

**AND 535 Instrucțiuni tehnice pentru
determinarea stabilității în strat subțire a bitumului pentru drumuri
Încercarea TFOT**

1. Generalități

1.1. Obiect

1.1.1. Prezentul standard se referă la determinarea stabilității la încălzire în strat subțire a bitumului și a bitumului modificat pentru drumuri.

1.1.2. Metoda constă în încălzirea probei de bitum, respectiv bitum modificat, la o anumită temperatură un timp determinat, urmata de stabilirea pierderii de masă, a scăderii penetrației la 25⁰C, a creșterii punctului de înmuiere și a scăderii ductilității la 25⁰C, față de bitumul inițial.

1.1.3. Metoda se aplică asupra biturilor și biturilor modificate folosite la prepararea mixturilor asfaltice, destinate executării straturilor bituminoase rutiere.

1.2. Definiții

1.2.1. În înțelesul prezentului Standard stabilitatea la încălzire în strat subțire a bitumului, respectiv a bitumului modificat reprezintă rezistența la îmbătrânire a bitumului sub efectul căldurii și aerului, în timpul procesului de preparare a mixturii asfaltice la cald, în instalația de fabricare a acesteia.

1.2.2. Rezistența la îmbătrânire a bitumului, respectiv a bitumului modificat pusă în evidență prin transformările ce se produc în bitumul supus acestei încălziri, se stabilește prin determinarea caracteristicilor fizice ale acestuia, înainte și după încercare.

1.2.3. Bitumul pentru drumuri este bitumul neparafinos provenit din țițeiuri neparafinoase selecționate, folosit la execuția straturilor bituminoase, conform prescripțiilor tehnice în vigoare.

1.2.4. Bitumul modificat este liantul obținut prin tratarea bitumului pentru drumuri cu anumite tipuri de polimeri, în instalații speciale, la temperaturi de 160 – 180⁰C, cu caracteristici fizico-chimice specifice. Bitumul modificat este folosit la execuția îmbrăcăminților bituminoase, conform prescripțiilor tehnice în vigoare.

1.2.5. În înțelesul prezentului Standard, bitumul și bitumul modificat sunt denumite pe scurt bitum.

1.3. Referințe

STAS 41-78 Prelevarea probelor de bitum.

STAS 42-68 Bitumuri. Determinarea penetrației.

STAS 60-69 Bitumuri. Determinarea punctului de înmuiere. Metoda cu Inel și Bilă.

STAS 61-88 Bitumuri. Determinarea ductilității.

ASTM D 1754-87 Standard Test Method for Effect of Heat and Air on Asphaltic Materials (Thin Film Oven Test).

2. Principiul metodei

2.1. Supunerea unui strat subțire de bitum, de cca. 3,2 mm, la încălzire la temperatura de 163⁰C, timp de 5 ore, în etuva specială cu disc orizontal care se rotește cu viteza de rotație de 5,5 ± 1 rot./min.

2.2. Determinarea caracteristicilor bitumului, înainte și după efectuarea încercării pentru a stabili:

- pierderea de masă;

- penetrația reziduală la 25 °C ;
- creșterea punctului de înmuiere Inel și Bilă ;
- ductilitatea la 25 °C.

3. Aparatură

3.1. Etuvă tip ASTM D 1754-87 și specificație E 145, tip IB (gravitație-convecție), pentru temperaturi de funcționare până la 180 °C, constituită în principal din:

3.1.1. Cuptor din oțel inoxidabil rectangular cu dimensiunile min. 330 x 330 x 330 mm, cu orificii de intrare a aerului și de ieșire a aerului încălzit și a vaporilor, cu ușa etanșă, rabatabilă și cu fereastra alcătuită din două folii de sticlă separate de un spațiu de aer; prin fereastră se poate citi, fără a deschide ușa, termometrul din interiorul etuvei.

3.1.2. Disc rotativ metalic, cu orificii, cu diametrul de 310 mm, așezat în centrul etuvei suspendat de un ax vertical; discul se rotește în plan orizontal cu viteza de $5,5 \pm 1$ rot./min. Înclinarea maximă în timpul rotației nu trebuie să fie mai mare de 3 grade față de orizontală. Pe disc pot fi așezate 3 capsule de bitum.

3.1.3. Panoul de control al temperaturii, compus din termoregulator (20-200 °C \pm 1°C) de tip digital și selector pentru sistemul de încălzire, cu trepte de încălzire.

3.1.4. Termometru ASTM E1 pentru termometre 13 °C, pentru domeniu de temperaturi 155°C...170°C, cu diviziuni de 0,5 °C. Termometrul este montat în interiorul etuvei, fiind susținut de tija discului rotativ, în poziție verticală la un punct echidistant între centrul și marginea superioară a discului. Partea inferioară a termometrului va fi la 6,4 mm deasupra părții superioare a discului rotativ.

3.1.5. Capsule din aluminiu sau oțel inoxidabil, cu fund plat cu diametru interior de 140 mm \pm 1 mm. Grosimea peretelui capsulei va fi de 0,76 mm \pm 1 mm pentru capsula de aluminiu, și de 0,64 mm \pm 1 mm pentru capsula din oțel inoxidabil.

3.2. Balanță de laborator cu precizia de cântărire de 0,001 g.

3.3. Exicator cu capac, cu diametru de min. 400 mm.

3.4. Penetrometru, conform STAS 42-68.

3.5. Aparat Inel și Bilă, conform STAS 60-69.

3.6. Ductilometru, conform STAS 61-88.

3.7. Sită cu țesătură de sârmă 071, STAS 1077-67.

4. Pregătirea determinării

4.1. Pregătirea probelor de bitum

4.1.1. Proba de bitum prelevată conform STAS 41-78 se deshidratează prin încălzire pe baie de nisip, la temperatura indicată în tabelul 1.

Tabelul 1

Nr. crt.	Punct de înmuiere (metoda Inel și Bilă STAS 60-69)	Temperatura de încălzire
	⁰ C ⁰ C	
1	sub 50 105 – 110	

- | | | |
|---|----------|--|
| 2 | 50 – 60 | 110 – 120 |
| 3 | peste 60 | cu 80 – 100 °C peste punctul de înmuiere, fără a depăși 180 °C |

În timpul încălzirii, proba se amestecă cu o baghetă având grijă să nu se formeze bule de aer. După deshidratare, proba se filtrează prin sită cu o țesătură de sârmă 071 STAS 1077-67. Proba nu se încălzește decât o singură dată.

4.1.2. Din proba astfel pregătită, se toarnă bitumul în capsule și tipare specifice pentru efectuarea următoarelor determinări:

- penetrația la 25 °C, conform STAS 42;
- punctul de înmuiere IB, conform STAS 60;
- ductilitatea la 25 °C, conform STAS 61;
- pierderea de masă, conform pct. 4.1.3.

4.1.3. Pentru determinarea stabilității la încălzire a bitumului, capsulele pentru probe, curate și uscate, se aduc la masa constantă și se cântăresc cu o precizie de 0,001 g. Pentru o determinare se pregătesc 3 capsule. Întrucât capsulele au tendința de a se deforma în timp, este necesară verificarea lor prealabilă pentru eliminarea celor deformatate.

4.1.4. Se toarnă în cele 3 capsule câte $50 \pm 0,5$ g bitum pregătit conform pct. 4.1.1; prin înclinarea capsulelor în toate direcțiile, bitumul se întinde într-un strat subțire (cca. 3,2 mm). După răcire în exicator până la temperatura camerei, capsulele cu bitum se cântăresc cu o precizie de 0,001 g.

4.2. Pregătirea etuvei

4.2.1. Se calează etuva astfel încât discul să se rotească în plan orizontal. Se fixează termoregulatorul la 163 °C și se așteaptă încălzirea etuvei la temperatura de 163°C.

4.2.2. Se verifică timp de min. 1/2 oră menținerea temperaturii constante de $163^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$, în. etuvă, prin citirea termometrului din interiorul etuvei. Citirea temperaturii se face din exteriorul etuvei, fără deschiderea ușii de acces a acesteia.

5. Mod de lucru

5.1. În etuva încălzită la temperatura de $163^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$, se pun repede capsulele cu bitum pe discul rotativ și se închide ușa etuvei. Nu se admite încercarea în același timp a unor bitumuri de calități sau proveniențe diferite. Se urmărește temperatura de lucru astfel încât timpul maxim în care trebuie obținută din nou temperatura de $163^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$, să fie de 1/4 oră de la introducerea capsulelor în etuvă. În cazul în care nu se respectă această condiție, determinarea se va efectua pe alte probe de bitum cu respectarea acestor condiții.

5.2. Se menține temperatura constantă de $163^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ și stabilirea temperaturii de încercare timp de 5 ore după introducerea capsulelor în etuvă. În nici un caz timpul total de menținere a probelor în etuvă nu trebuie să fie mai mare de 5 1/4 ore.

5.3. Apoi, se scot capsulele cu bitum din etuvă și se introduc în exicator pentru răcirea lor la temperatura camerei.'

5.4. Pentru determinarea pierderii de masă, capsulele cu bitum după răcire, se cântăresc cu o precizie de 0,001 g.

5.5. Pentru determinarea caracteristicilor bitumului după încercarea de stabilitate la încălzire, se introduc capsulele cu bitum în etuva încălzită la 163 °C, se așează pe discul rotativ, se închide etuva și se rotește discul timp de 15 min. Apoi se transferă bitumul din fiecare capsulă într-un ibric de 250

ml, astfel încât pierderile de bitum să fie minime. Ibricul se așează pe baia de nisip pentru ca bitumul să se mențină în stare fluidă și se amestecă bine, cu o baghetă., pentru asigurarea omogenității probei.

5.6. Bitumul astfel omogenizat este folosit pentru efectuarea determinărilor de penetrație, punct de înmuiere și ductilitate conform standardelor de metodă corespunzătoare, cu următoarele precizări:

- determinările se pot efectua în decurs de 72 h;

- bitumul va fi încălzit o singură dată, întrucât repetarea încălzirii lui are influență asupra rezultatelor determinărilor.

6. Prelucrarea rezultatelor

6.1. Pierderea de masă se exprimă în procente de masă cu două zecimale și se calculează cu formula:

$$\text{Pierderea de masă (Pm)} = m - m_1/m \times 100, \quad (\%)$$

în care:

m – masa probei de bitum înainte de încălzirea în etuvă, în grame;

m_1 – masa probei de bitum după încălzirea în etuvă, în grame.

Ca rezultat al unei determinări se ia media aritmetică a celor trei valori obținute, care trebuie să nu difere între ele cu mai mult de 0,1 % în valoare absolută.

6.2. Penetrația reziduală se exprimă în procente din penetrația inițială și se calculează cu formula:

$$\text{Penetrația reziduală (Pen}_1\text{)} = \text{Pen}_{\text{finală}}/\text{Pen}_{\text{inițială}} \times 100 \quad (\%)$$

în care:

$\text{Pen}_{\text{inițială}}$ – penetrația la 25 °C a bitumului înainte de încălzirea în etuvă, în 1/10 mm;

$\text{Pen}_{\text{finală}}$ – penetrația la 25 °C a bitumului după încălzirea în etuvă, în 1/10 mm.

6.3. Creșterea punctului de înmuiere IB se exprimă în grade Celsius și se calculează cu formula:

$$\text{Creșterea punctului de înmuiere} = \text{IB}_{\text{final}} - \text{IB}_{\text{inițial}}, \text{ în grade Celsius}$$

în care:

$\text{IB}_{\text{inițial}}$ – punctul de înmuiere al bitumului înainte de încălzirea în etuvă, în grade Celsius;

IB_{final} - punctul de înmuiere al bitumului după încălzirea în etuvă, în grade Celsius.

6.4. Ductilitatea se exprimă în centimetri și reprezintă ductilitatea la 25 °C a bitumului supus încălzirii în etuvă.

7. Precizia rezultatelor

7.1. Repetabilitatea

Diferența între rezultatele încercărilor succesive obținute de același operator cu același aparat în condiții de determinare identice pe aceeași probă de bitum, nu trebuie să depășească valorile din tabelul 2.

7.2. Reproducibilitatea

Diferența între două rezultate unice și independente obținute de operatori diferiți care lucrează în laboratoare diferite, pe aceeași probă de bitum, nu trebuie să depășească valorile din tabelul 2.

Tabelul 2

Nr. crt.	Caracteristici Diferențe admise		Reproducibilitatea
	Repetabilitatea		
1	Pierderea de masă, %		
	- până la 0,5	0,05 % în valoare absolută	0,10 % în valoare absolută
	- până la 1,0	0,10 % în valoare absolută	0,20 % în valoare absolută
2	Penetrația, 1/10 mm		
	< 50	1 4	
	≥ 50	3 % din valoarea medie	8 % din valoarea medie
3	Punctul de înmuiere IB, °C		
	≤ 80	1 °C 2 °C	
	> 80	2 °C 4 °C	
4	Ductilitatea, cm		
	< 100	10 % din valoarea medie	15 % din valoarea medie
	≥ 100	5 % din valoarea medie	10 % din valoarea medie