ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 72246— 2025

Дороги автомобильные общего пользования

МАТЕРИАЛЫ ВЯЖУЩИЕ НЕФТЯНЫЕ БИТУМНЫЕ

Метод визуализации дисперсии полимера при помощи флуоресцентной микроскопии

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2025

gost.e-ecolog.ru

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 28 августа 2025 г. № 944-ст

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 в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2025

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 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Требования к оборудованию, вспомогательным устройствам и материалам 2
5 Метод исследования 3
6 Требования безопасности и охраны окружающей среды 3
7 Требования к условиям исследования 3
8 Подготовка к выполнению исследования 3
9 Порядок выполнения исследования 4
10 Обработка результатов исследования 5
11 Оформление результатов исследования 5
Приложение А (справочное) Пример технических характеристик флуоресцентного микроскопа 6
Приложение Б (справочное) Примеры изображений поверхности битумных вяжущих 7

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 — 2025—10—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на битумные нефтяные вяжущие материалы на основе блоксополимеров типа стирол-бутадиен-стирол (СБС) (далее — битумные вяжущие), предназначенные для использования в качестве вяжущего материала при строительстве, ремонте, капитальном ремонте и реконструкции нежестких дорожных одежд, и устанавливает метод визуализации дисперсии полимера при помощи флуоресцентной микроскопии. Данный метод позволяет установить наличие или отсутствие полимерной фазы в битумном вяжущем, его однородность, форму и размеры частиц дисперсной фазы.

Данный метод может быть использован для битумных вяжущих, классифицированных по ГОСТ Р 58400.1, ГОСТ Р 58400.2 или ГОСТ Р 52056, при наличии достоверной информации, что они являются битумными вяжущими с содержанием СБС.

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

ГОСТ 12.1.044 Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения

ГОСТ 12.3.002 Система стандартов безопасности труда. Процессы производственные. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.011 Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

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

Издание официальное

ГОСТ 12.4.253 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты глаз и лица. Общие технические требования

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ Р 52056 Вяжущие полимерно-битумные дорожные на основе блоксополимеров типа стирол-бутадиен-стирол. Технические условия

ГОСТ Р 58400.1 Дороги автомобильные общего пользования. Материалы вяжущие нефтяные битумные. Технические условия с учетом температурного диапазона эксплуатации

ГОСТ Р 58400.2 Дороги автомобильные общего пользования. Материалы вяжущие нефтяные битумные. Технические условия с учетом уровней эксплуатационных транспортных нагрузок

ГОСТ Р 58577 Правила установления нормативов допустимых выбросов загрязняющих веществ проектируемыми и действующими хозяйствующими субъектами и методы определения этих нормативов

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 **флуоресцентный микроскоп:** Специализированный оптический микроскоп, предназначенный для изучения свойств органических или неорганических веществ с использованием явления флуоресценции.

3.2 **дисперсия:** Распределение частиц (дисперсной фазы) в дисперсионной среде.

3.3 **дисперсная фаза:** Фаза, состоящая из частиц произвольного размера, диспергированных в непрерывной фазе другого состава.

3.4 **непрерывная фаза:** Фаза, обладающая пространственной связностью.

Примечание — Непрерывная фаза является средой для дисперсной фазы.

3.5 **характерное изображение:** Изображение произвольно взятой области исследуемого объекта в поле зрения микроскопа, которым можно описать любую область объема данного объекта.

4 Требования к оборудованию, вспомогательным устройствам и материалам

При выполнении исследования применяют следующее оборудование, вспомогательные устройства и материалы:

- микроскоп флуоресцентный с источником света и системой фильтрации светового потока.

Примечание — Пример технических характеристик флуоресцентного микроскопа приведен в приложении А;

- морозильник либо морозильная камера, способные обеспечить температуру ниже минус 20 °С;
- нож из нержавеющей стали (скальпель, инструмент для пробоподготовки, способный расколоть замороженный материал);
- емкость из алюминиевой фольги высотой (30 ± 5) мм, диаметром (60 ± 10) мм.

Примечание — Допускается самостоятельное изготовление емкости из фольги с учетом приведенных размеров; также допускается использование емкости, выполненной из термостойкого силикона;

- чашка выпарительная вместимостью 450 см^3 по ГОСТ 9147;
- песок для песчаной бани;
- шкаф сушильный, способный поддерживать температуру от 100 °С до 200 °С;
- палочка стеклянная или металлическая для перемешивания битумного вяжущего;
- мешалка лабораторная, обеспечивающая скорость вращения не менее 150 об/мин при перемешивании битумного вяжущего;
- плитка нагревательная с закрытой спиралью, обеспечивающая поддержание температуры битумного вяжущего во время перемешивания.

5 Метод исследования

Сущность метода заключается в визуальном исследовании (оценке распределения полимерной фазы в битуме) предварительно подготовленного образца битумного вяжущего при помощи флуоресцентного микроскопа.

6 Требования безопасности и охраны окружающей среды

6.1 При работе с битумным вяжущим используют средства защиты работающих по ГОСТ 12.4.011.

6.2 При работе с битумным вяжущим необходимо соблюдать общие требования безопасности по ГОСТ 12.3.002 и требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004.

6.3 Битумные вяжущие являются горючими веществами по ГОСТ 12.1.044 с температурой вспышки выше 220 °С.

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

6.5 Помещение, в котором проводят работы с битумными вяжущими, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с требованиями ГОСТ 12.4.021.

6.6 При загорании небольших количеств битумных вяжущих их следует тушить песком, кошмой или пенным огнетушителем. Развившиеся пожары следует тушить пенной струей.

6.7 При работе с битумными вяжущими необходимо соблюдать требования ГОСТ Р 58577 по охране природы и атмосферы. Эффективными мерами защиты природной среды является герметизация оборудования, предотвращение розлива битумного вяжущего.

6.8 При работе с битумными вяжущими используют специальную защитную одежду по ГОСТ 12.4.131 или ГОСТ 12.4.132. Для защиты рук используют перчатки по ГОСТ 12.4.252. Для защиты глаз и лица используют средства индивидуальной защиты по ГОСТ 12.4.253.

6.9 При выполнении исследования соблюдают правила по электробезопасности по ГОСТ 12.1.019 и инструкции по эксплуатации оборудования.

7 Требования к условиям исследования

Соблюдают следующие условия для помещений, в которых проводят исследование:

- температура (21 ± 4) °С;
- относительная влажность воздуха в соответствии с рекомендациями производителя оборудования, но не более 80 %.

8 Подготовка к выполнению исследования

8.1 При подготовке к выполнению исследования проводят следующие работы:

- подготовка оборудования;
- подготовка образцов.

8.2 Подготовка оборудования

Для выполнения исследования необходимо включить и настроить оборудование согласно инструкциям по эксплуатации.

8.3 Подготовка образцов

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

Примечание — При отсутствии информации о температуре размягчения битумное вяжущее разогревают до 170 °С.

Затем битумное вяжущее необходимо перемешать при этой же температуре от 2 до 5 мин.

Примечание — Для перемешивания рекомендуется использовать нагревательную плитку, оснащенную температурным контроллером и лопастную лабораторную мешалку.

Параллельно с разогревом битумного вяжущего необходимо осуществить подготовку и нагрев «песчаной бани»:

- наполняют выпарительную чашку песком;
- устанавливают емкость, таким образом, чтобы она была погружена в песок на 2/3 от своей высоты. При этом расстояние до стенок выпарительной чашки должно быть не менее 20 мм;
- поднимают температуру в «песчаной бане» до температуры разогрева битумного вяжущего, поместив в сушильный шкаф с установленной в нем температурой не менее чем на 40 мин.

Заливают разогретое битумное вяжущее в емкость из фольги. Объем заливаемого материала должен занимать как минимум 2/3 объема емкости.

Затем отключают нагрев «песчаной бани» и дают остыть битумному вяжущему до температуры окружающей среды.

Примечание — Процедура охлаждения оказывает влияние на результат исследования. При охлаждении в песчаной бане важна стабильная скорость охлаждения.

Далее емкость с битумным вяжущим охлаждают до температуры ниже минус 20 °С, но не ниже минус 30 °С, помещая в морозильник. Время охлаждения емкости с битумным вяжущим в морозильнике должно составлять не менее 3 ч.

Замороженное битумное вяжущее раскалывают при помощи ножа, с образовавшейся свежесколотой поверхности откалывают небольшой фрагмент битумного вяжущего плоской формы.

Полученный фрагмент битумного вяжущего размещают на предметном стекле микроскопа. При использовании покровного стекла необходимо дождаться пока фрагмент битумного вяжущего достигнет температуры окружающей среды, а затем аккуратно прижимают его к образцу, избегая горизонтальных перемещений и не повреждая исследуемую поверхность. Плоскости покровного и предметного стекла должны быть параллельны друг другу.

9 Порядок выполнения исследования

Подготовленный образец устанавливают на предметный столик микроскопа и проводят осмотр поверхности. Увеличение микроскопа выбирают в зависимости от размера частиц. Увеличение может составлять от 25 до 600 крат.

Осмотр поверхности необходимо провести в течение 1 ч с момента нанесения образца на предметное стекло.

Выбор характерного изображения должен быть основан на исследовании как минимум трех полей зрения поверхности образца.

Полученное изображение должно позволять однозначно дифференцировать полимерную и битумную фазы, а также определять их размеры и форму. Границы раздела фаз при этом должны четко определяться.

При помощи шкалы окуляра микроскопа или возможностей программного обеспечения микроскопа проводят оценку размера частиц полимера.

Примечание — Изображение поверхности может быть зафиксировано при помощи цифровой фотокамеры.

10 Обработка результатов исследования

Дисперсию полимера в битумном вяжущем, включая размер и форму частиц полимерной или битумной фазы, обозначают буквами латинского алфавита в соответствии с таблицей 1.

Таблица 1

Наименование характеристики	Обозначение	Описание
Описание непрерывной фазы	P	Полимерная
	B	Битумная
Однородность	H	Однородно
	I	Неоднородно
Размер частиц	S	Маленький (менее 10 мкм)
	M	Средний (от 10 до 100 мкм)
	L	Большой (более 100 мкм)
Форма частиц	r	Округлый
	s	Вытянутый
	o	Другой формы

При отсутствии флуоресцентного излучения (цвет изображения исследуемой поверхности близкий к черному) считается, что в образце дисперсия полимера отсутствует и образец описывают как «0».

В буквенном описании дисперсии указывают непрерывную фазу, однородность, размер и форму частиц дисперсной фазы.

В случаях, когда в битумном вяжущем присутствуют частицы нескольких размеров и формы, необходимо указывать все наблюдаемые размеры и формы частиц.

Примеры изображений поверхности битумных вяжущих, которые дополнены комбинациями из латинских букв, описывающими дисперсию, форму и размер частиц полимера, представлены в приложении Б.

11 Оформление результатов исследования

Результат исследования оформляют в виде протокола, который должен содержать:

- данные, идентифицирующие образец;
- дату проведения исследования;
- наименование организации, проводившей исследование;
- ссылку на настоящий стандарт и отклонения от метода;
- характеристики микроскопа, источника света и системы фильтрации;
- изображение со шкалой и/или комбинацию букв.

Приложение А
(справочное)

Пример технических характеристик флуоресцентного микроскопа

Пример технических характеристик флуоресцентного микроскопа — см. таблицы А.1—А.3.

Таблица А.1 — Объективы

Наименование	Коррекция	Увеличение	Апертура	Рабочее расстояние, мм	Покровное стекло
10x/0,3, WD=8,13 мм Infinity Plan Semi-Aprochromatic Fluorescent Objective	Планполуапохроматическая	10×	0,30	8,13	Для работы с покровным стеклом или без него
20x/0,5, WD=2,03 мм Infinity Plan Semi-Aprochromatic Fluorescent Objective	Планполуапохроматическая	20×	0,50	2,03	Для работы с покровным стеклом или без него
40x/0,75 (Spring), WD=0,74 мм Infinity Plan Semi-Aprochromatic Fluorescent Objective	Планполуапохроматическая	40×	0,75	0,74	Для работы с покровным стеклом толщиной 0,17 мм
50x/0,80, WD-7,8 мм Long Working Distance Infinity Plan Metallurgical Semi-APO	Планполуапохроматическая	50×	0,80	1,20	Для работы без покровного стекла

Таблица А.2 — Система флуоресцентного освещения

Источник света	Возбуждающий фильтр	Дихроичное зеркало	Запирающий фильтр
Светодиод — LED, мощность 3 Вт, пик излучения 470 нм	EX BP 450-490	BS FT 510	EM LP 515

Таблица А.3 — Система визуализации

Тип матрицы	Интерфейс	Разрешение, пикс	Размер пикселя	Охлаждение
CCD	USB 3.0	2752 (H) × 2208 (V)	4,54 × 4,54 мкм	Элемент Пельтье (Peltier cooling)

Приложение Б
(справочное)

Примеры изображений поверхности битумных вяжущих

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

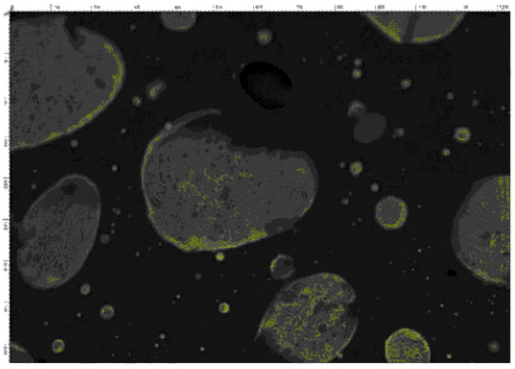

Рисунок Б.1 — B/I/SML/r

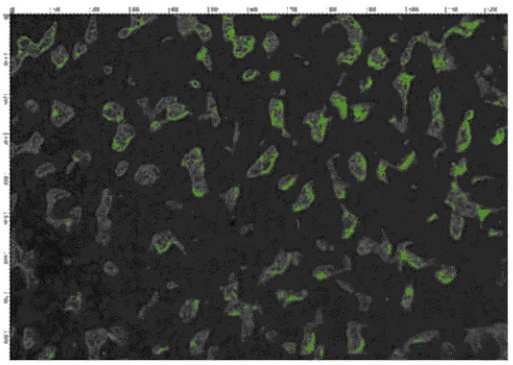

Рисунок Б.2 — B/I/ML/o

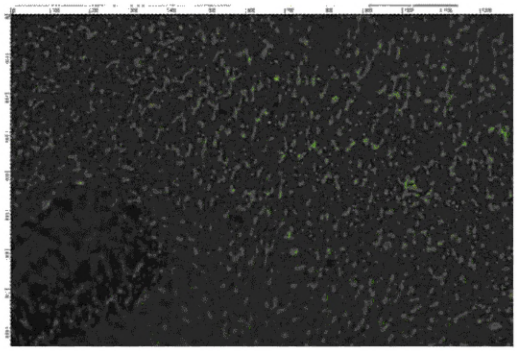

Рисунок Б.3 — B/I/SM/so

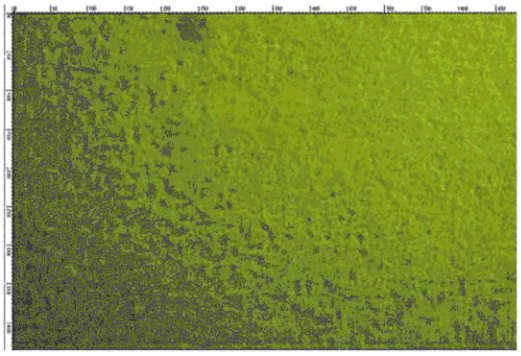

Рисунок Б.4 — B/H/S/o

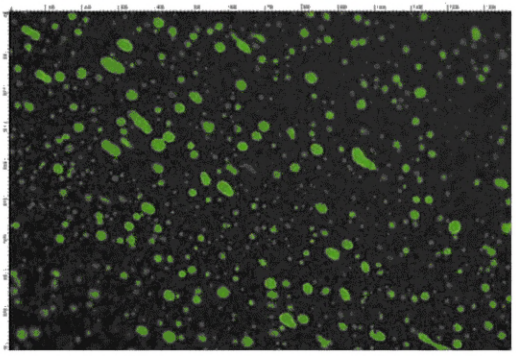

Рисунок Б.5 — B/I/SM/r

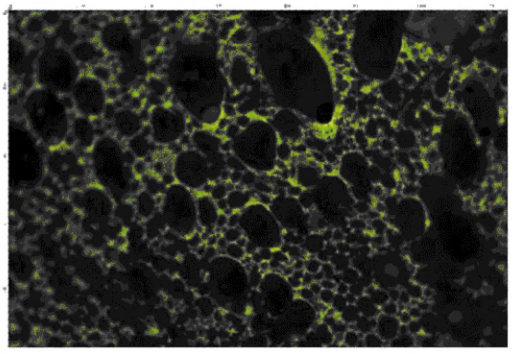

Рисунок Б.6 — P/I/SML/r

УДК 625.856:006.354 ОКС 93.080.20

Ключевые слова: полимер, дисперсия, битумное вяжущее, флуоресцентный микроскоп

Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 01.09.2025. Подписано в печать 08.09.2025. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,18.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru