

ИССЛЕДОВАНИЕ УСТОЙЧИВОСТИ БИТУМОВ К ПЛАСТИЧЕСКИМ ДЕФОРМАЦИЯМ ПРИ ВЫСОКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ

© 2023 г. И. В. Гордеева^{1,*}, Т. В. Дударева¹, И. А. Красоткина¹, В. Н. Горбатова¹,
В. Г. Никольский¹, У. Г. Зверева², А. Г. Обухов²

¹ Федеральный исследовательский центр химической физики им. Н. Н. Семенова РАН, Москва, 119991 Россия

² ООО «ЛЛК-Интернешнл», Москва, 115035 Россия

*E-mail: ivgordeeva@bk.ru

Поступила в редакцию 1 декабря 2022 г.

После доработки 6 апреля 2023 г.

Принята к публикации 30 июня 2023 г.

В температурном диапазоне от 46 до 70°C выполнены реологические исследования российских битумов с диапазоном пенетрации от 60 до 120 × 0.1 мм с целью оценки их устойчивости к образованию колеи пластичности по осцилляционным и ротационным параметрам колееобразования. Исследована взаимосвязь структурных и реологических параметров, показано, что наилучшая корреляция наблюдалась при сопоставлении структурного параметра Gaestel Colloidal index (CI) с реологическими параметрами $R_{3,2}$ и $\tan \delta$. Показана обоснованность модификации битумов для использования при укладке дорожных покрытий с экстремальным («Е») типом транспортной нагрузки в регионах РФ, где требуется вяжущее марки PG52 и выше.

Ключевые слова: битум, групповой химический состав, структурные и реологические параметры, колея пластичности

DOI: 10.31857/S0028242123030036, **EDN:** JAHPYM

Увеличение глубины переработки нефти при производстве дорожных битумов закономерно приводит к необходимости тщательного контроля соответствия выпускаемой продукции современным техническим требованиям и оценке влияния группового химического состава на основные параметры качества. Требования ГОСТ Р 58400.1 и ГОСТ Р 58400.2 к свойствам битумных вяжущих, выдвигаемые для образцов, прошедших различные процедуры старения, должны быть объектом постоянного и пристального внимания нефтепереработчиков, поскольку зачастую именно эти требования могут диктовать необходимость введения изменений в технологические процессы. Вместе с тем содержание в спецификациях излишних или научно необоснованных требований может создавать проблемы для производителей, вынуждая их на неоправданные экономические затраты при выпуске продукции для дорожной отрасли.

Одним из основных видов разрушений асфальтобетонных покрытий является образование колеи, проявляющейся в виде продольных углублений вдоль траектории движения колес при повторяющихся транспортных нагрузках [1]. К основным факторам, влияющим на образование колеи, относят остаточные деформации в грунте земляного полотна, в слоях основания, в слоях асфальтобетона и абразивный износ [2]. По данным международных исследований, вклад битумного вяжущего в образование колеи в результате постепенного накопления остаточной деформации в слоях асфальтобетона составляет около 40% [1, 3]. Это заключение согласуется с российской практикой расчета и прогнозирования остаточных деформаций в слоях асфальтобетона, согласно которой колея, образующаяся в летний период при высоких температурах окружающего воздуха, за 15 лет при отсутствии ремонтных мероприятий может составить от

13 до 43% от общей глубины колеи, в зависимости от конкретных условий эксплуатации дорожного покрытия [4]. Отличительная особенность такой колеи, называемой колеей пластичности, – наличие выпоров асфальта по краям. Их образование связано со снижением вязкости асфальтобетона при высоких температурах, которое, в свою очередь, происходит из-за снижения вязкости битума или вязкого сопротивления битума сдвигу [5]. Образованию колеи пластичности способствуют высокие климатические температуры в летний период, солнечная радиация, большие нагрузки на ось транспортного средства, медленное движение транспорта и высокая интенсивность движения [6].

В технических требованиях (ГОСТ 22245-90, ГОСТ 33133-2014) традиционно для оценки устойчивости битума к образованию колеи пластичности используют параметры: температура размягчения по кольцу и шару (ГОСТ 32054-2013) и глубина проникания иглы (пенетрация) – ГОСТ 33136-2014, отражающие склонность к течению при высокой температуре и жесткость, соответственно. Применяемые методики (ГОСТ 32054-2013, ГОСТ 33136-2014) не требуют использования сложного оборудования, но эмпиричны по своей природе и не предполагают возможности варьирования условий испытаний.

В современных спецификациях (AASHTO M 320, AASHTO M 332, ГОСТ Р 58400.1-2019, ГОСТ Р 58400.2-2019) для оценки устойчивости к пластическим деформациям битумов и модифицированных битумов, которые объединяют единым термином «битумные вяжущие» (БВ), используют параметры: $G^*/\sin \delta$ – параметр колееобразования (rutting parameter) – AASHTO T315-22, $J_{nr3.2}$ – остаточная податливость ползучести (unrecoverable creep compliance), $J_{nr diff}$ или J (stress sensitivity) – чувствительность к изменению напряжения сдвига и $R_{3.2}$ – упругое восстановление (elastic recovery) – AASHTO T 350-19. Испытания, позволяющие определить указанные параметры, проводят на реометре динамического сдвига с геометрией плита–плита.

Параметр $G^*/\sin \delta$ (называемый также «Superpave parameter»), где G^* – комплексный модуль сдвига, а δ – фазовый угол, был предложен в США в рамках Стратегической программы исследований автомобильных дорог (SHRP) [7].

Параметр $G^*/\sin \delta$ был разработан на основе концепции рассеянной энергии [8, 9]. Процесс колееобразования, как основной вид разрушения дорожного покрытия при высокой температуре, рассматривался как явление, обусловленное напряжением и циклическими транспортными нагрузками. При каждом цикле нагрузки возникает работа внешней силы, которая приводит к деформации. Процесс этот может быть обратимым, и тогда происходит упругое восстановление, а может быть необратимым. Чтобы минимизировать остаточную деформацию (колееобразование), следует уменьшить величину работы, рассеиваемой при каждом цикле транспортной нагрузки. Работа, рассеиваемая (диссипируемая) за цикл нагрузки, была выражена формулой (1):

$$W_d = \pi \tau_0 \gamma \sin \delta = \pi \tau_0 \frac{\tau_0}{G^*} \sin \delta = \pi \tau_0^2 \left(\frac{1}{\frac{G^*}{\sin \delta}} \right), \quad (1)$$

где W_d – энергия, рассеиваемая (диссипируемая) за цикл нагрузки; τ_0 – напряжение сдвига; γ – деформация сдвига; δ – фазовый угол, G^* – комплексный модуль сдвига.

Видно, что вяжущее с более высоким значением $G^*/\sin \delta$ будет иметь меньшее W_d и будет демонстрировать высокую устойчивость к колееобразованию, и наоборот.

Несмотря на то, что параметр $G^*/\sin \delta$, как признано, не дает хорошей корреляции с реальным колееобразованием в дорожном покрытии [10] и не отражает устойчивости модифицированных битумов к образованию колеи [11], его продолжают использовать для PG (Performance Grade) маркировки битумного вяжущего по максимальной температуре эксплуатации (ГОСТ 33133-2014, ГОСТ 33136-2014). Параметр $G^*/\sin \delta$ определяется в соответствии с (AASHTO M 332, ГОСТ Р 58400.10-2019) для несостаренных битумных вяжущих ($G^*/\sin \delta_{\text{Original}}$) и БВ, подвергнутых процедуре технологического старения ($G^*/\sin \delta_{\text{RTFO}}$), которое в научно-технической литературе также называют кратковременным, окислительным или RTFO (Rolling Thin-Film Oven)-старением (ASHTO T 240, ГОСТ

33140-2014). Наименьшее из предварительных значений температур (Original и RTFO), принимается за максимальную температуру слоя дорожного покрытия, при которой может эксплуатироваться данное БВ. Решая вопрос о применимости БВ в конкретных климатических условиях, эту температуру соотносят с максимальной расчетной температурой эксплуатации. При этом под максимальной расчетной температурой эксплуатации понимается температура на глубине 2 см от поверхности покрытия, вычисляемая специальным образом с учетом климатических особенностей региона (ГОСТ Р 58400.3-2019). Следует отметить, что определение параметра $G^*/\sin \delta_{\text{Original}}$ является обязательным, но для маркировки БВ этот параметр используется ограничено (AASHTO M 320, ГОСТ Р 58400.1-2019].

Принимая во внимание недостатки параметра $G^*/\sin \delta$, различными исследователями были предложены иные параметры стойкости к колееобразованию, среди которых следует назвать:

- параметр $G^*/(1 - (1/\text{tg } \delta \cdot \sin \delta))$ (параметр колееобразования Шеноя), который был выведен теоретически на основе фундаментальных концепций. Было показано, что он более чувствителен к изменениям фазового угла δ , чем параметр $G^*/\sin \delta$, и, таким образом, более точно описывает невосстановленную деформацию БВ [12], однако в спецификации на битумные вяжущие данный параметр не был включен;

- вязкость при нулевой скорости сдвига (zero shear viscosity – ZSV) [13];

- вязкость при низкой скорости сдвига (low shear viscosity – LSV) [14];

- невосстанавливаемая податливость ползучести (unrecoverable creep compliance – J_{nr}) [15] или, как принято в российской нормативной документации, – относительная необратимая деформация (ГОСТ Р 58400.6-2019).

Параметр колееобразования Шеноя был введен на основе рассуждений о том, что общая деформация вяжущего включает упругую (обратимую) и вязкую (необратимую) деформации. Общий процент деформации ($\% \gamma_{\text{max}}$) вяжущего, подвергнутого напряжению (σ_0 , кПа) в течение времени (t , с), может быть оценен с помощью уравнения (2), процент восстановления деформации (γ_{rec}) – с помощью уравне-

ния (3), а процент необратимой деформации (γ_{unr}) – с помощью уравнения (4) [12].

$$\gamma_{\text{max}} = \frac{100\sigma_0}{G^*}, \quad (2)$$

$$\gamma_{\text{rec}} = 100\sigma_0 \left(\frac{G'}{G''} \right), \quad (3)$$

$$\gamma_{\text{unr}} = \gamma_{\text{max}} - \gamma_{\text{rec}} = \frac{100\sigma_0}{G^*} \left(1 - \frac{1}{\text{tg } \delta \sin \delta} \right), \quad (4)$$

где модуль упругости $G' = G^* \cos \delta$, модуль потерь $G'' = G^* \sin \delta$ и G^* – комплексный модуль.

Таким образом, для минимизации необратимой деформации необходимо максимизировать параметр $G^*/(1 - (1/\text{tg } \delta \cdot \sin \delta))$, который и был предложен Шеноем в качестве параметра колееобразования. Преимуществом параметра Шеноя может служить тот факт, что он достаточно точно отражает результаты полевых испытаний и имеет форму, легко адаптируемую к моделированию, т.е. в моделях для проектирования можно использовать выражение для этого параметра в наиболее общем виде.

Прогнозировать поведение битумных вяжущих в процессе эксплуатации наилучшим образом позволяет параметр J_{nr} [15], определяемый в испытании на устойчивость к воздействию множественных циклов ползучести–восстановление (Multiple Stress Creep Recovery (MSCR) test) – AASHTO M 332. Полномасштабное тестирование уложенных участков дорожного покрытия с различной интенсивностью движения, проведенное в США и в Европе, показало хорошую корреляцию между глубиной колеи и параметром J_{nr} , как для битумов, так и для модифицированных битумных вяжущих [16–18]. Несмотря на достигнутые успехи, продолжают исследования, направленные на совершенствование процедуры MSCR-теста, касающиеся числа циклов, продолжительности фаз ползучести и восстановления, значений и диапазона приложенного напряжения сдвига [19–22].

Еще одним важным параметром MSCR-теста является упругое восстановление ($R_{3,2}$), определяемое как среднее значение упругого восстановления за 10 циклов ползучести–восстановления при $\tau = 3.2$ кПа (ГОСТ Р 58400.6-2019). В США в норма-

тивную документацию ряда штатов (Нью-Йорк, Мэн, Западная Виргиния, Коннектикут, Массачусетс и т.д.) введено следующее требование для дорог с экстремальным («Е») типом движения [23] упругое восстановление должно удовлетворять условию (5), (6):

$$\text{если } J_{nr3.2} \geq 0.1, \text{ то } R_{3.2} > 29.371(J_{nr3.2})^{-0.2633}, \quad (5)$$

$$\text{если } J_{nr3.2} < 0.1, \text{ то } R_{3.2} > 55. \quad (6)$$

В российской нормативной документации $R_{3.2}$ определяется (см. ГОСТ Р 58400.6-2019), но не нормируется (см. ГОСТ Р 58400.2-2019), несмотря на то, что этот параметр достаточно важен для понимания структуры и поведения битумных вяжущих.

Параметр MSCR-теста $J_{nr \text{ diff}}$ (stress sensitivity, в РФ – J), значение которого не должно превышать 75% (ГОСТ Р 58400.2-2019), определяется как чувствительность к изменению нагрузки от 0.1 до 3.2 кПа. Одной из целей, побудивших разработчиков включить этот параметр в спецификацию, была необходимость ограничения количества парафинов (wax), используемых для модификации битума и, как было обнаружено, вызывающих быстрое размягчение битумов при $\tau > 0.8$ кПа ($J_{nr0.1} < 0.5$ кПа⁻¹; $J_{nr3.2} > 3$ кПа⁻¹). Отмечается, что параметр $J_{nr \text{ diff}}$ должен учитываться, когда значение $J_{nr3.2}$ близко к верхнему пределу требований спецификации, чтобы избежать проблем при увеличении расчетных температур, или транспортной нагрузки. Однако при значениях $J_{nr3.2}$ значительно ниже предела спецификации, и/или когда $J_{nr3.2} < 0.5$ кПа⁻¹, параметр $J_{nr \text{ diff}}$ рекомендуется игнорировать, как не имеющий смысла, а испытания при $\tau = 0.1$ кПа предлагается заменить испытаниями при 0.8 кПа [24]. Вместе с тем, в нормативной документации (см. ГОСТ Р 58400.2-2019) требование к этому параметру ($J < 75\%$) отнесено ко всем типам транспортной нагрузки.

Одна из существующих проблем, связанных с процедурой MSCR-теста – схема нагружения. Поскольку продолжительность и соотношение фаз ползучести и восстановления может меняться в зависимости от условий движения, увеличение времени ползучести может быть необходимо для адекватной характеристики поведения вяжущего

в условиях очень интенсивного и медленного движения. Увеличение уровней напряжения до 10–12 кПа, для учета нагрузки от тяжелых транспортных средств, позволяет определить битумные вяжущие, которые чрезмерно чувствительны к напряжению, причем не только в линейном, но и в нелинейном диапазоне [24].

В настоящей работе в температурном диапазоне от 46 до 70°C выполнены реологические исследования десяти российских битумов с диапазоном пенетрации от 60 до 120 × 0.1 мм с целью оценки их устойчивости к образованию колеи пластичности по параметрам $G^*/\sin \delta$, $G^*/(1 - (1/\tan \delta \cdot \sin \delta))$ и J_{nr} при напряжениях сдвига (τ): 0.1, 3.2, 6.5, 10 и 12 кПа. Изучено влияние температуры и группового химического состава битумов на J_{nr} и упругое восстановление $R_{3.2}$ при различной продолжительности циклов и различных соотношениях фаз ползучести-восстановления в MSCR-тесте. Исследована взаимосвязь структурных и реологических параметров в температурном диапазоне от 46 до 58°C.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

В работе было исследовано десять нефтяных дорожных битумов российского производства с диапазоном показателя глубина проникания иглы (пенетрация) при 25°C от 60 до 120 × 0.1 мм. Основные характеристики битумов представлены в табл. 1, где битумы расположены в порядке возрастания пенетрации в направлении слева направо.

Реологические исследования выполняли на реометре динамического сдвига «MCR 702e» фирмы «Anton Paar» (Австрия) с использованием параллельных пластин диаметром 25 мм, используя несостаренные образцы и образцы, подвергнутые окислительному (RTFO) старению (ГОСТ 33140-2014) в течение 85 мин при температуре 163°C. Образцы для испытаний на реометре отжигали в термошкафу для снятия стерического отверждения (несостаренные при 155–160°C, состаренные при 165–170°C) и разливали в силиконовые формы. Испытания выполняли в течение 2 ч после остывания образцов; рабочий зазор между пластинами реометра составлял 1 мм.

Вязкоупругие свойства битумов определяли в соответствии с ГОСТ Р 58400.10 (AASHTO T315) в интервале температур от 46 до 70°C с шагом 6°C

Таблица 1. Физико-механические свойства битумов

Шифр образца*	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
Марка битума по пенетрации	60/90			70/100				100/130		
P_{25} , 0.1 мм	60	73	74	79	80	81	87	110	115	120
$T_{киш}$, °C	48	50	49	48	48	49	48.1	44	45.2	45
$T_{хр}$, °C*	-18	-19	-22	-21	-18	-23	-27	-25	-23	-25
D_0 , см	6	3.5	3.7	3.80	3.7	–	3.8	5.2	5.2	4.1

* P_{25} – глубина проникания иглы (пенетрация) при 25°C; $T_{киш}$ – температура размягчения по кольцу и шару; $T_{хр}$ – температура хрупкости по Фраасу; D_0 – растяжимость при 0°C.

Таблица 2. Маркировка битумов по максимальной температуре эксплуатации в соответствии с ГОСТ Р 58400.1-2019

Шифр образца	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
Марка битума	60/90			70/100				100/130		
$T_{макс.}^{\circ}C_{original}$	64.7	66.3	71.4	65.2	65	69.5	67.1	67.3	61.5	65.8
$T_{макс.}^{\circ}C_{RTFO}$	66	67	73	66.7	65.2	68.4	67.9	66	62.2	63.4
Максимальная температура эксплуатации в соответствии с ГОСТ Р 58400.1-2019										
PG	64	64	70	64	64	64	64	64	58	58

в осцилляционном режиме при угловой частоте (ω) 10 ± 0.1 рад/с и деформации (γ) 12% для несостаренных и 10% для состаренных образцов.

Устойчивость образцов к воздействию многократных сдвиговых нагрузок (MSCR test) [18] определяли по усложненной, по сравнению со стандартизированной процедурой схеме. Для этого в ротационном режиме выполняли по 10 циклов испытаний при пяти возрастающих значениях напряжений сдвига (τ): 0.1, 3.2, 6.5, 10 и 12 кПа. Каждый цикл состоял из двух последовательных фаз – фазы ползучести продолжительностью 0.5, 1 или 2 с, в ходе которой, образец подвергался воздействию постоянного напряжения сдвига, и фазы восстановления (отдыха), продолжительностью 3, 4.5 или 9 с, в течение которой нагрузка отсутствовала. Данное исследование проводили при температурах 46, 52, 58, 64 и 70°C. Для каждой температуры использовали новый образец. В каждом цикле фиксировали значение деформации: в фазе ползучести 10 точек, в фазе релаксации 20 точек.

Групповой химический состав битумов определяли в соответствии с «Методикой измерений группового химического состава тяжелых нефтепродуктов методом жидкостно-адсорбционной

хроматографии с градиентным вытеснением» [25] с использованием хроматографа «Градиент-М» (ГУП «Институт Нефтехимпереработки РБ»). В процессе испытаний происходило ступенчатое градиентно-вытеснительное разделение битума на 7 групп с последующей их регистрацией детектором по теплопроводности.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На первом этапе работы была определена устойчивость к образованию колеи пластичности 10-ти дорожных битумов, характеризующаяся максимальной эксплуатационной температурой, при которой параметр колееобразования ($G^*/\sin \delta$), определенный на основании данных осцилляционных испытаний (ГОСТ Р 58400.10-2019), равен 1 кПа для несостаренных (original) и 2.2 кПа для RTFO-состаренных образцов. Полученные результаты, а также маркировка битумов, выполненная в соответствии с требованиями (ГОСТ Р 58400.1-2019), представлены в табл. 2.

Из табл. 2 видно, что несмотря на широкий разброс по показателю пенетрации, 7 битумов (пенетрация от 60 до 110 $\times 0.1$ мм) были отнесены к

Таблица 3. Маркировка битумов с учетом уровней эксплуатационных транспортных нагрузок по параметру J_{nr} (ГОСТ Р 58400.2-2019)

Шифр образца	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
Марка битума	60/90			70/100				100/130		
$T_{исп}, ^\circ C$	Маркировка по уровню транспортной нагрузки в соответствии с ГОСТ Р 58400.2–2019*									
46	E(E)	E(E)	E(E)	E(E)	E(E)	E(E)	E(E)	E(E)	E(V)	E(V)
52	V(V)	E(V)	E(E)	E(V)	E(V)	E(V)	E(V)	E(V)	V(H)	V(H)
58	H(H)	V(V)	E(V)	H(H)	H(H)	V(H)	H(–)	H(H)	H(S)	H(–)
64	S(–)	S(–)	V(H)	S(–)	S(–)	S(–)	S(–)	S(–)	–	–
70	–	–	S(–)	–	–	–	–	–	–	–

* E – экстремальное движение ($J_{nr3.2} < 0.5 \text{ кПа}^{-1}$); V – очень высокое ($J_{nr3.2} = 0.5–1 \text{ кПа}^{-1}$); H – высокое ($J_{nr3.2} = 1–2 \text{ кПа}^{-1}$); S – стандартное ($J_{nr3.2} = 2–4.5 \text{ кПа}^{-1}$).

марке PG 64; два битума (пенетрация 115 и $120 \times 0.1 \text{ мм}$) – к марке PG 58 и один битум ($74 \times 0.1 \text{ мм}$) к марке PG 70. Как можно видеть, после проведения процедуры RTFO-старения верхнее значение температуры, соответствующее требованиям к параметру $G^*/\sin \delta$, возросло (битумы A, B, C, D, G, I), практически не изменилось (битум E) или снизилось (битумы F, H, J). Это свидетельствует о разной устойчивости битумов к окислительному старению при температуре 163°C , что, по-видимому, связано с различиями в химическом составе.

В табл. 3 обобщены результаты MSCR-теста по параметру относительная необратимая деформация (J_{nr}) и на основе установленных (ГОСТ Р 58400.2-2019) требований к J_{nr} при различных уровнях транспортной нагрузки выполнена маркировка битумов, соответствующая температурам 46, 52, 58, 64 и 70°C для значений J_{nr} , полученных при напряжении сдвига 3.2 кПа и 10 кПа (последнее приведено в скобках). В обоих случаях использованы нормативные требования, установленные (ГОСТ Р 58400.2-2019). Отметим, что значение параметра J ($J_{nr\text{diff}}$) во всех случаях было менее 75% и соответствовало нормативным требованиям.

Как можно видеть из табл. 3, для семи битумов марок БНД 60/90 и БНД 70/100 при температуре 46°C , т.е. ниже температуры их размягчения по кольцу и шару ($T_{киш}$) (см. табл. 1), при напряжении сдвига (τ) 3.2 и 10 кПа характерен класс E – дороги с экстремально тяжелыми и неподвижным характером движения. Однако при 52°C на дорогах такого класса можно использовать лишь шесть битумов, о

чем свидетельствуют значения J_{nr} при стандартном значении $\tau = 3.2 \text{ кПа}$ и только один (битум C) при увеличенной транспортной нагрузке, о чем свидетельствуют значения J_{nr} при $\tau = 10 \text{ кПа}$, в то время, как во многих регионах РФ в летний период дорожные покрытия эксплуатируются при более высоких температурах. Битумы марки БНД 100/130 ожидаемо демонстрируют более низкую устойчивость к воздействию множественных циклов ползучесть-восстановление.

Далее была произведена оценка корреляции параметра $G^*/\sin \delta$, параметра Шеню $G^*/(1 - (1/\text{tg } \delta \cdot \sin \delta))$, модуля потерь (G'') и тангенса фазового угла ($\text{tg } \delta$) с параметром J_{nr} при значениях τ – 3.2, 6.5 и 10 кПа. При проведении анализа рассматривали значения J_{nr} для температур 52°C и выше (т.е. выше температуры размягчения по КиШ), но не более 6.5 кПа^{-1} , поскольку дальнейший рост J_{nr} связан с течением битума. Полученные результаты представлены на рис. 1. Как можно видеть, зависимости всех указанных параметров от J_{nr} могут быть описаны степенными уравнениями регрессии. При этом наилучшая величина достоверности аппроксимации (R^2) при $\tau = 3.2 \text{ кПа}$ наблюдается для параметра Шеню и модуля потерь (0.9991), а минимальная – для тангенса фазового угла (0.8429). При увеличении τ до 6.5 и 10 кПа наилучшие значения R^2 (свыше 0.99) демонстрирует параметр Шеню, а минимальные – $\text{tg } \delta$. Преимущество параметра $G^*/\sin \delta$ по сравнению с модулем потерь можно отметить только при $\tau = 10 \text{ кПа}$. Полученные результаты не позволяют понять, почему в спецификации

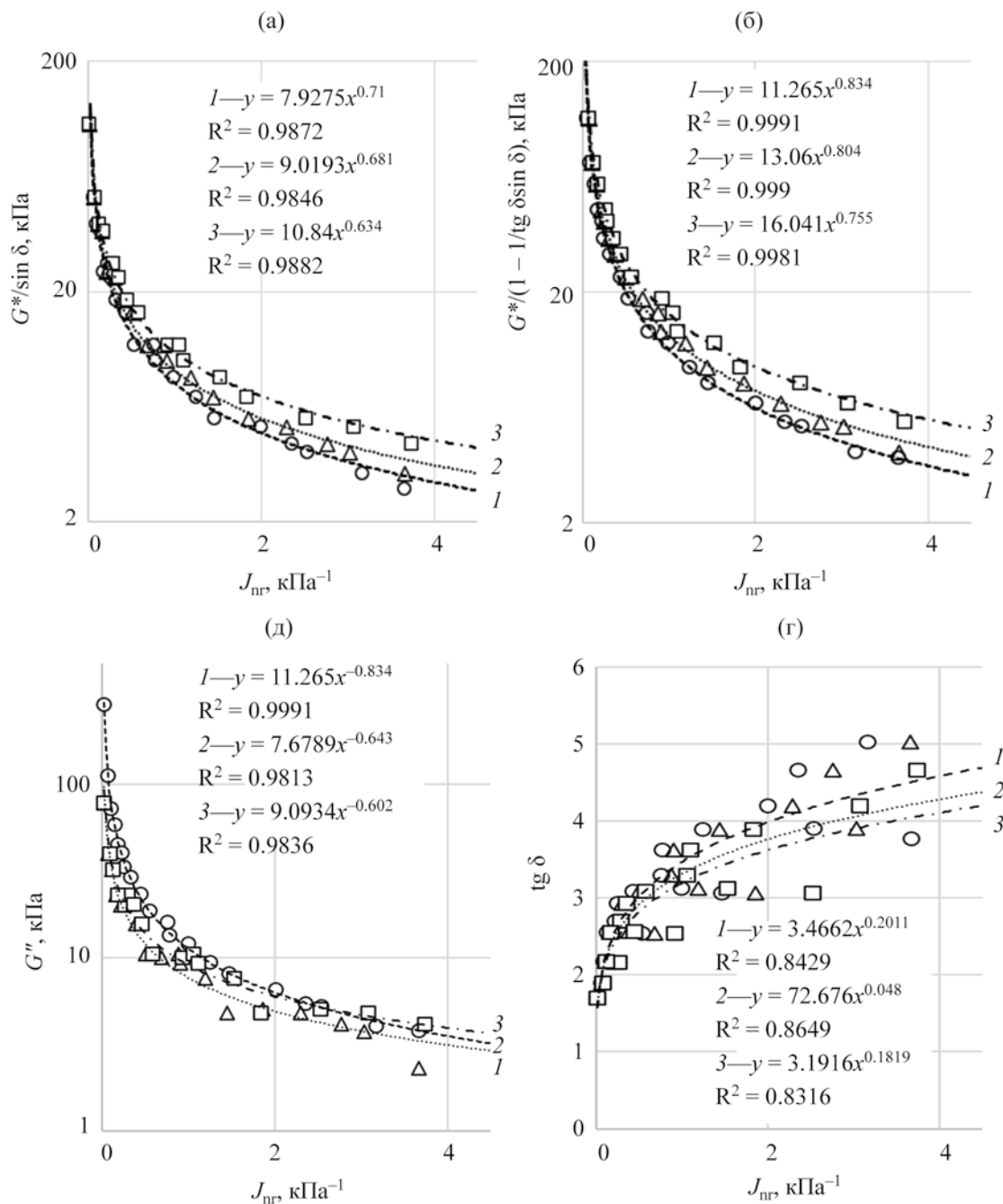


Рис. 1. Сопоставление значений параметра $G^*/\sin \delta$ (а), параметра Шеню $G^*/(1 - (1/\tan \delta \sin \delta))$ (б), модуля потерь G'' (в), тангенса фазового угла $\tan \delta$ (г) и относительной необратимой деформации J_{nr} при $\tau = 3.2$ (1), 6.5 (2) и 10 (3) кПа в температурном интервале 52–64°C для RTFO-состаренных битумов с исходным диапазоном пенетрации 60–120 × 0.1 мм.

не включен параметр Шеню, и в чем преимущество «Supergrave parameter» $G^*/\sin \delta$ перед модулем потерь, поскольку в приложении к битумам российского производства при стандартном уровне напряжения сдвига 3.2 кПа и эксплуатационных тем-

пературах 46–64°C, связь с J_{nr} одинаково хорошо описывается и $G^*/\sin \delta$, и G'' .

На рис. 2 для исходных и RTFO-состаренных образцов битума А (рис. 2а), G (рис. 2б) и Н (рис. 2в), значительно различающихся по пенетра-

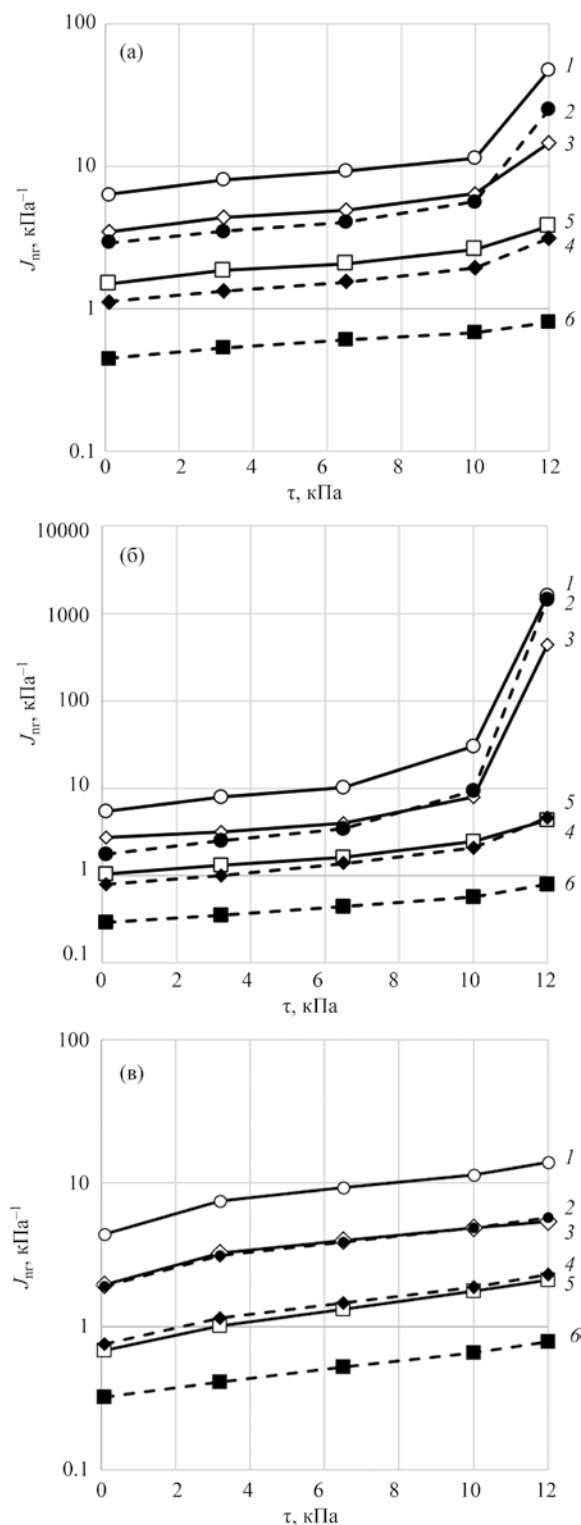


Рис. 2. Зависимости относительной необратимой деформации J_{nr} от напряжения сдвига (τ) и температуры испытаний для исходных (1, 3, 5) и RTFO-состаренных (2, 4, 6) образцов битумов А (а), G (б) и Н (в) при температурах 64°C (1, 2); 58°C (3, 4), 52°C (5, 6).

ции (60, 87 и 110 × 0.1 мм, соответственно), но имеющих одинаковую маркировку по параметру $G^*/\sin \delta$ (PG 64), приведены зависимости J_{nr} от напряжения сдвига и температуры испытаний по оценке устойчивости к множественным циклам ползучести-восстановление. Логарифмическая шкала выбрана для лучшей иллюстрации поведения битумов, поскольку при увеличении напряжения сдвига до 12 кПа в отдельных случаях наблюдался резкий рост J_{nr} . Отметим, что в нормативную документацию включено определение J_{nr} только при напряжении сдвига 0.1 и 3.2 кПа.

Как видно из рис. 2, во всех случаях J_{nr} уменьшается после RTFO старения, очевидно, вследствие уменьшения содержания низкомолекулярных (летучих) фракций, окисления и увеличения жесткости образцов. Из рис. 2а и 2б видно, что образцы А и G с пенетрацией 60 и 87 × 0.1 мм, соответственно, демонстрируют резкое возрастание J_{nr} при $\tau = 12$ кПа, в то время как менее жесткий битум Н с самой большой пенетрацией (110 × 0.1 мм) наименее чувствителен к изменению нагрузки (рис. 2в).

Для оценки устойчивости битума к образованию колеи помимо J_{nr} также рекомендуется учитывать способность к восстановлению деформации, которое характеризуется параметром упругое восстановление при напряжении сдвига 3.2 кПа ($R_{3.2}$) (AASHTO T 350-19, ГОСТ Р 58400.6-2019). В табл. 4 приведены значения $R_{3.2}$ при разных температурах для десяти RTFO-состаренных образцов битума. Как можно видеть, битум Н характеризуется максимальным, по сравнению с битумами А и G, значением $R_{3.2}$ при всех температурах испытаний. Наибольшее значение $R_{3.2}$ наблюдалось для битума С (маркировка по пенетрации 60/90 (74 × 0.1 мм)). Следует отметить, что практически во всех случаях при всех исследованных температурах, значение $R_{3.2}$ для всех битумов было меньше значения, рассчитанного на основе принятого в отдельных штатах США требования [23] (см. формулы (5) и (6)).

На рис. 3 на примере битумов I (маркировка по пенетрации 100/130 (115 × 0.1 мм)) и С (маркировка по пенетрации 60/90 (74 × 0.1 мм)) показано влияние продолжительности фаз ползучести и восстановления на параметры J_{nr} и $R_{3.2}$ при проведении испытаний при 46°C в 9 режимах с различным соотношением времени (в секундах) ползучести-восстановления: 0.5–9, 0.5–4.5, 0.5–3, 1–9, 1–4.5, 1–3,

Таблица 4. Упругое восстановление RTFO-состаренных образцов битума при напряжении сдвига 3.2 кПа ($R_{3.2}$) (AASHTO T 350-19, ГОСТ Р 58400.6-2019)

Шифр образца		A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
Марка битума		60/90			70/100				100/130		
$T_{исп}, ^\circ\text{C}$	46	20.5	23.0	49.8	31.0	21.6	41.4	46	52.2	24.9	33.4
	52	14.1	14.7	38.0	17.2	11.5	23.6	26.3	37.4	9.1	16.1
	58	3.3	4.8	18.2	4.1	2.2	8.3	9.3	20.1	1.1	4.5
	64	0	0	5	0	0	0.3	1.4	6.4	–	–
	70	–	–	0	–	–	–	–	–	–	–

Таблица 5. Групповой химический состав по методу жидкостно-адсорбционной хроматографии с градиентным вытеснением [26] и структурные параметры битумов А, С, G, Н и I

Групповой химический состав битума, мас. %		А		С		G		H		I	
Парафино-нафтеновые углеводороды (S)		19		14.7		17		23		16.3	
Ароматические углеводороды (Ar), в т.ч.	легкие	33.3	7.5	32.3	7.7	33.2	8.3	34.9	9.1	39.8	8.9
	средние		8.1		8.2		7.2		7		7.4
	тяжелые		17.6		16.4		17.7		18.8		23.5
Смолы (R), в т.ч.	I	32.2	9.3	30.0	9.2	30.9	9.7	26.6	7.7	28.1	9.9
	II		22.9		20.8		21.2		18.9		18.2
Асфальтены (A)		15.6		23		18.9		15.5		15.8	
Структурные параметры											
Индекс пенетрации, PI		−1.28		−0.47		−0.26		−0.80		−0.25	
Gaestel Colloidal index, CI		0.53		0.61		0.56		0.63		0.47	
Asphaltene Index, AI		0.91		1.13		0.99		0.73		0.78	
Показатель растворимости по Печеному, SP		3.82		3.50		3.59		3.23		4.22	

2–9, 2–4.5, 2–3. Битумы I и С были выбраны для сравнения как имеющие наименьшее и наибольшее значение $R_{3.2}$ при температурах 52 и 58°C среди битумов марок БНД 100/130 и БНД 60/90, соответственно.

Анализируя данные, представление на рис. 3, можно отметить, что эффект увеличения продолжительности фазы ползучести был более выраженным, чем эффект увеличения продолжительности фазы восстановления. Как можно видеть, увеличение времени ползучести и/или снижение времени восстановления привело к увеличению $J_{пр}$ и уменьшению $R_{3.2}$. При этом следует отметить, что ни одно из значений $R_{3.2}$ для битума I не соответствует рекомендуемому [23], а следовательно, опираясь на подход, принятый в США, можно ожидать низкой устойчивости к образованию колеи при всех типах

движения даже при эксплуатации при температуре 46°C (определяемой в соответствии с ГОСТ Р 58400.3-2019). Для битума С, несмотря на низкие значения $J_{пр}$ и высокие значения $R_{3.2}$, также можно отметить, что рекомендуемые [23] значения $R_{3.2}$ в ряде случаев превышают фактические.

Для лучшего понимания полученных результатов был определен групповой химический состав битумов А, С, G, Н и I по методу жидкостно-адсорбционной хроматографии с градиентным вытеснением. Данный метод позволяет выделить: парафино-нафтеновые углеводороды (saturates, S); ароматические углеводороды (aromatics, Ar), в т.ч. 3 фракции – легкие, средние и тяжелые; смолы (resins, R), в т.ч. 2 фракции – I и II; и асфальтены (asphaltene, A). Полученные данные представлены в табл. 5. Также в табл. 5 приведены результаты

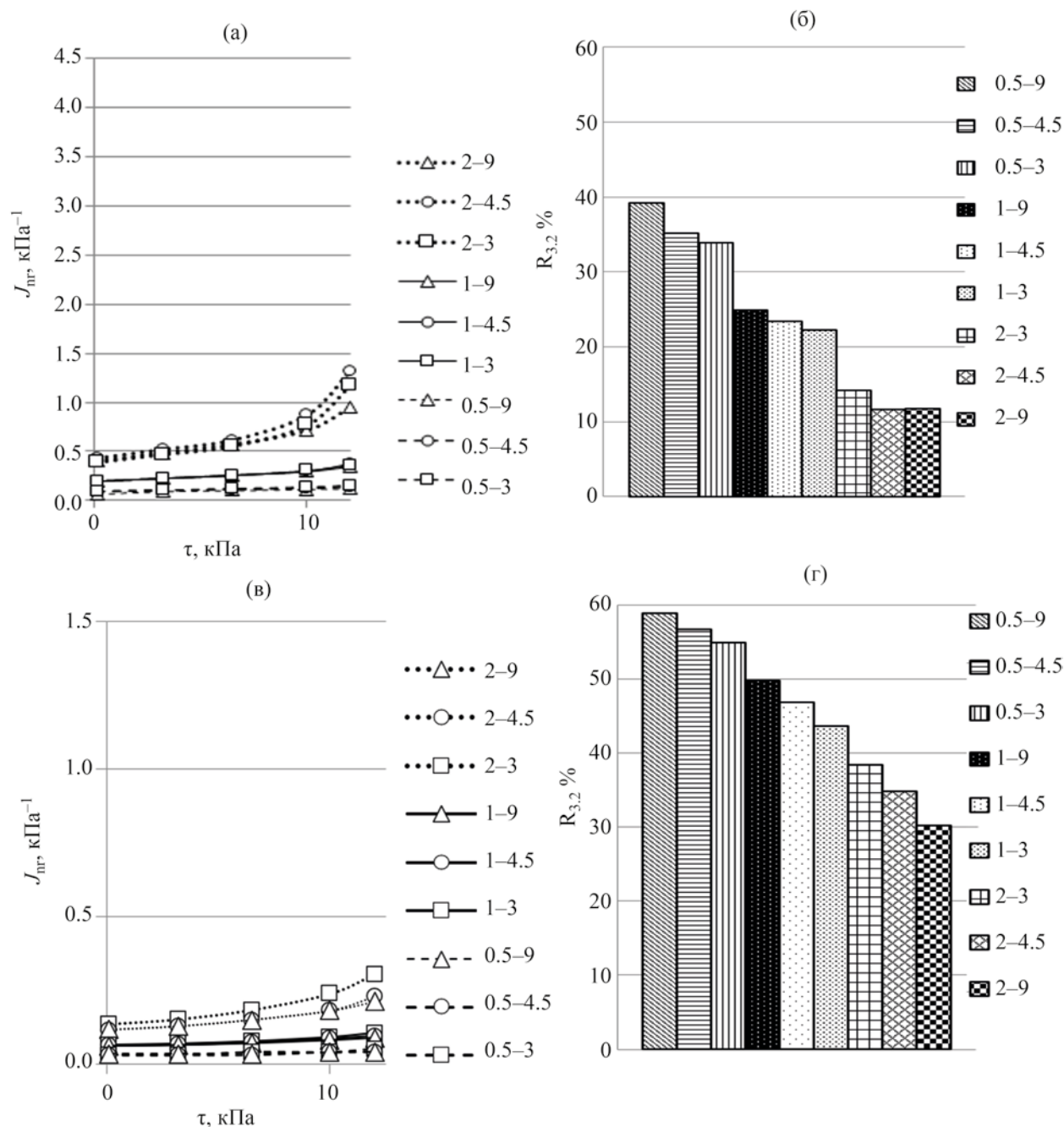


Рис. 3. Влияние продолжительности циклов ползучести и восстановления на параметры J_{nr} (а, в) и $R_{3,2}$ (б, г) RTFO-составленных битумов I (а, б) и C (в, г) при температуре 46°C.

расчета структурных параметров, предложенных в разное время разными исследователями, в т.ч.:

– индекс пенетрации (PI), определенный по формулам (7) и (8) (ГОСТ 33134-2014):

$$PI = \left(\frac{30}{1 + 50A} \right) - 10, \quad (7)$$

где

$$A = \frac{2.9031 - \lg P_{25}}{T_{КиШ} - 25}, \quad (8)$$

где P_{25} глубина проникания иглы (пенетрация) при 25°C, 0.1 мм; $T_{КиШ}$ – температура размягчения по кольцу и шару, °C;

Таблица 6. Коэффициент достоверности корреляции R^2 при сопоставлении структурных (CI, AI, SP и PI) и реологических (осцилляционных – G^* , $G^*/\sin \delta$, $G^*/(1 - (1/\text{tg } \delta \cdot \sin \delta))$, $\text{tg } \delta$ и ротационных – $J_{\text{nr}3,2}$, $R_{3,2}$) параметров для битумов А, С, G, Н и I при температурах 46, 52 и 58°C

$R^2@46-52-58^\circ\text{C}$	CI	AI	SP	PI
G^*	0.64–0.65–0.19	0.70–0.71–0.68	0.40–0.41–0.07	0.01–0.01–0.03
$G^*/\sin \delta$	0.65–0.66–0.20	0.71–0.72–0.66	0.41–0.42–0.08	0.01–0.01–0.03
$G^*/(1 - (1/\text{tg } \delta \cdot \sin \delta))$	0.68–0.67–0.23	0.68–0.27–0.23	0.44–0.43–0.11	0.02–0.03–0.04
$\text{Tan} \delta$	0.86–0.86–0.85	0.17–0.17–0.17	0.80–0.79–0.78	0.04–0.04–0.04
$J_{\text{nr}3,2}$	0.63–0.64–0.61	0.53–0.57–0.61	0.52–0.52–0.49	0.04–0.00–0.00
$R_{3,2}$	0.76–0.94–0.93	0.05–0.10–0.03	0.72–0.85–0.83	0.12–0.00–0.00

– Gaestel Colloidal index (коллоидный индекс Ге-стеля, CI) [26], используемый в SARA-анализе [27] и определенный как $\text{CI} = (S + A)/(R + Ar)$;

– Asphaltene Index (асфальтеновый индекс, AI) – ASTM D3279-2019, определенный как $\text{Ia} = (A + R)/(S + Ar)$;

– показатель растворимости (solubility paramant) по Б.Г. Печеному [28], определенный как $\text{SP} = R/A + Ar/S$.

К сожалению, отсутствие в паспортных данных многих битумов значений растяжимости при 25°C не позволило определить коэффициент стандартных свойств, предложенный Золотаревым. Также в табл. 5 не включен анализ структурного типа битума по Колбановской [29], поскольку в современной литературе отмечается, что изменение технологии нефтепереработки привело к тому, что современные битумы существенно отличаются от тех, для которых разрабатывалась ее классификация [30]. Отметим, что по Колбановской все битумы, кроме битума С, исходя из содержания асфальтенов (менее 18 или близко к этому значению), могли бы быть отнесены ко II группе и типу «золь», а битум С к III группе и типу «золь–гель». При анализе структурных параметров авторы также не могли опираться на принятые классификации, определяющие структурный тип битума на основании статистических данных, полученных на основе классического SARA-анализа (ASTM D4124-09, ГОСТ 32269-2013), или осаждения остатка, нерастворимого в *n*-гептане (ГОСТ 11858-66), поскольку в данной работе был использован другой аналитический метод [25], и авторам не удалось найти работ, описывающих соотношение результатов, полученных разными методами.

Для битумов А, С, G, Н и I были построены (но не приведены в тексте) графики зависимости каждого из четырех структурных параметров (CI, AI, SP и PI) от каждого из шести реологических параметров (осцилляционных – G^* , $G^*/\sin \delta$, $G^*/(1 - (1/\text{tg } \delta \cdot \sin \delta))$, $\text{tg } \delta$ и ротационных – $J_{\text{nr}3,2}$, $R_{3,2}$) для трех температур (всего 72 графика). По методу наименьших квадратов проводились прямые линии и определяли коэффициент корреляции. Поскольку упругое восстановление большинства битумов при 64°C близко к нулю, корреляция параметров при данной температуре не рассматривалась. Полученные результаты приведены в табл. 6. Значения коэффициента корреляции R^2 для трех температур приведены в ячейках таблицы по порядку: первое число для 46°C, второе – для 52°C и третье – для 58°C.

Анализируя данные табл. 6, можно отметить отсутствие корреляции в исследованном температурном интервале между всеми реологическими параметрами и индексом пенетрации (PI), который характеризует свойства битума ниже температуры размягчения по КиШ. Также отсутствует корреляция для параметров AI и $\text{tg } \delta$ и параметров AI и $R_{3,2}$.

Два реологических параметра – G^* и $G^*/\sin \delta$ показали наилучшую корреляцию (наибольшее значение R^2) со структурным параметром Asphaltene Index (AI), что позволяет говорить о преобладающем влиянии на эти параметры концентрации асфальтенов и смол в битуме.

Для других 4-х реологических параметров – $G^*/(1 - (1/\text{tg } \delta \cdot \sin \delta))$, $\text{tg } \delta$, $J_{\text{nr}3,2}$, $R_{3,2}$, наилучший результат был достигнут при сопоставлении с Gaestel Colloidal index (CI). Следует отметить, что лучшие значения R^2 для параметров G^* , $G^*/\sin \delta$, $\text{tg } \delta$ и $J_{\text{nr}3,2}$

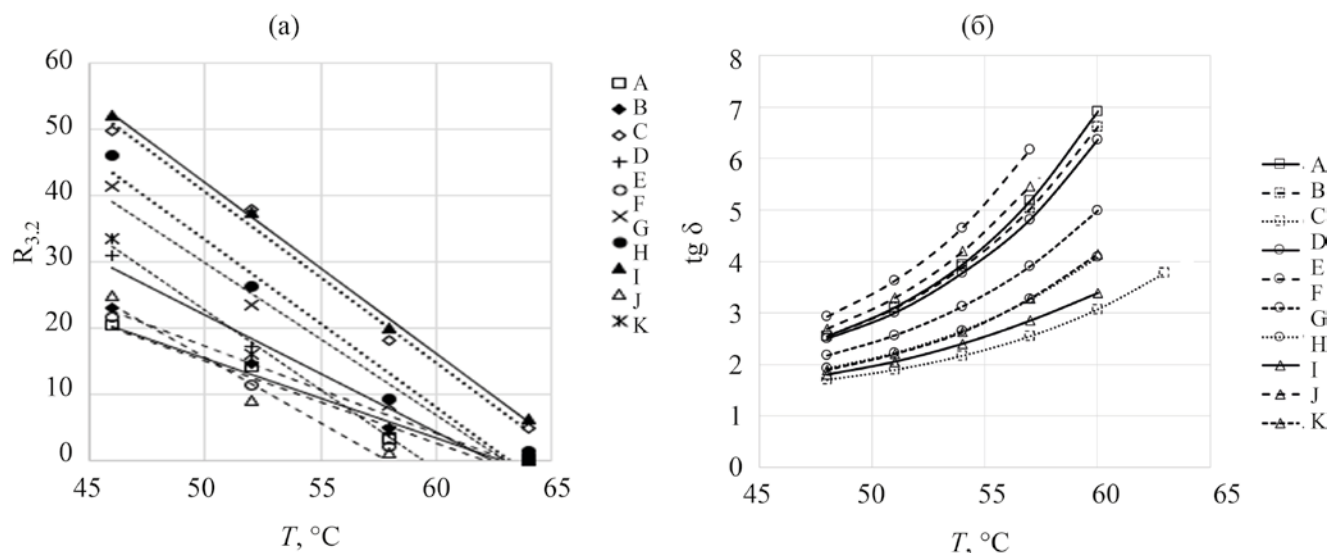


Рис. 4. График зависимости: (а) $R_{3,2}$ от температуры (по ГОСТ Р 58400.6; для каждой температуры использован новый образец) и (б) $\text{tg } \delta$ от температуры при определении параметра $G^*/\sin \delta_{\text{RTFO}}$ (по ГОСТ Р 58400.10 с шагом в 6°C и продолжительностью термостатирования при каждой температуре 10 мин).

в диапазоне $46\text{--}58^\circ\text{C}$ не зависят (или слабо зависят) от температуры, в отличие от параметров $R_{3,2}$ и $G^*/(1 - (1/\text{tg } \delta \cdot \sin \delta))$.

Сравнивая между собой параметры колееобразования $G^*/\sin \delta$ и $J_{\text{nr}3,2}$ можно отметить, что они показывают хорошую корреляцию с разными структурными параметрами – AI и CI, соответственно. И, как уже упоминалось во Введении, по данным полевых испытаний, $J_{\text{nr}3,2}$ позволяет лучше, чем $G^*/\sin \delta$ прогнозировать устойчивость битумных вяжущих к образованию колеи пластичности.

Наилучшие корреляции в рассмотренной серии параметров наблюдались при сопоставлении структурного параметра Gaestel Colloidal index (CI) с ротационным параметром $R_{3,2}$ ($R^2 = 0.94\text{--}0.93$ при $52\text{--}58^\circ\text{C}$) и осцилляционным параметром – $\text{tg } \delta$ ($R^2 = 0.86\text{--}0.85$ при $46\text{--}58^\circ\text{C}$). Параметры $R_{3,2}$ и $\text{tg } \delta$ также показали хорошую корреляцию со структурным параметром Показатель растворимости по Печеному (SP). При этом самые высокие значения R^2 были отмечены для параметра $R_{3,2}$ в интервале $52\text{--}58^\circ\text{C}$ (выше температуры размягчения по КиШ) при соотнесении с параметрами CI и SP. Следует отметить, что в соответствии с методологией Supergravel по определению максимальной расчетной температуры эксплуатации битумного вяжущего, именно этот температурный интервал важен

для прогнозирования поведения битума в составе дорожного покрытия в климатических условиях II и III дорожно-климатических зон РФ.

На рис. 4 для 10-ти исследованных битумов приведены зависимости от температуры $R_{3,2}$ и $\text{tg } \delta$, полученные в испытаниях по ГОСТ Р 58400.6 и ГОСТ Р 58400.10, соответственно. Можно отметить, что зависимость $R_{3,2}$ от температуры в интервале $46\text{--}64^\circ\text{C}$ линейная с $R^2 0.95\text{--}0.99$, а зависимость $\text{tg } \delta$ от температуры в том же интервале носит экспоненциальный характер с $R^2 0.98\text{--}0.99$. Возможно, большее значение R^2 для $R_{3,2}$ по сравнению с $\text{tg } \delta$ при их сопоставлении с параметром CI связано с линейным поведением $R_{3,2}$ в рассмотренном температурном интервале.

По данным ДСК известно, что широкий эндотермический максимум при температурах выше комнатной, связанный с плавлением (кристаллизацией) парафинов и стеклованием асфальтенов [31] может распространяться на исследованный в данной работе температурный диапазон. Ширина и положение этого максимума зависят от химического состава битума. Также известно [32], что в АСМ исследованиях при нагревании образцов можно наблюдать исчезновение (плавление) так наз. «bee-shaped» structures [33], также именуемых в литературе «bee-like» или catanaphase [34]. Образование

«bee-like» structure, как считается, связано с взаимодействием между кристаллизующимися парафинами и остальным битумом [35, 36]. Отметим, что размягчение битумов, определяемое по методу Кольца и шара, может быть связано с плавлением «bee-like» structures. Очевидно, что для лучшего понимания приведенных результатов необходимо в дальнейшем привлекать атомно-силовую микроскопию с анализом изменения микроструктуры битума. Также следует отметить, что в данной работе исследования химического состава было выполнено, как это принято, для несостаренных образцов, а реологические испытания – для образцов, подвергшихся RTFO-старению. В дальнейшем целесообразно включить в рассмотрение анализ химического состава состаренных образцов.

Резюмируя полученные результаты, можно отметить, что, несмотря на несомненные преимущества битумов С и Н, в части стойкости к множественным циклам ползучести-восстановления, данные битумы можно использовать при уровне транспортной нагрузки «Е» (экстремальная) только, если максимальная температура эксплуатации дорожного покрытия не превышает 46°C. Для районов, где требуется вяжущее марки PG52 и выше, необходимо применение модифицированного битума.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На основе реологических испытаний десяти российских битумов, выполненных в температурном диапазоне от 46 до 70°C показано, что:

- в диапазоне пенетрации битума от 60 до 110×0.1 мм верхняя температура эксплуатации шести битумов составила 64°C (PG 64) и одного битума (С – 74×0.1 мм) – 70°C (PG70). Для битумов с пенетрацией выше 110×0.1 мм верхняя температура составила 58°C (PG 58);

- по результатам испытаний на устойчивость к воздействию множественных циклов ползучести-восстановление (MSCR тест) все битумы марок БНД 60/90 и БНД 70/100 (с диапазоном пенетрации от 60 до 87×0.1 мм) при температуре 46°C, т.е. ниже температуры их размягчения по кольцу и шару, по параметрам $J_{nr3.2}$ и J_{nr10} были отнесены к марке PG46E – дороги с экстремально тяжелыми условиями и неподвижным характером движения. Однако при 52°C на дорогах такого класса можно

использовать лишь шесть битумов при стандартной транспортной нагрузке ($\tau = 3.2$ кПа) и только один (С – 74×0.1 мм) при увеличенной транспортной нагрузке ($\tau = 10$ кПа), в то время как во многих регионах РФ в летний период дорожные покрытия эксплуатируются при более высоких температурах;

- повышение температуры испытаний до 52°C и выше приводит к резкому снижению значений параметра упругое восстановление $R_{3.2}$ для всех битумов, что говорит о возможности быстрого образования колеи пластичности при этих температурах; при этом экспериментальные значения $R_{3.2}$ для всех битумов меньше рекомендуемых значений, применяемых в США для дорог с экстремальным («Е») типом движения;

- увеличение времени ползучести и/или снижение времени восстановления при испытаниях битумов С (74 × 0.1 мм) и I (115 × 0.1 мм) при 46°C привело к росту J_{nr} и снижению $R_{3.2}$, при этом эффект увеличения продолжительности фазы ползучести более выражен, чем эффект увеличения продолжительности фазы восстановления.

Проанализирована корреляция параметров $G^*/\sin \delta$, $G^*/(1 - (1/\text{tg } \delta \cdot \sin \delta))$, модуля потерь (G'') и тангенса фазового угла ($\text{tg } \delta$) с параметрами $J_{nr0.1}$, $J_{nr3.2}$ и J_{nr10} . Показано, что зависимости всех указанных параметров от J_{nr} могут быть описаны степенными уравнениями регрессии, при этом наилучшая достоверность аппроксимации (R^2) получена для параметра Шеню $G^*/(1 - (1/\text{tg } \delta \cdot \sin \delta))$, минимальная для тангенса фазового угла ($\text{tg } \delta$), и практически одинаковая для «Superpave parameter» $G^*/\sin \delta$ и модуля потерь (G'').

На основе данных группового химического состава, выполненного для пяти битумов, оценена корреляция структурных параметров CI, AI, SP и PI с реологическими параметрами G^* , $\text{tg } \delta$, $G^*/\sin \delta$, $G^*/(1 - (1/\text{tg } \delta \cdot \sin \delta))$, $J_{nr3.2}$, $R_{3.2}$. Наилучшая корреляция была отмечена при сопоставлении структурного параметра Gaestel Colloidal index (CI) с ротационным параметром $R_{3.2}$ ($R^2 = 0.94\text{--}0.93$ при 52–58°C) и осцилляционным параметром – $\text{tg } \delta$ ($R^2 = 0.86\text{--}0.85$ при 46–58°C). Параметр колееобразования $G^*/\sin \delta$ показал максимальную корреляцию с Asphaltene index (AI) ($R^2 = 0.66\text{--}0.72$ при 46–58°C), а параметр колееобразования $J_{nr3.2}$ – с Gaestel Colloidal index (CI) ($R^2 = 0.61\text{--}0.64$ при 46–58°C).

На основе полученных данных можно сделать вывод, что обязательным условием получения высококачественного дорожного покрытия, пригодного для регионов с жарким климатом и высокой нагрузкой, является модификация битумов. Исследованию влияния модификаторов на свойства дорожных битумов будет посвящена следующая работа авторов.

ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Работа выполнена в рамках Государственного задания Минобрнауки России (ФИЦ ХФ РАН тема № 122040400099-5).

КОНФЛИКТ ИНТЕРЕСОВ

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов, требующего раскрытия в данной статье.

ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ

Гордеева Ирина Владимировна, к.т.н., н.с.,
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9879-3701>

Дударева Татьяна Владимировна, с.н.с., ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-9698-8591>

Красоткина Ирина Александровна, с.н.с.,
ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1047-079X>

Горбатова Виктория Николаевна, м.н.с., ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-1592-345X>

Никольский Вадим Геннадьевич, к.ф.-м.н., с.н.с., зав. лабораторией, ORCID: <https://orcid.org/0000-0003-4775-6246>

Зверева Ульяна Георгиевна, к.х.н., начальник центра развития проектов

Обухов Александр Геннадьевич, начальник научно-исследовательского центра битумных материалов

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Advances in Interlaboratory Testing and Evaluation of Bituminous Materials: State-of-the-Art Report of the RILEM Technical Committee 206-ATB (RILEM State-of-the-Art Reports, 9) 2013-th Edition by M.N. Partl, H.U. Bahia, F. Canestrari, C. de la Roche, H. Di Benedetto, H. Piber, D. Sybilski. Springer. 2013. 456 p.
2. Рекомендации по выявлению и устранению колея на нежестких дорожных одеждах. Утверждено распоряжением Росавтодора № ОС-556-р от 24.06.2002.
3. Liu H., Luo R., Xi L., Hu L. Development of two-step secant method to interpret the flow number test data of asphalt mixtures // J. Mater. Civ. Eng. 2020. V. 32. № 4. P. 04020027. [https://doi.org/10.1061/\(ASCE\)MT.1943-5533.0003094](https://doi.org/10.1061/(ASCE)MT.1943-5533.0003094).
4. Никольский В.Г., Каплан А.М., Рочев В.Я., Густов В.В., Чекунаев Н.И., Бекешев В.Г., Красоткина И.А., Дударева Т.В., Стырикович Н.М., Внукова Л.В., Зверева У.Г., Гордеева И.В., Кретьова Л.П., Лобачев В.А., Дубина С.И., Синкевич М.А. Исследование реологических свойств и структурных особенностей дорожных битумов и вяжущих на основе композиционных материалов «ПОЛИЭПОР», предназначенных для модификации битумов и асфальтобетонных смесей. М.: Восход-А. 2016. 168 с. ISBN 978-5-93055-415-1.
5. Смирнов Д.С., Лобанова А.С. Исследование пластического колееобразования дорожных покрытий из щебеночно-мастичного асфальтобетона в Республике Татарстан // Техника и технология транспорта. 2019. № 11. С. 38. <http://transport-kgasu.ru/files/N11-38CTC19.pdf>
6. Radhakrishnan V., Sri M.R., Reddy K.S. Evaluation of asphalt binder rutting parameters // Construction and Building Materials. 2018. № 173. P. 298–307.
7. Petersen J.C., Robertson R.E., Branthaver J.F., Harnsberger P.M., Duvall J.J., Kim S.S. Binder Characterization and Evaluation. V. 4. Test Methods. Report No SHRP-A-370. Strategic Highway Research Program (SHRP), National Research Council (NRC). Washington: DC. 1994.
8. Singh D., Kataware A.V. Comparison of different rheological parameters for rutting susceptibility of SBS + WMA modified binders // Innov. Infrastruct. Solut. 2016. V. 1. № 28. <https://doi.org/10.1007/s41062-016-0026-7>
9. Mturi G.A., Komba J., Zoorob S.S. // Quintin viljoen ranking rutting performance of bituminous binders in asphalt specimens using linear viscoelastic properties // Conference: CAPSA 2014.
10. D'Angelo J. New high-temperature binder specification using multistress creep and recovery // Transportation research circular E-C147. Development in asphalt binder specifications. Sponsored by characteristics of bituminous materials committee transportation research board. Transportation Research Board. Washington: DC. 010. <https://doi.org/10.17226/22903>
11. Dongré R., D'Angelo J., Reinke G., Shenoy A. New criterion for Superpave high-temperature binder specification // Transportation Research Record Journal of the Transportation Research Board. 2004. V. 1875. № 1. P. 22–32. <https://doi.org/10.3141/1875-04>

12. *Shenoy A.* High temperature performance grading of asphalts through a specification criterion that could capture field performance // *J. Transp. Eng.* 2004. V. 130. № 1. P. 132–137.
13. *De Visscher J., Vanelstraete A.* Practical test methods for measuring the zero shear viscosity of bituminous binders // *Mat. Struct.* 2004. V. 37. № 5. P. 360–364.
14. CEN/TS 15324 Bitumen and bituminous binders – determination of equiviscous temperature based on low shear viscosity using dynamic shear rheometer in low frequency oscillatory mode. Brussels: European Committee for Standardization. 2008.
15. *D'Angelo J., Kluttz R., Dongre R.N., Stephens K., Zanzotto L.* Revision of the superpave high temperature binder specification: the multiple stress creep recovery test // *J. Assoc. Asphalt Paving Technol.* 2007. V. 76. P. 123–162.
16. *Wasage T.L.J., Stastna J., Zanzotto L.* Rheological analysis of multi-stress creep recovery (MSCR) test // *Int. J. Pav. Eng.* 2011. V. 12. № 6. P. 561–568.
17. *Laukkanen O.-V., Soenen H., Pellinen T., Heyrman S., Lemoine G.* Creep-recovery behavior of bituminous binders and its relation to asphalt mixture rutting // *Mater. Struct.* 2015. V. 48. № 12. P. 4039–4053.
18. *D'Angelo J.A.* The relationship of the MSCR test to rutting // *Road Mater. Pav. Des.* 2009. V. 10. Sup 1. P. 61–80.
19. *Domingos M.D.I., Faxina A.L.* Creep-recovery behavior of asphalt binders modified with SBS and PPA // *J. Mater. Civ. Eng.* 2014. V. 26. № 4. P. 781–783.
20. *Golalipour A., Bahia H.U., Tabatabaee H.A.* Critical considerations toward better implementation of the multiple stress creep and recovery test // *J. Mater. Civ. Eng.* 2017. V. 29 № 5. P. 04016295.
21. *Sharma A., Naga G.R., Kumar P., Raha S.* Development of an empirical relationship between non-recoverable creep compliance & zero shear viscosity for wide-ranging stiffness of asphalt binders // *Construction and Building Materials.* 2022. V. 326. P. 126764. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2022.126764>
22. *Zeida W., Liu H., Ezzat H., Al-Khateeb G.G., Underwood B.S., Shanableh A., Samarai M.* Review of the Superpave performance grading system and recent developments in the performance-based test methods for asphalt binder characterization // *Construction and Building Materials.* 2022. V. 319. P. 126063. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2021.126063>
23. База данных Спецификаций (Технических требований) к битумным вяжущим США (он-лайн) US State Binder Specifications – Asphalt Institute. URL: <https://www.asphaltinstitute.org/engineering/specification-databases/us-state-binder-specifications/>
24. *Soenen H., Blomberg T., Pellinen T., Laukkanen O.-V.* The multiple stress creep-recovery test: a detailed analysis of repeatability and reproducibility // *Road Mater. Pav. Des.* 2013. V. 14. Sup 1. P. 2–11.
25. «Методика измерений группового химического состава тяжелых нефтепродуктов методом жидкостно-адсорбционной хроматографии с градиентным вытеснением». Уфа. 2014. 18 с.
26. *Gaestel C., Smadja R., Lamminan K.A.* Contribution à la connaissance des propriétés des bitumes routiers // *Rev. Gé Nérale des Routes Aérodrômes.* 1971. V. 466. P. 85–97.
27. *Lesueur D.* The colloidal structure of bitumen: Consequences on the rheology and on the mechanisms of bitumen modification // *Advances in Colloid and Interface Science.* 2009. V. 145. P. 42–82.
28. *Печеный Б.Г.* Битумы и битумные композиции. М.: Химия. 1990. 256 с
29. *Колбановская А.С., Михайлов В.В.* Дорожные битумы. М.: Транспорт. 1973. 261 с
30. *Evdokimova N.G., Egorova N.A., Sultanova D.P., Kunakulova E.M., Serezhkina N.G.* The formation of the sol-gel nanostructures of road bitumen by selecting chemical group composition // *Nanotehnologii v stroitel'stve (Nanotechnologies in Construction).* 2019. V. 11. № 5. P. 512–525. <https://doi.org/10.15828/2075-8545-2019-11-5-512-525>
31. *Masson J-F, Leblond V., Margeson J., Bundalo-Perc S.* Low-temperature bitumen stiffness and viscous paraffinic nano- and micro-domains by cryogenic AFM and PDM NRCC-49710 // *J. of Microscopy.* 2007. V. 227. № 3. P. 191–202.
32. *De Moraes M.B., Pereira R.B., Simão R.A., Leite L.F.M.* High temperature AFM study of CAP 30/45 pen grade bitumen // *J. of Microscopy.* 2010. V. 239. P. 46–53. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2818.2009.03354.x>
33. *Jäger A., Lackner R., Elsenmenger-Sittner C., Blab R.* Identification of microstructural components of bitumen by means of atomic force microscopy (AFM) // *Proc. Appl. Math. Mech.* 2004. V. 4. P. 400–401. <https://doi.org/10.1002/pamm.200410181>
34. *Masson J-F, Leblond V., Margeson J.* Bitumen morphologies by phase-detection atomic force microscopy // *J. of Microscopy.* V. 221. № 1. 2006. P. 17–29. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2818.2006.01540.x>
35. *Pauli A.T., Grimes R.W., Beemer A.G., Miller J.J., Beiswenger J.D., Branthaver J.F.* Studies if the Physico-Chemical Nature of the SHRP Asphalts: PART-I & II // *Proceedings of the international workshop on chemomechanics of bituminous materials.* 2009. P 25–30, 49–53. ISBN 978-94-90284-04-6
36. *Pauli A.T., Grimes R.W., Beemer A.G., Turner T.F., Branthaver J.F.* Morphology of asphalts, asphalt fractions and model wax-doped asphalts studied by atomic force microscopy // *Intern. J. of Pavement Engineering.* 2011. V. 12. № 4. P. 291–309. ISSN 1029-8436. <https://doi.org/10.1080/10298436.2011.575942>