ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ПНСТ 377— 2019

Дороги автомобильные общего пользования

МАТЕРИАЛЫ ВЯЖУЩИЕ НЕФТЯНЫЕ БИТУМНЫЕ

Метод визуализации дисперсии полимера при помощи флуоресцентной микроскопии

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2020

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 ре- гулированию и метрологии от 17 декабря 2019 г. № 54-пнст

Правила применения настоящего стандарта и проведения его мониторинга установлены в ГОСТ Р 1.16—2011 (разделы 5 и 6).

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии собирает сведения о практическом применении настоящего стандарта. Данные сведения, а также замечания и предложения по содержанию стандарта можно направить не позднее чем за 4 мес до истечения срока его действия разработчику настоящего стандарта по адресу: gost.e-ecolog.ru *в Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии по адресу: 109074 Москва, Китайгородский проезд, д. 7, стр. 1.*

*В случае отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты» и также будет размещена на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, оформление, 2020

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

ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЙ 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

Срок действия — с 2020—03—01
до 2023—03—01

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. Данный метод позволяет определить наличие полимера в битумном вяжущем.

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 (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 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

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.

Издание официальное

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 и материалам

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 $см^3$ по ГОСТ 9147.

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 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 специальную защитную одежду 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 12.1.019 и инструкции по эксплуатации оборудования.

Битумные вяжущие согласно ГОСТ 12.1.044 относятся к трудногорючим жидкостям. Работы с применением битумных вяжущих 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 измерений 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:
- подготовку к исследованию;
- подготовку образцов.

8.1.1 Подготовка к исследованию

Включают оборудование и устанавливают нужные настройки, необходимые для проведения исследования согласно инструкции производителя оборудования.

8.1.2 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.

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

Параллельно с разогревом битумного вяжущего необходимо провести 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. При этом расстояние до стенок выпарительной чашки должно быть не менее 20 мм;
- поднять температуру в песчаной бане до температуры разогрева битумного вяжущего.

Залить разогретое битумное вяжущее 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 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 вяжущим 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.

Замороженное битумное вяжущее раскалывают при помощи ножа, с образовавшейся свежесколотой поверхности откалывают небольшие фрагменты битумного вяжущего плоской формы. Площадь исследуемого образца должна быть достаточной для проведения исследования.

Примечание — Рекомендуется использовать образцы не вытянутой формы, площадью не менее 15 мм^2.

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 установить в микроскоп и провести осмотр поверхности. Увеличение микроскопа выбирают в зависимости от размера частиц. Увеличение может составлять от 25 до 600 крат.

Примечание — Осмотр поверхности необходимо провести в течение одного часа.

Каждое исследуемое битумное вяжущее следует проанализировать на трех независимо подготовленных поверхностях перед выбором типичного изображения.

При помощи шкалы или программного обеспечения провести 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 и/или комбинацией из букв латинского алфавита.

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

Пример технических характеристик флуоресцентного микроскопа приведен в таблице А.1.

Таблица А.1

Объективы					
Название	Коррекция	Увеличение	Апертура	Рабочее расстояние, мм	Покровное стекло
10x/0.3, WD=8.13 mm Infinity Plan Semi-Aprochromatic 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-Aprochromatic Fluorescent Objective	Планполуапохроматическая	20x	0,50	2,03	Для работы с покровным стеклом или без него
40x/0.75 (Spring), WD=0.74 mm Infinity Plan Semi-Aprochromatic Fluorescent Objective	Планполуапохроматическая	40x	0,75	0,74	Для работы с покровным стеклом толщиной 0,17 мм
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 470 nm	EX BP 450-490	BS FT 510	EM LP 515

Система визуализации				
Тип матрицы	Интерфейс	Разрешение, пкс	Размер пикселя	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

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

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 (<10 мкм)
M	Средний (от 10 до 100 мкм)
L	Большой (>100 мкм)
r	Округлый
s	Вытянутый
o	Другой формы

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

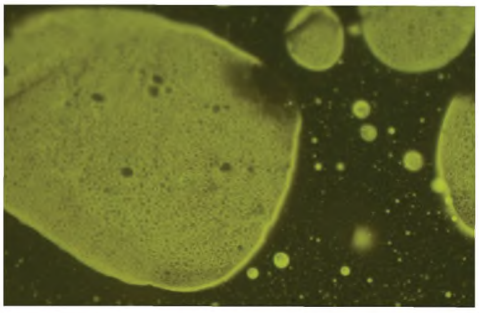

Рисунок Б.1 — B/I/SL/r

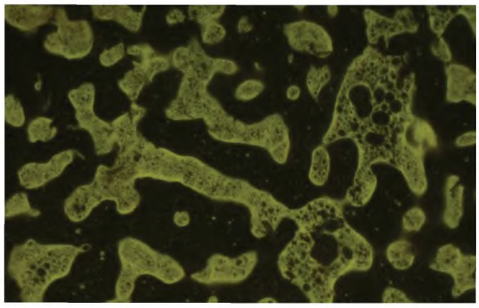

Рисунок Б.2 — P/I/SL/o

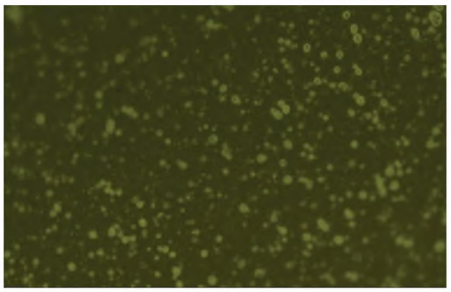

Рисунок Б.3 — P/l/L/r

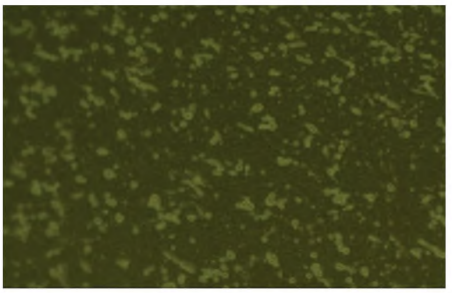

Рисунок Б.4 — B/l/S/o



Рисунок Б.5 — B/H/S/o



Рисунок Б.6 — P/H/S/o

УДК 625.856:006.354 ОКС 93.080.20

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

БЗ 11—2019/148

Редактор *В.Н. Шмельков*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 17.12.2019. Подписано в печать 20.01.2020. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,12.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
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