

**NEWS**

OF THE NATIONAL ACADEMY OF SCIENCES OF THE REPUBLIC OF KAZAKHSTAN

**SERIES OF GEOLOGY AND TECHNICAL SCIENCES**

ISSN 2224-5278

Volume 6, Number 420 (2016), 162 – 172

**B. B. Teltayev, Y. D. Amirbayev**

Kazakhstan Highway Research Institute, Almaty, Kazakhstan.

E-mail: bagdatbt@yahoo.com, erik\_neo@mail.ru

**EVALUATION OF RHEOLOGICAL CHARACTERISTICS  
FOR BITUMEN BINDERS AT DIFFERENT LONGIVITIES  
OF THERMAL CONDITION**

**Abstract.** This paper investigates rheological characteristics (complex shear modulus, phase angle, stiffness, relaxation rate) of pure bitumen and polymer bitumens with the use of dynamic shear rheometer (DSR) and bending beam rheometer (BBR). Pure bitumen of grade BND 100/130 was produced by Pavlodar Oil Chemical Plant, and polymer bitumens were prepared by adding of polymers Elvaloy 4170 (1.4% of bitumen mass), Butonal NS 198 (3.0%) and Calprene 501 (4.0%) to pure bitumen in laboratory conditions. Before testing the binders were thermostated at testing temperatures for 10, 20, 30 and 40 hours. It was determined that at high temperatures (52, 58, 64°C) the additive of polymers increases essentially the complex shear modulus and decreases the phase angle of binders. In addition, polymer Calprene 501 showed maximum effect. For all testing temperatures the longevity of thermal condition does not practically affect on phase angle of bitumen binders. At negative temperatures (-24, -30, -36°C) the stiffness of binders is increased with temperature reduction and longevity of thermal conditions increase. Addition of polymer reduces essentially the stiffness of binders with longevity of thermal conditions up to 10 hours, and effect of modification with polymer disappears during longer-lasting thermal condition. The effect of modification of binders with polymer cannot be also found in relaxation rate at all testing temperatures and longevities of thermal condition.

**Key words:** bitumen, polymers, thermal condition, dynamic shear rheometer, bending beam rheometer, complex shear modulus, phase angle, stiffness, relaxation rate.

УДК 625.7/8:691.163

**Б. Б. Телтаев, Е. Д. Амирбаев**

Казахстанский дорожный научно-исследовательский институт, Алматы, Казахстан

**ОЦЕНКА РЕОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК  
БИТУМНЫХ ВЯЖУЩИХ ПРИ РАЗНЫХ ДЛИТЕЛЬНОСТЯХ  
ТЕРМОСТАТИРОВАНИЯ**

**Аннотация.** В работе с применением динамического сдвигового реометра (DSR) и реометра с изгибаемой балкой (BBR) исследованы реологические характеристики (комплексный модуль сдвига, фазовый угол, жесткость, скорость релаксации) чистого битума и полимербитумов. Чистый битум марки БНД 100/130 произведен Павлодарским нефтехимическим заводом, а полимербитумы приготовлены путем добавления в чистый битум полимеров Elvaloy 4170 (1,4 % по массе битума), Butonal NS 198 (3,0 %) и Calprene 501 (4,0 %) в лабораторных условиях. Вяжущие перед испытанием термостатированы при температурах испытания 10, 20, 30 и 40 часов. Установлено, что при высоких температурах (52, 58, 64 °С) добавка полимеров существенно повышает комплексный модуль сдвига и уменьшает фазовый угол вяжущих. При этом наибольший эффект показал полимер Calprene 501. При всех температурах испытания длительность термостатирования практически не оказывает влияние на фазовый угол битумных вяжущих. При отрицательных температурах (-24, -30, -36 °С) с понижением температуры и увеличением продолжительности термостатирования жесткость вяжущих

повышается. Добавка полимера существенно уменьшает жесткость вяжущих при продолжительности термостатирования до 10 часов, а при более продолжительном термостатировании эффект модификации полимером исчезает. Эффект модификации вяжущих полимером также не обнаружен в скорости релаксации при всех температурах испытания и продолжительностях термостатирования.

**Ключевые слова:** битум, полимеры, термостатирование, динамический сдвиговый реометр, реометр с изгибаемой балкой, комплексный модуль сдвига, фазовый угол, жесткость, скорость релаксации.

**Введение.** Общеизвестно, что основными видами разрушения асфальтобетонного покрытия автомобильных дорог являются колея, усталостные и низкотемпературные трещины.

Колея на поверхности асфальтобетонного покрытия автомобильной дороги (рисунок 1) может образовываться вследствие недостаточной сдвигоустойчивости самих асфальтобетонных слоев дорожной одежды под действием многократных повторных нагрузок от тяжелых автомобилей при высоких положительных температурах. Поэтому в настоящее время технические требования предъявляются не только самим асфальтобетонам, но и их компонентам, прежде всего, битумам, механические свойства которых сильно зависят от температуры и длительности действия нагрузки [1].



Рисунок 1 – Колея на асфальтобетонном покрытии автомобильной дороги

Температурные трещины на асфальтобетонном покрытии автомобильных дорог на территории Казахстана встречаются повсеместно. Частое их появление отмечено особенно в северных регионах республики, то есть там, где имеют место существенные низкие температуры. В качестве примера температурная трещина на асфальтобетонном покрытии показана на рисунке 2.



Рисунок 2 – Температурная трещина на асфальтобетонном покрытии автомобильной дороги

Считается, что низкотемпературная устойчивость асфальтобетона определяется, главным образом, свойствами битума в нем и при правильном выборе вяжущего можно существенно уменьшить количество температурных трещин.

**Методы исследования.** В Казахстанском дорожном научно-исследовательском институте (КаздорНИИ) в 2009 году были приобретены приборы, разработанные в США по Технической

системе Supergrave - реометр динамического сдвига (DSR) (рисунок 3) и «Bending-Beam Rheometer» (BBR) - реометр с изгибаемой балкой (рисунки 4 и 5). С тех пор в институте изучаются реологические свойства битумных вяжущих, применяемых на автомобильных дорогах республики.



Рисунок 3 – Общий вид реометра динамического сдвига (DSR)



Рисунок 4 – Общий вид реометра с изгибаемой балкой (BBR)

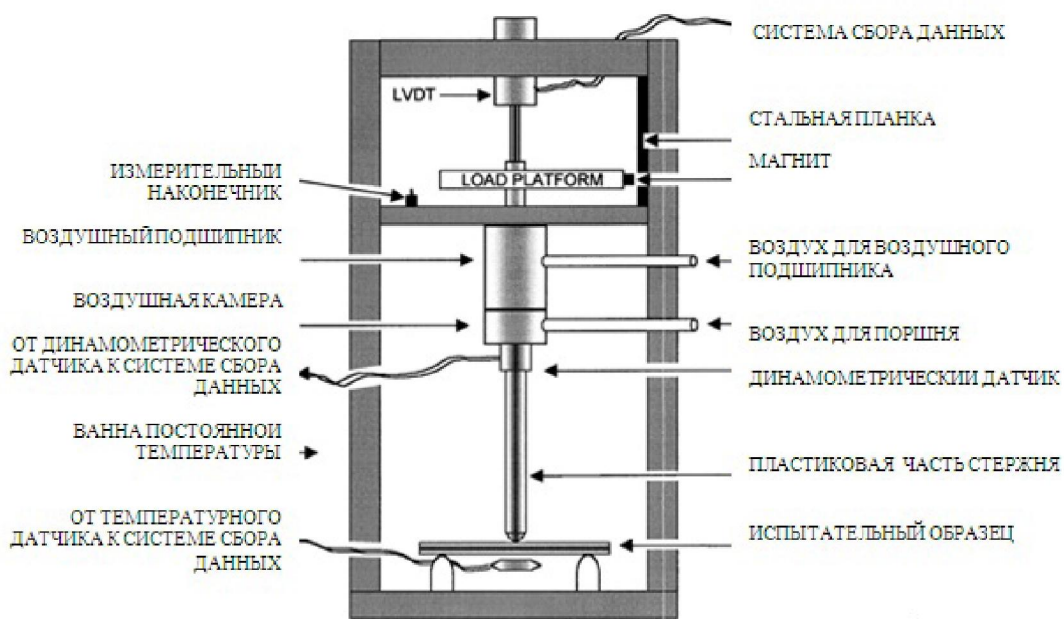


Рисунок 5 – Схема конструкции реометра с изгибаемой балкой (BBR)

Реометр динамического сдвига (DSR) предназначен для измерения реологических характеристик (комплексный модуль сдвига  $G^*$  и фазовый угол  $\delta$ ) битумных вяжущих при средних и высоких температурах [2]. Битум «прослаивается» между двумя параллельными пластинами (рисунок 6), одна из которых фиксирована, а другая вибрирует с определенной частотой. Исследования проводятся обычно в диапазоне изменения температуры от 46 до 88 °С. Данные температуры взяты согласно разработанной КаздорНИИ карте районирования территории Казахстана по эксплуатационным температурам асфальтобетонных покрытий [3]. Перед испытанием вяжущее подвергается старению, соответствующему приготовлению смеси в асфальтобетонном заводе, транспортировке, укладке и уплотнению (RTFOT) [4].

По результатам испытаний строятся температурные зависимости комплексного сдвигового модуля  $G^*$  (кПа), фазового угла  $\delta$  (град) и коэффициента колеустойчивости  $G^*/\sin(\delta)$  битумных вяжущих. Считается, что высокотемпературная устойчивость асфальтобетона сильно зависит от температурной устойчивости битумного вяжущего в нем и при правильном выборе вяжущего можно предотвратить появление образования колеи. Так, в Технической системе Superpave принято, что высокотемпературная устойчивость битумного вяжущего обеспечена, если при расчетной высокой температуре значение коэффициента колеустойчивости  $G^*/\sin(\delta)$  больше 2,2 кПа в состаренном (RTFOT) состоянии [1].



Рисунок 6 – Испытание битумного вяжущего в реометре динамического сдвига (DSR)

Реометр с изгибаемой балкой [5] предназначен для оценки свойств вяжущего при низких температурах. При низкой температуре определяют прогиб образца битумного вяжущего в виде балки на двух опорах под действием постоянной вертикальной нагрузки. Значения температуры в испытаниях зависят от наиболее низкой температуры при эксплуатации покрытия, когда битумное вяжущее ведет себя подобно упругому твердому телу. Вяжущее не должно быть очень жестким при расчетной зимней температуре, оно должно сохранять способность деформироваться. Принцип работы прибора: в течение 240 секунд к балочке прилагается нагрузка 980 мН. Прогиб измеряется с помощью датчика прогиба. В ходе этого испытания на экране компьютера непрерывно строятся графики зависимости нагрузки и прогиба от времени. По истечении 240 секунд испытательная нагрузка автоматически снимается и компьютерная программа реометра вычисляет жесткость вяжущего  $S$  и скорость релаксации  $m$ . Исследования обычно проводятся в диапазоне изменения температуры от -12 до -36 °С (рисунок 7). Данные температуры согласуются с разработанной в КаздорНИИ картой районирования территории Казахстана по эксплуатационным температурам асфальтобетонных покрытий [3].

Перед испытанием вяжущее подвергается старениям, соответствующим приготовлению смеси в асфальтобетонном заводе, транспортировке, укладке и уплотнению (RTFOT) [4] и длительной эксплуатации асфальтобетонного покрытия (во время 5–10 летней службы покрытия (RTFOT+PAV)) [6].

По стандартам [2, 5] перед испытанием образцы битумных вяжущих в течение одного часа термостатируются при температурах испытания. А в реальных дорожных условиях температурные

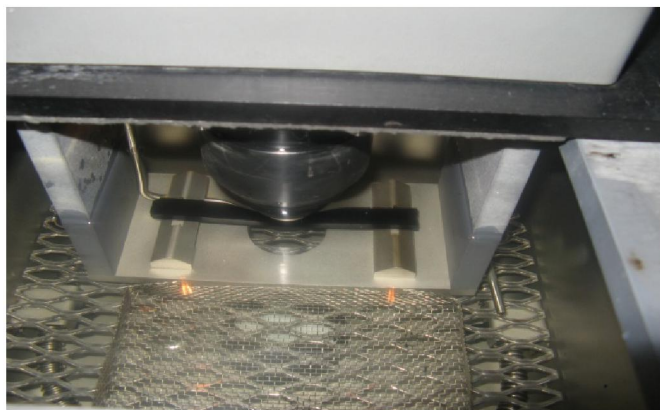


Рисунок 7 – Битумная балочка при испытании на реометре с изгибаемой балкой (BBR)

условия изменяются в широких пределах и продолжительность периодов с определенной температурой могут составить от нескольких десятков часов до нескольких десятков суток. Поэтому с целью учесть это, в настоящей работе битумные вяжущие перед испытанием термостатированы в течение 10, 20, 30 и 40 часов.

**Битумные вяжущие.** В настоящей работе с использованием реометров DSR и BBR испытаны следующие битумные вяжущие: 1) битум марки БНД 100/130 Павлодарского нефтехимического завода (ПНХЗ); 2) битум марки БНД 100/130 ПНХЗ с добавкой полимера Elvaloy 4170 (1,4 % по массе битума); 3) битум марки БНД 100/130 ПНХЗ с добавкой полимера Butonal NS 198 (3,0 %); 4) битум марки БНД 100/130 ПНХЗ с добавкой полимера Calprene 501(4,0 %). Битумы чистый и модифицированные (полимербитумы) удовлетворяют требованиям стандартов [7, 8]. Основные стандартные показатели чистого битума и полимербитумов представлены в таблицах 1 и 2.

Таблица 1 – Основные стандартные показатели битума

Показатель	Единица измерения	Требования СТ РК 1373-2013	Значение
Глубина проникания иглы: - 25 °С - 0 °С	0,1 мм	101-130 30	110 37
Индекс пенетрации PI	–	-1,0... +1,0	-0,82
Растяжимость: - 25 °С - 0 °С	см	≥ 90 ≥ 4,0	135 6,6
Температура размягчения	°С	≥ 43	44,0
Температура хрупкости	°С	≤ -22	-30,2
Динамическая вязкость, 60 °С	Па·с	≥ 120	121,0
Кинематическая вязкость	мм <sup>2</sup> /с	≥ 180	329,0

Таблица 2 – Основные стандартные показатели полимербитумов

Показатель	Единица измерения	Требования СТ РК 2534-2014	Значение		
			БНД 100/130 + Elvaloy 4170 -1,4 %	БНД 100/130 + Calprene 501 - 4,0 %	БНД 100/130 + Butonal NS 198 - 3,0 %
Глубина проникания иглы: 25 °С	0,1 мм	≥ 70-100 (51-70)	86	58	83
Растяжимость: 25 °С	см	≥ 25 (20)	70	42,5	51,0
Температура размягчения	°С	≥ 60 (62)	63,5	73,0	61,0
Температура хрупкости	°С	≤ -18 (-16)	-29,1	-32,3	-27,4
Эластичность, при 25 °С	%	≥ 60	72	84	71

В скобках указаны требования для БМП 50/70.

### Результаты и их обсуждение

На рисунках 8 и 9 показаны гистограммы значений комплексного модуля сдвига  $G^*$  и фазового угла  $\delta$  битумных вяжущих, полученных по результатам их испытания на реометре DSR.

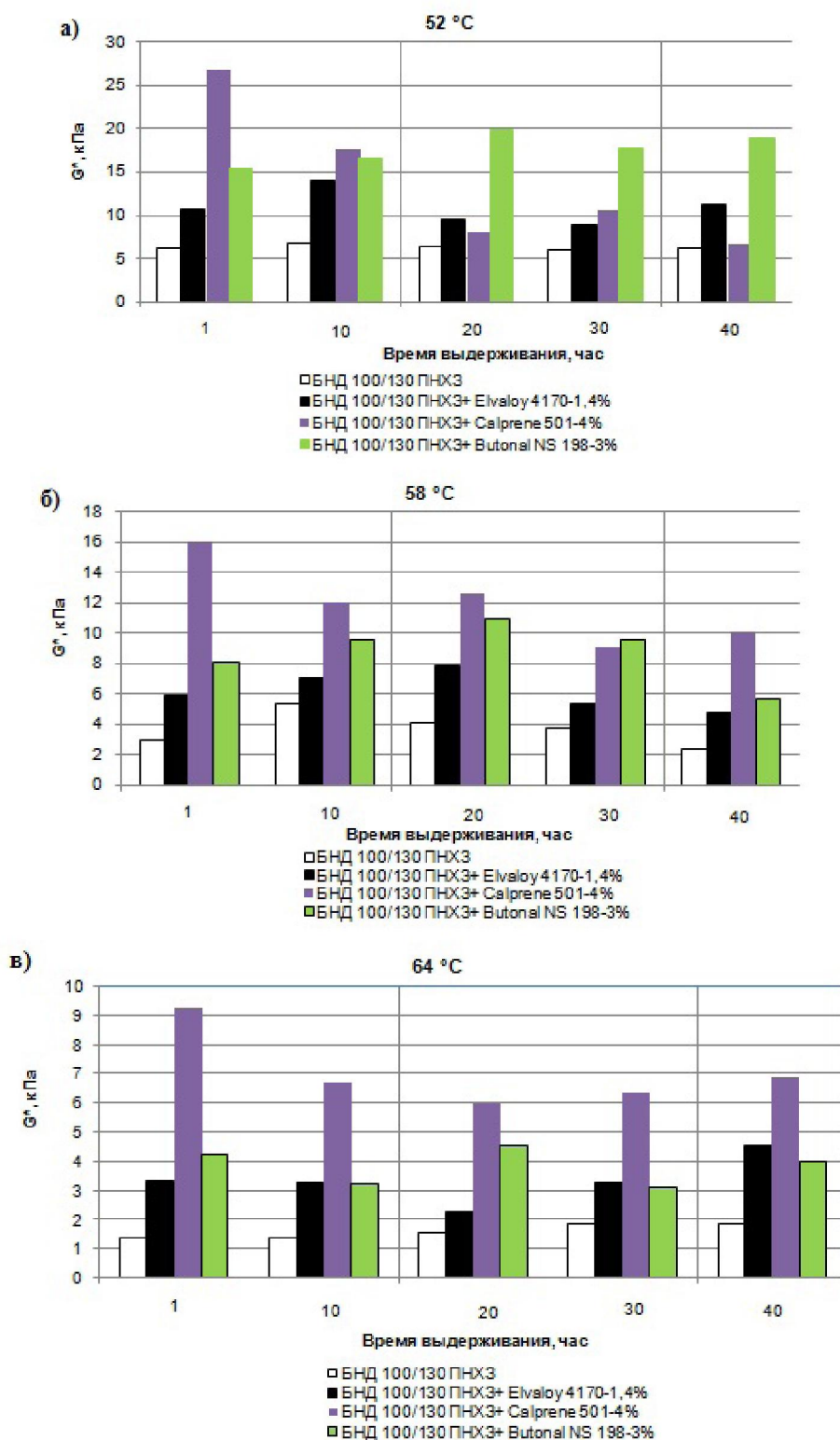


Рисунок 8 – Комплексный модуль сдвига битумных вяжущих при разных температурах и продолжительностях термостатирования

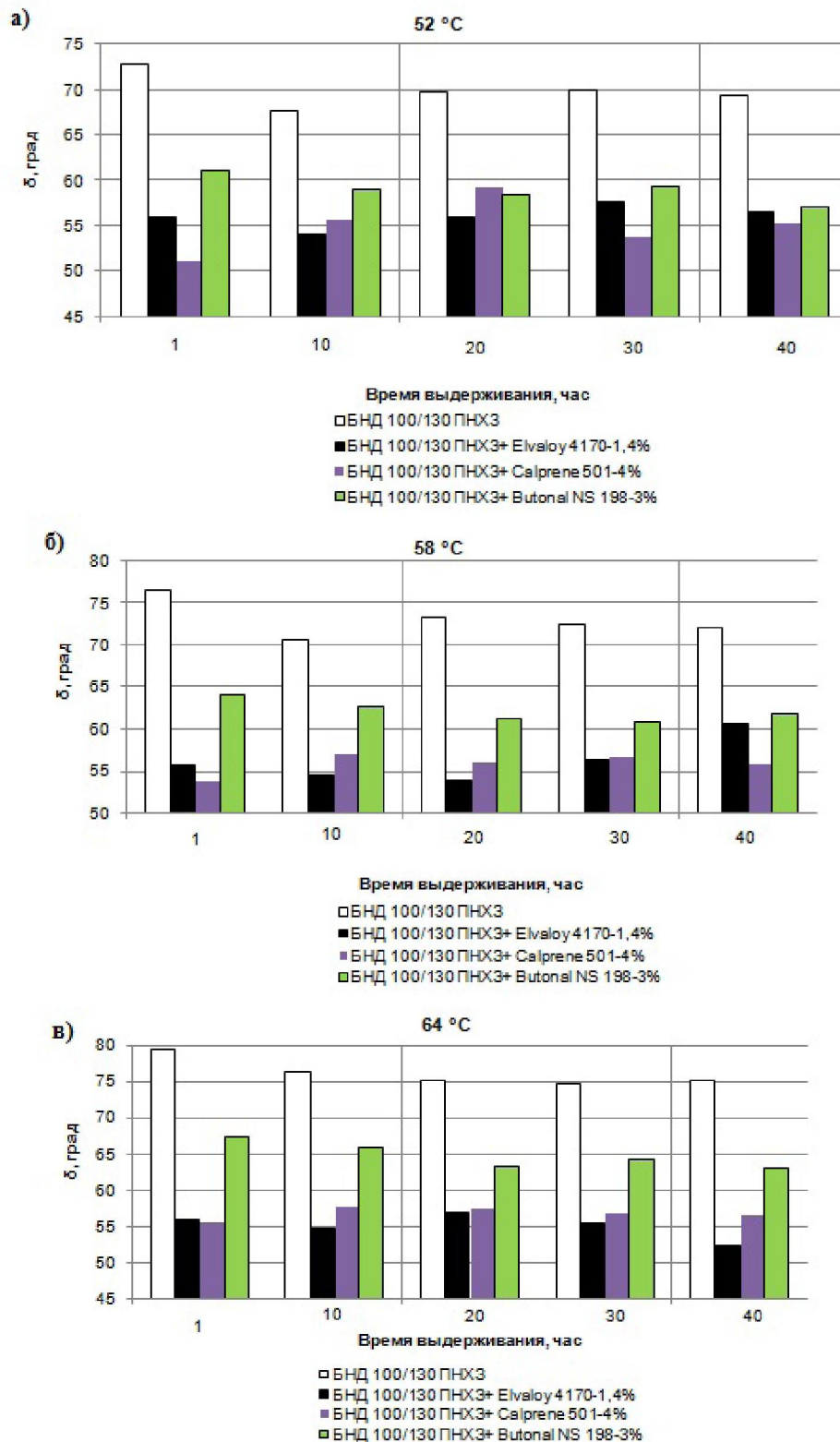


Рисунок 9 – Фазовый угол битумных вяжущих при разных температурах и продолжительностях термостатирования

Напомним, что чем больше значение  $G^*$ , тем жесткость вяжущего выше и чем меньше значение  $\delta$ , тем оно обладает большей способностью деформироваться упруго. Из этих рисунков видно, что:

– добавка полимеров существенно повышает жесткость и уменьшает фазовый угол вяжущих. При этом наиболее эффективным оказался полимер Calprene 501;

– при всех температурах длительность термостатирования практически не оказывает влияние на фазовый угол битумных вяжущих;

– влияние длительности термостатирования при всех температурах оказалось ощутимым для всех трех полимербитумов. С учетом разброса результатов испытаний можно сделать предварительную рекомендацию о принятии равной 30-40 часам длительности термостатирования при всех температурах испытания битумных вяжущих, так как при этой продолжительности термостатирования битумные вяжущие в большинстве случаев показали наименьшую жесткость.

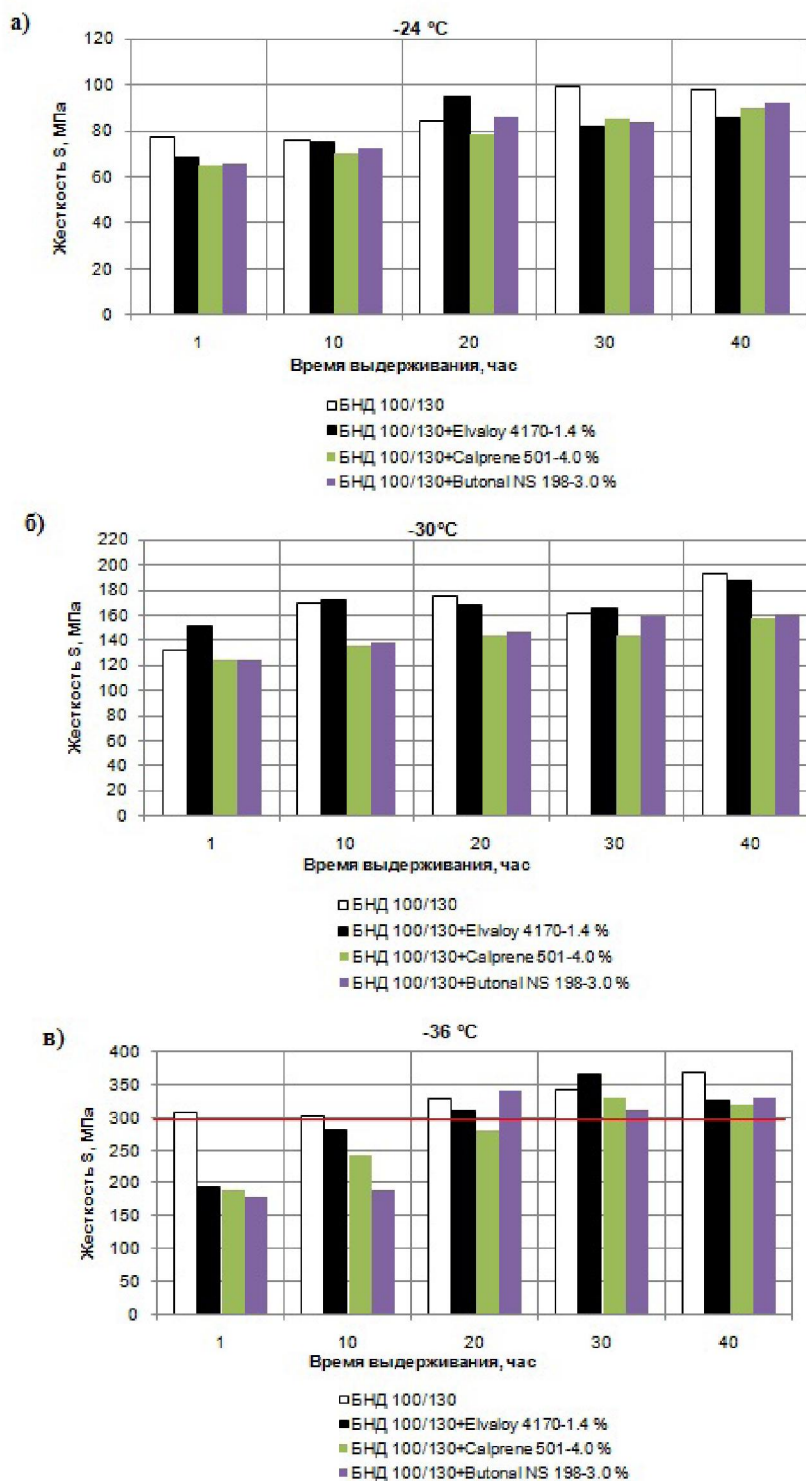


Рисунок 10 – Жесткость битумных вяжущих при разных температурах и продолжительностях термостатирования



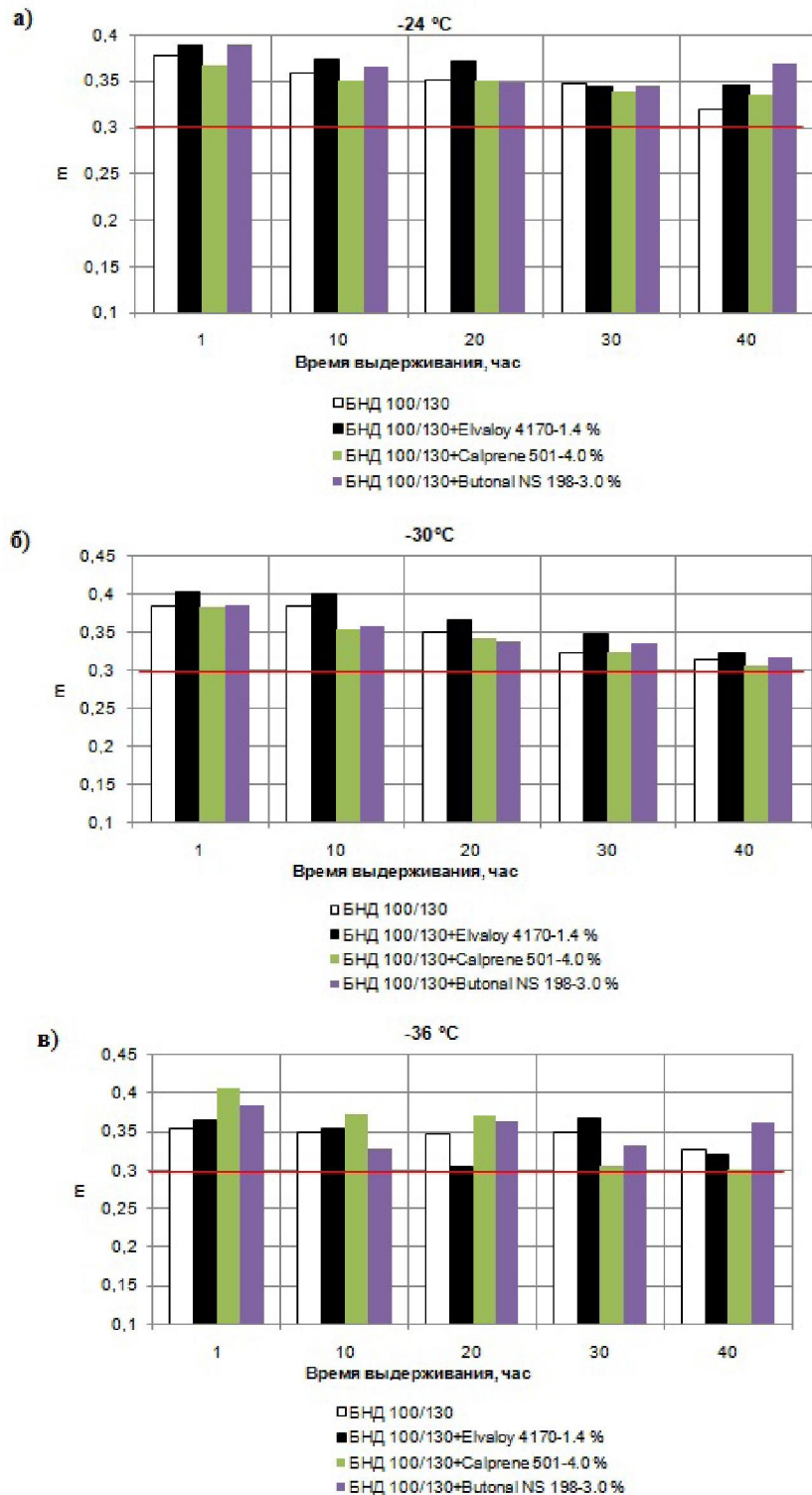


Рисунок 11 – Скорость релаксации битумных вяжущих при разных температурах и продолжительностях термостатирования

Гистограмма значений жесткости  $S$  и скорости релаксации  $m$  битумных вяжущих, полученных по результатам их испытания на приборе ВВР, представлены на рисунках 10 и 11. Как видно, с понижением температуры и увеличением продолжительности термостатирования жесткость вяжущих повышается. Эффект повышения жесткости проявляется сильнее и особенно при наиболее низких температурах термостатирования. Так, например, все три полимербитума при темпера-

туре  $-36\text{ }^{\circ}\text{C}$  при продолжительности термостатирования 1 час имели жесткость около 180–190 МПа, а при продолжительности 20 часов практически все они (с учетом разброса экспериментальных данных) показали значения, превышающие допустимую по методике Superpave величину ( $S = 300\text{ МПа}$ ) [1, 9]. Отчетливо видно, что добавка полимера существенно уменьшает жесткость вяжущих при продолжительностях термостатирования до 10 часов. С повышением длительности термостатирования положительный эффект модификации полимером исчезает.

Как следовало ожидать, с понижением температуры и увеличением продолжительности термостатирования скорость релаксации вяжущих монотонно уменьшается. Но даже при самой низкой температуре ( $-36\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) и максимальной продолжительности термостатирования (40 часов) ни у одного вяжущего скорость релаксации не достигла минимально допустимой величины, равной 0,3 [1, 9]. Также следует подчеркнуть, что эффект модификации битума полимером практически не обнаружен в скорости релаксации при всех температурах и продолжительностях термостатирования.

**Заключение.** Результаты экспериментальной оценки влияния температуры и длительности термостатирования на высоко- и низкотемпературные реологические характеристики битумных вяжущих показали, что:

1. Обнаружено ощутимое влияние длительности термостатирования при высоких температурах на комплексный модуль сдвига вяжущих, тогда как их фазовый угол не зависит от указанного фактора. Добавка полимеров существенно повышает комплексный модуль сдвига и уменьшает фазовый угол.

2. При отрицательных температурах с понижением температуры и увеличением продолжительности термостатирования жесткость вяжущих повышается. Модификация полимером существенно уменьшает жесткость вяжущих только при продолжительности термостатирования до 10 часов, а при более продолжительном термостатировании эффект полимерной модификации исчезает. Эффект полимерной модификации вяжущих также не проявлен в скорости релаксации при всех температурах и продолжительностях термостатирования.

3. Установленный в работе сложный характер влияния модификации полимером, температуры и продолжительности термостатирования на реологические характеристики битумных вяжущих требует проведения дальнейших исследований по выбранному направлению в тесной увязке с климатическими условиями регионов республики.

*Работа выполнена по договору № 36 от 21 июля 2016 года «Совершенствование нормативно-технической базы автодорожной отрасли» с Комитетом автомобильных дорог Министерства по инвестициям и развитию Республики Казахстан.*

#### ЛИТЕРАТУРА

- [1] Performance Graded Asphalt Binder Specification and Testing. Superpave. – Asphalt Institute, 1999. – Series № 1.
- [2] AASHTO Designation: T 315-08 Standard Method of Test for. Determining the Rheological Properties of Asphalt Binder Using a Dynamic Shear Rheometer (DSR). 2008.
- [3] Teltayev B., Kaganovich E. Bitumen and asphalt concrete requirements improvement for the climatic conditions of the Republic of Kazakhstan /Proceedings of the XXIVth World Road Congress. – Mexico, 2011.
- [4] ASTM D 2872-08. Standard Test Method for Effect of Heat and Air on a Moving Film of Asphalt (Rolling Thin-Film Oven Test). – 2008.
- [5] ASTM D 6648-08. Standard Test Method for. Determining the Flexural Creep Stiffness of Asphalt Binder. Using the Bending Beam Rheometer (BBR). – 2008.
- [6] ASTM D 6521-08. Standard Practice for Accelerated Aging of Asphalt Binder Using a Pressurized Aging Vessel (PAV). – 2008.
- [7] СТ РК 1373-2013 Битумы нефтяные дорожные вязкие. Технические условия. – Астана, 2013.
- [8] СТ РК 2534-2014 Битум и битумные вяжущие. Битумы нефтяные модифицированные, дорожные. Технические условия. Астана, 2014.
- [9] Радовский Б.С., Телтаев Б.Б. Вязкоупругие характеристики битума и их оценка по стандартным показателям. – Алматы: «Білім» баспасы, 2013. – 152 с.

#### REFERENCES

- [1] Performance Graded Asphalt Binder Specification and Testing. Superpave Asphalt Institute, 1999. Series № 1. (in Eng.).
- [2] AASHTO Designation: T 315-08 Standard Method of Test for. Determining the Rheological Properties of Asphalt Binder Using a Dynamic Shear Rheometer (DSR). 2008. (in Eng.).

- [3] Teltayev B., Kaganovich E. Bitumen and asphalt concrete requirements improvement for the climatic conditions of the Republic of Kazakhstan /Proceedings of the XXIVth World Road Congress. Mexico, 2011. (in Eng.).
- [4] ASTM D 2872-08. Standard Test Method for Effect of Heat and Air on a Moving Film of Asphalt (Rolling Thin-Film Oven Test) 2008. (in Eng.).
- [5] ASTM D 6648-08. Standard Test Method for. Determining the Flexural Creep Stiffness of Asphalt Binder. Using the Bending Beam Rheometer (BBR) 2008. (in Eng.).
- [6] ASTM D 6521-08. Standard Practice for Accelerated Aging of Asphalt Binder Using a Pressurized Aging Vessel (PAV) 2008. (in Eng.).
- [7] ST RK 1373-2013. Bitumens and bitumen binders. Oil road viscous bitumens. Technical specifications. Astana, 2013. (in Russ.).
- [8] ST PK 2534-2014 Bitumen and bitumen binders. Oil road modified bitumens. Technical specifications. Astana, 2014. (in Russ.).
- [9] Radovskiy B., Teltayev B. Visco-elastic properties of asphalts based on penetration and softening point. Almaty: Publisher «Bilim», 2013. 152 p. (in Russ.).

**Б. Б. Телтаев, Е. Д. Амирбаев**

Қазақстан жол ғылыми-зерттеу институты, Алматы, Қазақстан

### **ТҮРЛІ ТЕРМОСТАТТАУ ҰЗАҚТЫҚТАРЫНДА БИТУМ ТҮТҚЫРҒЫШТАРДЫҢ РЕОЛОГИЯЛЫҚ СИПАТТАРЫН БАҒАЛАУ**

**Аннотация.** Жұмыс барысында динамикалық ығысу реометрі (DSR) мен иілетін балкалы реометрді (BBR) қолдана отырып, таза битум мен полимербитумдардың реологиялық сипаттары (комплекттік ығысу модулі, фазалық бұрыш, қаттылық, релаксация жылдамдығы) зерттелді. БНД 100/130 маркалы таза битум Павлодар мұнай-химиялық зауытында өндірілді, ал полимербитумдар таза битумға зертхана жағдайында Elvaloy 4170 (битум массасынан 1,4 %), Butonal NS 198 (3,0 %) және Calprene 501 (4,0 %) полимерлерін қосу арқылы дайындалды. Тұтқырғыштар зерттеудің алдында сынау температураларында 10, 20, 30 және 40 сағат термостатталды. Жоғары температураларда (52, 58, 64 °C) полимер қоспалары комплекттік ығысу модулін айтарлықтай арттырып, тұтқырғыштардың фазалық бұрышын азайтатыны анықталды. Олардың ішінде Calprene 501 полимері мейлінше жоғары нәтиже көрсетті. Сынаудың барлық температураларында термостаттаудың ұзақтығы битум тұтқырғыштарының фазалық бұрыштарына іс жүзінде әсер етпейді. Төменгі температураларда (-24, -30, -36 °C) температураның төмендеуі мен термостаттау ұзақтығының артуымен тұтқырғыштардың қаттылығы артады. Термостаттау ұзақтығы 10 сағатқа дейін болған жағдайда, полимер қоспасы тұтқырғыштардың қаттылығын төмендетеді, ал ұзағырақ термостаттауда полимермен модификациялау әсері жоғалады. Сондай-ақ, тұтқырғыштың полимермен модификациялау әсері сынаудың барлық температураларында және термостаттаудың ұзықтықтарында релаксация жылдамдығында байқалмайды.

**Түйін сөздер:** битум, полимерлер, термостаттау, динамикалық ығысу реометрі, иілетін балкалы рео-метр, комплекттік ығысу модулі, фазалық бұрыш, қаттылық, релаксация жылдамдығы.

#### **Сведения об авторах:**

Телтаев Багдат Бурханбайұлы – доктор технических наук, профессор, президент АО «Казахстанский дорожный научно-исследовательский институт», e-mail: bagdatbt@yahoo.com

Амирбаев Ерик Диханбаевич – начальник отдела дорожно-строительных материалов АО «Казахстанский дорожный научно-исследовательский институт», e-mail: erik\_neo@mail.ru