

УДК 625.752:001.8

## ОБ ОРГАНИЗАЦИИ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОГО СЕКТОРА ПРИ РАБОТЕ ПО МЕТОДОЛОГИИ SUPERPAVE

*А.М. Исаков, Д.Ю. Небрatenко*

Рассмотрены основные вопросы оснащения действующего нефтеперерабатывающего комплекса по производству битумных и полимерно-битумных вяжущих ультрасовременным исследовательским оборудованием, соответствующим методологии Performance grade (PG) Superpave. Приведен полный перечень приборов и аппаратов с данными компаний-производителей.

*Ключевые слова:* методология Superpave; научно-исследовательский сектор производственного предприятия; полимерно-битумные вяжущие; оценка производительности (PG).

---

## SUPERPAVE МЕТОДОЛОГИЯСЫ МЕНЕН ИШТӨӨДӨ ИЛИМ-ИЗИЛДӨӨ СЕКТОРУН УЮШТУРУУ ЖӨНҮНДӨ

*А.М. Исаков, Д.Ю. Небрatenко*

Бул макалада битум жана полимер-битум бириктиргичтерин өндүрүү боюнча мунайды кайра иштетүүчү комплексти Performance grade (PG) Superpave методологиясына шайкеш келген ультра-заманбап изилдөөчү жабдуулар менен жабдуунун негизги маселелери каралды. Аталган өндүрүүчү компаниялардын приборлорунун жана аппараттарынын толук тизмеси берилди.

*Түйүндүү сөздөр:* Superpave методологиясы; өндүрүш ишканасынын илим-изилдөө сектору; полимер-битум бириктиргичтери; өндүрүмдүүлүктү баалоо (PG).

---

## ON THE ORGANIZATION OF THE RESEARCH SECTOR WHEN WORKING ON THE SUPERPAVE METHODOLOGY

*A.M. Isakov, D.Yu. Nebratenko*

The article considers the main issues of equipping the existing oil refining complex for the production of bitumen and polymer-bitumen binders with state-of-the-art research equipment that complies with the performance grade (PG) Superpave methodology. A complete list of instruments and devices with data of manufacturing companies.

*Keywords:* Superpave methodology; scientific and research sector of a manufacturing enterprise; polymer-bitumen binders; performance grade (PG).

ООО «БИТУМ» было образовано в 1991 г. как производитель битумов нефтяных дорожных вяжущих по ГОСТ 22245–90. К 2016 г. производство включало в себя две окислительных установки маточного типа по выпуску нефтяных битумов суммарной мощностью до 100 тыс. тонн в год, резервуарный парк хранения на 40 000 тонн вяжущих на площади 15 га с сооружениями, оснащенными необходимыми производственными коммуникациями и аттестованной производственной лабораторией [1].

К тому моменту руководством российской дорожной отрасли было принято решение о разработке и введении в действие предварительных национальных стандартов – ПНСТ (предварительно на

трехлетний период), регламентирующих передовые, современные методы испытаний и классификацию битумных вяжущих.

В основе данных стандартов для производителей битума лежат новые, применительно к дорожной отрасли подходы и методы лабораторных испытаний, а также принципиально иные методы оценки характеристик битумных и полимерно-битумных вяжущих. Эти методы продолжают активно использоваться для оценки физико-механических и реологических свойств полимерных, многокомпонентных композиционных материалов, какими фактически и являются битумные вяжущие, соответствующие методологии Performance grade (PG) Superpave.

Руководством финансовой группы «Дога», в состав которой входят такие крупные промышленные предприятия Башкирии как ООО «БИТУМ» и ООО «Салаватметалл», было принято решение о создании научно-исследовательского сектора аттестованной производственной лаборатории для разработки составов вяжущих в соответствии с возрастающими эксплуатационными требованиями по проектированию составов асфальтобетонных смесей под конкретные эксплуатационные и климатические показатели.

В ООО «БИТУМ» была разработана и принята к реализации «Стратегия технического перевооружения производственных мощностей и лабораторно-аналитического оборудования», с целью разработки и внедрения в производство широкого ассортимента битумных вяжущих, соответствующих передовым требованиям предварительных национальных стандартов по методологии PG Superpave.

Был проведен анализ действующей нормативно-технической документации: ГОСТ Р 58400.3–2019 (ПНСТ–86) «Дороги автомобильные общего пользования. Материалы вяжущие нефтяные битумные. Порядок определения марки» [2]; ГОСТ Р 58400.2–2019 (ПНСТ–82) «Дороги автомобильные общего пользования. Материалы вяжущие нефтяные битумные. Технические условия с учетом уровней эксплуатационных транспортных нагрузок» [3] и ГОСТ Р 58400.1–2019 (ПНСТ–85) «Дороги автомобильные общего пользования. Материалы вяжущие нефтяные битумные. Технические условия с учетом температурного диапазона эксплуатации» [4].

В указанной методологии предусматривается применение следующих аппаратурных методов испытаний физико-химических и реологических свойств вяжущих материалов:

ГОСТ Р 58400.10–2019 (ПНСТ–87) «Дороги автомобильные общего пользования. Материалы вяжущие нефтяные битумные. Метод определения свойств с использованием динамического сдвигового реометра (DSR)» [5];

ГОСТ Р 58400.8–2019 (ПНСТ–79) «Дороги автомобильные общего пользования. Материалы вяжущие нефтяные битумные. Метод определения жесткости и ползучести битума при отрицательных температурах с помощью реометра, изгибающего балочку (BBR)» [6];

ГОСТ 33140–2014 «Дороги автомобильные общего пользования. Битумы нефтяные дорожные вязкие. Метод определения старения под воздействием высокой температуры и воздуха (метод RTFOT)» [7];

ГОСТ Р 58400.5–2019 (ПНСТ–84) «Дороги автомобильные общего пользования. Материалы вяжущие нефтяные битумные. Метод старения под действием давления и температуры (PAV)» [8];

ГОСТ 33137–2014 «Дороги автомобильные общего пользования. Битумы нефтяные дорожные вязкие. Метод определения динамической вязкости ротационным вискозиметром» [9].

Следует отметить, что необходимого оборудования в Российской Федерации на момент постановки задачи, не производилось. Отсутствовала и местная сборка аппаратуры из привозных фирменных комплектов частей оборудования. Даже полимерная отрасль, многие годы успешно эксплуатирующая указанные выше типы приборов, была вынуждена производить обслуживание и ремонт аппаратов собственными силами – гарантийных служб в России от зарубежных производителей оборудования практически нет.

Поэтому вопрос выбора исследовательского оборудования стоял крайне остро. Был сформирован перечень требований к приборному парку и его поставщикам:

- 1) высокий статус, надежность производителя измерительной аппаратуры;

- 2) наличие сервисной службы на территории РФ;
- 3) наличие обучающего курса пользователей приборов;
- 4) дистанционная поддержка и обучение персонала лаборатории;
- 5) общая стоимость оборудования, его доставки, монтажа, подключения, аккредитации и пост-продажного обслуживания в РФ.

После получения развернутых коммерческих предложений и проведения внутреннего аудита со-ответствия (силами группы сотрудников лаборатории во главе с заместителем технического директора по новым технологиям) на основании тендера были определены к поставке необходимые аппараты по каждому из перечисленных методов исследований (таблица 1). Учитывая тот факт, что приборы BBR – очень тонкое и чувствительное оборудование, требующее периодической калибровки, было принято решение приобрести два аналогичных прибора. В таблице 1 показан внешний вид и приведено краткое описание оборудования.

Кроме того, для осуществления подготовки и проведения испытания образцов был еще отобран ряд не менее важных приборов и аппаратов.

**Лабораторные смесители-диспергаторы с большим усилием сдвига компании Silverson**, предназначенные для приготовления смесей веществ с одинаковой или с разной вязкостью, гомогенизации и эмульгирования, приготовления гелей и растворения (без образования сгустков), уменьшения размера растворимых частиц, механического разрушения материалов [13].

Смесители Silverson обладают большим усилием сдвига, что позволяет производить качественное смешение и устраняет типичные проблемы в традиционной технологии смешения: трудностей смачивания, образования комков и сгустков, налипания на стенки емкостей, сложностей эмульгирования и суспендирования и др.

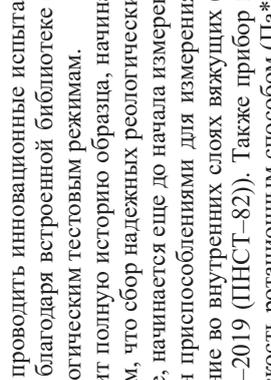
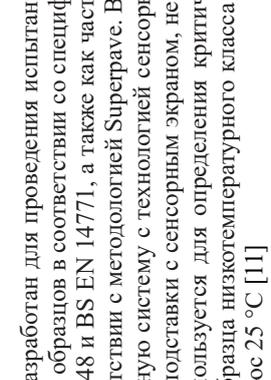
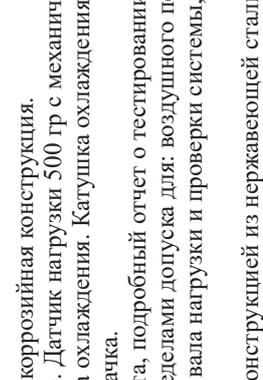
**Хроматограф «Градиент-М»** [14] предназначен для количественного определения группового компонентного состава тяжелых нефтяных фракций – мазутов, гудронов, крекинг остатков, окисленных и природных битумов. Исследуемые продукты разделяются на семь групп: парафино-нафтенны; моно-, би- и полиароматика; спирто-бензолные смолы; петролейно-бензолные смолы; асфальтены. Время выполнения анализа составляет 5–6 часов в зависимости от исследуемого образца. Количество продукта, требуемое для одного анализа, не превышает 2 мг. Получаемые результаты позволяют подбирать режимы работы технологических установок, прогнозировать эксплуатационные свойства битумов, котельных топлив и др. тяжелых нефтепродуктов.

**Анализатор IATROSCAN MK-6S методом тонкослойной хроматографии (TLC) и пламенной ионизации (FID)(Германия)** [15] предназначен для измерения содержания компонентов в различных веществах методом тонкослойной хроматографии, в соответствии с аттестованными и стандартизованными методами IP 469/1, основанными на методе SARA. Принцип действия анализаторов основан на методе тонкослойной хроматографии (TLC) и пламенной ионизации (FID) в пламени водорода. Анализатор представляет собой стационарную автоматизированную систему, обеспечивающую определение состава пробы, обработку и регистрацию полученной информации. В блок детектирования анализатора IATROSCAN встроен пламенно-ионизационный детектор (FID).

Образец, нанесенный тонким слоем на специально предназначенный для анализатора кварцевый стержень, покрытый силикагелем (CHROMAROD), вначале разделяется с помощью проявления растворителем для каждой фракции. Стержень с пробой устанавливается в систему подачи, которая с заданной скоростью подает его в детектор, который регистрирует сигналы от пространственно разделенных по стержню компонентов пробы. Возможна одновременная установка до 10 стержней в систему подачи, и проведение анализа одновременно 2-х или 3-х проб (по 3 стержня на пробу), что очень удобно для наглядного сравнительно анализа проб.

**Инспекционный микроскоп для изучения микрочастиц в отраженном флуоресцентном и проходящем свете Soptor CX40M** [16] широко используется для решения задач в металлографии, материаловедении и микроэлектронике. Прямой микроскоп имеет разрешение до 0,4 мкм в латеральной

Таблица 1 – Данные по аппаратурному оформлению современной дорожно-строительной лаборатории

№	Изображение	Краткие технические характеристики
		<p><b>Динамический реометр сдвига (DynamicShearRheometer (DSR)) для измерения сдвигового усилия <math>G^*/\sin\delta</math></b></p> <p>Производитель «Malvern Instruments Limited» Модель «Kinexus» KNX2712 произведен в Великобритании. Серийный номер Mal1171179</p>
1		<p>Реометр Kinexus DSR+ позволяет проводить инновационные испытания на основе стандартных рабочих процедур (SOP) благодаря встроенной библиотеке стандартных протоколов испытаний и доступу к реологическим тестовым режимам. Внутренний файл данных содержит полную историю образца, начиная с момента его загрузки в реометр. Это связано с тем, что сбор надежных реологических данных для таких сложных материалов, как вяжущие, начинается еще до начала измерения, например с термостабилизации. Реометр оснащен приспособлениями для измерения усталости или испытания на накопленное напряжение во внутренних слоях вяжущих (multiple stress creep recovery (MSCR) ГОСТ Р 58400.2–2019 (ПНСТ–82)). Также прибор имеет модуль, который определяет динамическую вязкость ротационным способом (Па*с) [10]</p> <p><b>Реометр трехточечного изгиба балочки (Bending Beam Rheometer (BBR)) для изучения низкотемпературного растрескивания</b></p> <p>Производитель «Applied Test Systems» (ATS), модель Bending Beam Rheometer 3 (BBR3) с механической охлаждающей системой. Произведен в США. Серийный номер 17-16343-1</p>
2		<p>Реометр изгиба балочки (BBR3) разработан для проведения испытаний на изгиб асфальтового связующего и аналогичных образцов в соответствии со спецификациями AASHTO T 313, AASHTO TP 87, ASTM D6648 и BS EN 14771, а также как часть спецификации системы классификации PG в соответствии с методологией Superpave. BBR3 – первый BBR, имеющий встроенную компьютерную систему с сенсорным экраном, несущей рамой, внешним холодильным агрегатом. BBR3 состоит из подставки с сенсорным экраном, датчик температуры на 500 г. BBR3 состоит из подставки с сенсорным экраном, несущей рамой, внешним холодильным агрегатом. Используется для определения критической температуры жесткости (S) и ползучести (m) образца низкотемпературного класса PG, температурный диапазон BBR3 от минус 40 до плюс 25 °С [11]</p> <p><b>Реометр трехточечного изгиба балочки (Bending Beam Rheometer (BBR)) для изучения низкотемпературного растрескивания</b></p> <p>Производитель «Applied Test Systems». Модель Bending Beam Rheometer 3 (BBR3) с системой VNC Viewer – возможность удаленного мониторинга с помощью приложения для смартфона. Произведен в США. Серийный номер 17-16448-1</p>
3		<p>Цельная нержавеющая сталь, антикоррозийная конструкция. Самовыравнивающееся основание. Датчик нагрузки 500 гр с механической защитой от перегрузки. Механическая система охлаждения. Катюшка охлаждения находится в испытательной ванне. Не требуется откачка. Программируемые параметры теста, подробный отчет о тестировании, цифровое управление Световые индикаторы за пределами допуска для: воздушного подшипника, LVDT, тензодатчика, RTD, выравнивания вала нагрузки и проверки системы, USB-порт на передней и задней панели</p> <p>Нагрузочная рама со встроенной конструкцией из нержавеющей стали без трения [11]</p>

<p><b>Прибор для старения под давлением при температуре (Pressureagingvessel (PAV)) для моделирования ускоренного процесса старения вяжущего при работе в дорожном покрытии</b></p> <p>Производитель «ATS». Модель Pressureagingvessel (PAV-V3). Произведен в США. Серийный номер 17-16448-2</p>		<p>Сосуд для выдерживания под давлением ATS (PAV3) имитирует окислительное старение асфальтового вяжущего в процессе эксплуатации при воздействии повышенных температур в среде под давлением. Аппарат PAV3 оснащен сенсорным экраном и программным обеспечением, обеспечивающим процесс тестирования. PAV3 соответствует AASHTO R28, ASTM D6521 и EN 14769. ATS также может модернизировать любую предыдущую версию PAV и обновить ее до PAV3. Рабочее давление 2,1 +/- МПа (304 фунтов на квадратный дюйм). Температурный диапазон 80–115 °С. Погрешность контроля температуры 0.1 °С. Вакуумный диапазон 6,6 кПа. Долгосрочное моделирование: 25 часов идентичны 5-ти годам эксплуатации покрытия [11]</p>	
<p>4</p>	<p><b>Вакуумная печь для дегазации с сенсорным экраном (VDO-TOUCH)</b></p> <p>Производитель «Applied Test Systems». Модель VDO-TOUCH-230 Vacuum degassing oven with touch screen. Произведен в США . Серийный номер 17-16448-3</p>		<p>Вакуумная дегазационная печь ATS (VDO Touch) удаляет пузырьки воздуха, образующиеся в процессе окислительного старения асфальтового вяжущего в процессе эксплуатации PAV. Эта улучшенная модель поддерживает те же удобные для пользователя функции, которыми обладал оригинальный ATS VDO, и в то же время включает обновленное программное обеспечение и возможности сенсорного экрана для повышения удобства проведения работ. ATS VDO Touch соответствует стандартам испытаний AASHTO R28, ASTM D6521 и EN 14769. Контроллер сенсорного экрана с пошаговыми инструкциями. Измерение температуры, с точностью +/- 1 °С. Защита от перегрева. USB-порт на передней панели устройства для обновления и загрузки данных. Программируемая температура, время выдержки и время вакуума трения [11]</p>
<p>5</p>	<p><b>Испытательная печь для старения в тонких пленках (Rolling thin film oven (RTFO))</b></p> <p>Производитель «InfraTest Prüftechnik GmbH». Модель 20-25720 GOST Dünfilm-Prüföfen RTFOT. Произведен в Германии. Серийный номер 2023318</p>		<p>Предназначена для испытаний по ГОСТ 33140–2014 с ускоренным старением битума путем определения потери массы под воздействием температуры. В барабане вращаются до 8 образцов битума (помещенные в стеклянные колбы) при температуре 163 град. со скоростью 15 об/мин. При этом на образцы нагнетается воздушный поток 4000 мл/мин. Испытательная печь оснащена групповой состав битума, чем и характеризуется процесс старения. Испытательная печь оснащена дверцей со смотровым окошком, регулятором температуры с возможностью термостатирования, вентилятором и контрольным термометром. Цифровой контроллер для управления температурой и защитой от перегрева. Стабильность температуры 0,5 °С в стационарном состоянии. Принудительная вентиляция в камере трения [12]</p>
<p>6</p>			

плоскости. Латеральное разрешение может быть увеличено до 0,5 мкм при использовании суховоздушных объективов. Светодиодный осветитель цветовой температуры 3200К (теплый свет галогенных ламп) оснащается поляризатором.

В данном случае микроскоп Soptor CX40M был укомплектован:

- объективами с увеличенным рабочим расстоянием 4x, 10x, 20x, 50x и 100x (сухой);
- тринокулярным тубусом;
- широкопольными окулярами 10xFN22;
- цифровой камерой и программным обеспечением (в комплекте).

Вторым не менее важным этапом работы была оценка требований по организации условий труда специалистов в научно-исследовательском секторе ООО «БИТУМ».

К началу проекта производственная лаборатория располагалась в двух комнатах на втором этаже 2-х этажного здания производственного типа и занимала суммарную площадь 86 м<sup>2</sup>. Одно помещение занимало оборудование для проведения анализов и контроля качества вяжущих согласно ГОСТ 22245–90, ГОСТ 33133–2014 и ГОСТ Р 52056–2003; оборудование в другом помещении было предназначено для контроля качества нефти и маловязких нефтепродуктов.

Зоны размещения нового исследовательского оборудования предусматривали наличие до 20 м<sup>2</sup> на каждый прибор, за исключением диспергаторов. Поэтому научно-исследовательскому сектору были выделены два дополнительных помещения общей площадью 120 м<sup>2</sup>. Общая площадь лаборатории была увеличена до 206 м<sup>2</sup>.

В первом помещении площадью 80 м<sup>2</sup> метров были размещены аппараты DSR и PAV, а также два прибора BBR, во втором, площадью 40 м<sup>2</sup>, были расположены прибор RTFOT и печь дегазации образцов после PAV. Под склад химических веществ: различных полимерных материалов (в т. ч. резиновой крошки), образцов товарных и нетоварных битумов, нефтяных и растительных пластификаторов, вулканизирующих агентов и противостарителей было выделено дополнительное помещение.

В лаборатории была установлена приточно-вытяжная вентиляция в соответствии с ГОСТ 12.1.005 и СНиП 2.04.05-91, СНиП 2.04.07-86, СНиП 2.11.03-93 и освещение в соответствии со СНиП 23-05-95 /12.

Были привлечены профильные специалисты из лучших отечественных центров нефтепереработки. Кроме того, из ИТР ООО «БИТУМ» были сформированы четыре сменные бригады по четыре человека (для обеспечения круглосуточной бесперебойной работы), для которых были организованы дополнительные обучающие мероприятия. В результате штат лаборатории вырос с 6 до 17 человек, а ООО «БИТУМ» получил самую современную, хорошо оснащенную производственную лабораторию.

**Заключение.** После создания научно-исследовательского сектора производственной лаборатории были разработаны более 20 эксклюзивных составов [17], как для традиционных полимерно-битумных вяжущих по ГОСТ Р 52056–2003, так и для методологии PG Superpave (ГОСТ Р 58400.2–2019 (ПНСТ–82) и ГОСТ Р 58400.1–2019 (ПНСТ–85)), которые ежедневно используются в производственном процессе.

Было произведено и отгружено более 12,5 тыс. т инновационных дорожных вяжущих, из них более 7,5 тыс. т вяжущих были паспортизованы в соответствии с требованиями методологии Superpave.

На момент написания статьи производственные мощности по выпуску нефтяных битумов выросли на 40 % до уровня в 250 тыс. т в год [1], емкость резервуарного парка увеличилась практически в два раза (с 40000 до 70000 т).

#### *Литература*

1. Официальный сайт производственной компании ООО «БИТУМ». URL: <http://www.sbitum.ru> (дата обращения: 10.05.2020).
2. ГОСТ Р 58400.3–2019 (ПНСТ–86) «Дороги автомобильные общего пользования. Материалы вяжущие нефтяные битумные. Порядок определения марки».

3. ГОСТ Р 58400.2–2019 (ПНСТ–82) «Дороги автомобильные общего пользования. Материалы вяжущие нефтяные битумные. Технические условия с учетом уровней эксплуатационных транспортных нагрузок».
4. ГОСТ Р 58400.1–2019 (ПНСТ–85) «Дороги автомобильные общего пользования. Материалы вяжущие нефтяные битумные. Технические условия с учетом температурного диапазона эксплуатации».
5. ГОСТ Р 58400.10-2019 (ПНСТ–87) «Дороги автомобильные общего пользования. Материалы вяжущие нефтяные битумные. Метод определения свойств с использованием динамического сдвигового реометра (DSR)».
6. ГОСТ Р 58400.8–2019 (ПНСТ–79) «Дороги автомобильные общего пользования. Материалы вяжущие нефтяные битумные. Метод определения жесткости и ползучести битума при отрицательных температурах с помощью реометра, изгибающего балочку (BBR)».
7. ГОСТ 33140–2014 «Дороги автомобильные общего пользования. Битумы нефтяные дорожные вязкие. Метод определения старения под воздействием высокой температуры и воздуха (метод RTFOT)».
8. ГОСТ Р 58400.5–2019 (ПНСТ–84) «Дороги автомобильные общего пользования. Материалы вяжущие нефтяные битумные. Метод старения под действием давления и температуры (PAV)».
9. ГОСТ 33137–2014 «Дороги автомобильные общего пользования. Битумы нефтяные дорожные вязкие. Метод определения динамической вязкости ротационным вискозиметром».
10. Официальный сайт производителя оборудования «Malvern Instruments Limited». URL: <https://www.malvernpanalytical.com/ru/products/product-range/kinexus-range> (дата обращения: 08.08.2017).
11. Официальный сайт производителя оборудования «Applied Test Systems». URL: <https://www.atspa.com/products/materials-testing/asphalt-testing/bbr3/> (дата обращения: 09.09.2017).
12. Официальный сайт производителя оборудования «InfraTest Prüftechnik GmbH». URL: <https://infraTest.net/product/duennfilm-pruefofen-rtfot/> (дата обращения: 05.01.2018).
13. Официальный сайт поставщика оборудования Silverson. URL: [http://www.simas.ru/products/medical/speceq/homogenize/a/a\\_24075.html](http://www.simas.ru/products/medical/speceq/homogenize/a/a_24075.html) (дата обращения: 05.01.2018).
14. Официальный сайт производителя оборудования Хроматограф «Градиент-М». URL: <http://inhp.ru/upload/2372.pdf> (дата обращения: 15.06.2016).
15. Официальный сайт производителя оборудования IATROSCAN MK-6S URL: <http://www.ses-analysesysteme.de> (дата обращения: 21.11.2019).
16. Официальный сайт производителя оборудования микроскоп Soptop CX40M URL: <http://soptop.ru/shop/metallurgicheskie-mikroskopy/metallurgicheskij-mikroskop-cx40m/> (дата обращения: 22.02.2018).
17. Исаков А.М. Повышение срока службы закрытых деформационных швов мостовых сооружений / А.М. Исаков, В.Н. Полоник, Д.Ю. Небрятенко // Автомобильные дороги и мосты. 2020. № 1 (25). С. 57–64.