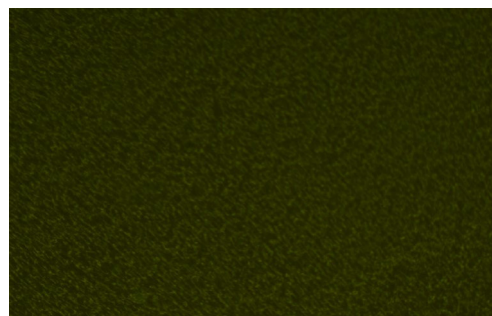


Рисунок Б.5 – В/Н/S/o

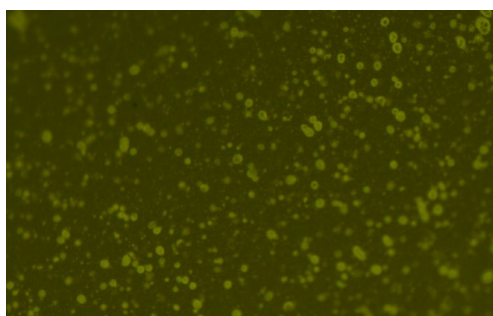


Рисунок Б.3 – P/І/L/r



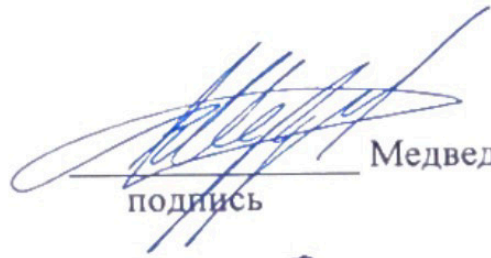
Рисунок Б.6 – P/Н/S/o

УДК 625.856:006.354

ОКС 93.080.20

Ключевые слова: полимер, дисперсия, битумный вяжущий материал, флуоресцентный микроскоп

Руководитель разработки
Первый заместитель
Генерального директора
АНО «НИИ ТСК»



Медведев Д.В.

подпись

Исполнитель



Харпаев А.В.

подпись