МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31735— 2012

МАТЕРИАЛЫ БИТУМИНОЗНЫЕ

Определение содержания битума

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС), Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 1 октября 2012 г. № 51-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004--97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004--97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 ноября 2012 г. № 889-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31735—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2014 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 4—86 (2010) «Стандартный метод определения содержания битума» («Standard test methods for bitumen content», IDT).

Стандарт разработан подкомитетом D08.03 по облицовочным и битумным материалам для мембранной гидроизоляции и мастичной кровли технического комитета D08 по кровле и гидроизоляции Американского общества по испытаниям и материалам (ASTM).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Ноябрь 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2013, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Аппаратура, реактивы и материалы 1
4 Меры предосторожности 2
5 Подготовка пробы 2
6 Подготовка тиглей 2
7 Метод 1 2
8 Метод 2 3
9 Расчеты 4
10 Прецизионность 5

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ БИТУМИНОЗНЫЕ

Определение содержания битума

Bituminous materials. Determination of bitumen content

Дата введения — 2014—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания битума в битуминозных материалах при его содержании не менее 25 %. Содержание битума можно быстро и точно определить, применяя метод 1, приведенный в разделе 7. Однако некоторые битуминозные материалы, содержащие тонкоизмельченные минеральные вещества, могут засорять фильтр или может оказаться затруднительным задержать минеральный остаток. В таких случаях следует применять метод 2, приведенный в разделе 8.

1.2 Значения, выраженные в единицах СИ, следует считать стандартными. В настоящий стандарт не включены другие единицы измерения.

1.3 Настоящий стандарт не рассматривает всех проблем безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за обеспечение соблюдения техники безопасности, охрану здоровья и определение границ применимости стандарта до начала его применения. Особые меры предосторожности приведены в разделе 4.

2 Нормативные ссылки

2.1 Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные стандарты[1)]. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения).

ASTM D 370—2002, Practice for dehydration of oil-type preservatives (Руководство по обезвоживанию нефтяных консервантов)

ASTM E 177—2010, Practice for use of the terms precision and bias in ASTM test methods (Руководство по применению понятий «прецизионность» и «отклонение» в методах испытания ASTM)

3 Аппаратура, реактивы и материалы

3.1 Фильтровальный тигель, фарфоровый, высокий, вместимостью от 25 до 40 см^3 с мелкопористым дном, максимальным размером пор 7 мкм.

Примечание 1 — Фильтры Selas класса 01, размер FC 30 или FC 40, или эквивалентные, имеются у поставщиков лабораторного оборудования.

[1)] Ссылки на стандарты ASTM можно уточнить на сайте ASTM website, gost.e-ecolog.ru /жбе поддержки клиентов ASTM service@astm.org, а также в информационном томе ежегодного сборника стандартов ASTM (Website standard's Document Summary).

Издание официальное

3.2 Аналитический вспомогательный фильтрующий материал цеолит (CAFA). Высушивают до постоянной массы при 105 °С и хранят в плотно укупоренной таре.

Примечание 2 — Используют цеолит 211 или цеолит 505.

3.3 Стаканы Гриффина, низкие, вместимостью 30 $см^3$ и 150 $см^3$.

3.4 Дисульфид углерода химически чистый.

Примечание 3 — Для асфальтовых материалов, содержащих наполнитель, вместо дисульфида углерода можно применять трихлорэтилен. Однако при арбитражных испытаниях должен применяться дисульфид углерода.

3.5 Фильтровальная колба с держателем для тигля.

3.6 Сушильный шкаф.

3.7 Горелка Бунзена или муфельная печь.

3.8 Вакуумный насос.

3.9 Аналитические весы.

3.10 Эксикатор.

3.11 Чашка для выпаривания.

3.12 Часовые стекла.

4 Меры предосторожности

4.1 Дисульфид углерода является легковоспламеняющейся жидкостью. Пары могут самопроизвольно воспламеняться при контакте с горячей поверхностью, например, с нагревательной плитой, сушильным шкафом или радиатором. При использовании данного растворителя фильтрование проводят в вытяжном шкафу на большом расстоянии от пламени или других источников тепла. До помещения тиглей или других сосудов в сушильный шкаф даже незначительные количества дисульфида углерода должны быть удалены (на что указывает отсутствие запаха). В противном случае может произойти воспламенение паров. Следует избегать прямого контакта с дисульфидом углерода, так как он оказывает сильное раздражающее действие на кожные покровы.

5 Подготовка пробы

5.1 Проба должна быть представительной. Если проба содержит более 2 % воды, ее обезвоживают согласно ASTM D370. Твердый хрупкий материал измельчают до порошкообразного состояния и высушивают при температуре ниже температуры плавления материала.

6 Подготовка тиглей

6.1 Если тигель после тщательной очистки (см. 6.2) использовался менее чем для шести определений, его очищают следующим образом: удаляют слой цеолита, моют тигель дистиллированной водой, высушивают и прокаливают в муфельной печи в течение 1 ч при температуре около 800 °С. Тигель медленно охлаждают, помещая его в сушильный шкаф на 1 ч после извлечения из муфельной печи, для предотвращения растрескивания и в теплом состоянии помещают в эксикатор.

6.2 После использования тигля для проведения шести определений удаляют остаточную золу из пор в зоне фильтрования путем кипячения в разбавленной (1:1) соляной кислоте (добавляют равный объем концентрированной соляной кислоты к дистиллированной воде). Затем тигель кипятят в дистиллированной воде, тщательно промывают обратным потоком дистиллированной воды, сушат и прокаливают согласно 6.1.

7 Метод 1

7.1 Взвешивают около 2 г пробы (проба должна содержать от 0,1 до 0,3 г нерастворимого вещества) в предварительно взвешенном стакане вместимостью 150 $см^3$ и добавляют 100 $см^3$ дисульфида углерода небольшими порциями при постоянном помешивании, до тех пор пока все частички пробы не растворятся и не будут прилипать к стенкам стакана. Накрывают стакан часовым стеклом и оставляют на 15 мин.

7.2 Помещают от 0,45 до 0,55 г сухого CAFA в чистый, сухой, фильтровальный тигель. Равномерно распределяют цеолит по дну. Сразу взвешивают и записывают массу тигля с цеолитом.

7.3 Осторожно фильтруют раствор дисульфида углерода через слой CAFA (предварительно смоченный дисульфидом углерода) в подготовленный тигель, применяя или не применяя, в зависимости от ситуации, небольшое разряжение (вакуум), удерживая как можно больше осадка в стакане до тех пор, пока раствор не пройдет через слой цеолита. Промывают стакан небольшим количеством дисульфида углерода, перенося весь осадок из стакана на слой цеолита. Не дают слою цеолита высыхать до тех пор, пока фильтрование полностью не будет завершено. Промывают содержимое тигля с цеолитом дисульфидом углерода до тех пор, пока фильтрат не станет практически бесцветным, затем применяют вакуумный насос для удаления оставшегося дисульфида углерода. Вынимают тигель из держателя, смывают весь битум со дна и помещают тигель на верхнюю полку сушильного шкафа для удаления паров дисульфида углерода. (Предупреждение — см. 4.1). В сушильном шкафу при температуре (110 ± 10) °С стакан выдерживают не менее 20 мин. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

7.4 Если нерастворимое вещество прилипло к стенкам стакана, стакан сушат в сушильном шкафу при температуре 110 °С и взвешивают. Массу прилипшего остатка прибавляют (как поправку) к массе нерастворимого остатка в тигле.

7.5 Если требуется определение минерального остатка, прокаливают тигель (7.3), пока он не накалится до бледно-красного цвета. Выдерживают при этой температуре до тех пор, пока не сгорит углерод; затем повышают температуру до появления ярко-красного цвета тигля. После охлаждения к остатку добавляют насыщенный раствор карбоната аммония в количестве, в пять раз превышающем массу нерастворимого остатка, и дают ему разложиться в течение 1 ч при комнатной температуре в накрытом стакане; затем сушат в сушильном шкафу при температуре 105 °С — 110 °С до постоянной массы (см. примечание 4). Вводят поправки, при необходимости, согласно 7.4 или 7.6 к массе минерального остатка в тигле.

Примечание 4 — Если присутствуют водорастворимые соли, не растворимые в дисульфиде углерода, количество таких солей можно определить в соответствии с методикой, описанной в Протоколе Комитета D04 по материалам для дорожного покрытия, 1937 г. [2)]

7.6 Если есть вероятность того, что какое-то количество минерального вещества могло пройти через фильтр, поправка может быть определена согласно 8.5.

8 Метод 2

8.1 Взвешивают около 2 г пробы в предварительно взвешенном стакане вместимостью 50 см^3. Добавляют в стакан около 0,5 г, взвешенного с точностью до 0,001 г свежевысушенного CAFA. Прибавляют около 25 см^3 дисульфида углерода и перемешивают вспомогательный фильтрующий материал в жидкости. Дают отстояться, накрыв часовым стеклом, не менее 1 ч, периодически перемешивая, чтобы полностью растворить пробу.

8.2 Помещают от 0,45 до 0,55 г сухого цеолита CAFA в чистый, сухой, фильтровальный тигель. Распределяют цеолит равномерно по дну. Сразу взвешивают и записывают массу тигля с цеолитом.

8.3 Перед началом процесса фильтрования перемешивают цеолит с жидкостью. Смачивают слой цеолита CAFA в тигле дисульфидом углерода. Выливают раствор из стакана на слой цеолита, наполняя тигель доверху. Применяют небольшое разрежение (вакуум) в процессе фильтрования жидкости, вливают оставшееся содержимое стакана вместимостью 50 см^3 в тигель. Промывают стакан небольшим количеством дисульфида углерода, переносят весь осадок из стакана на слой цеолита. Не дают слою цеолита высыхать до завершения фильтрования. Промывают содержимое тигля дисульфидом углерода до тех пор, пока фильтрат не станет практически бесцветным, затем применяют сильное разрежение (вакуум), чтобы удалить оставшийся дисульфид углерода. Вынимают тигель из держателя, смывают весь битум со дна и помещают тигель на верхнюю полку сушильного шкафа, пока не испариться весь дисульфид углерода. В сушильном шкафу при температуре (110 ± 10) °С тигель выдерживают не менее 20 мин. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

8.4 Если нерастворимый остаток прилип к стенкам стакана, стакан сушат в сушильном шкафу при температуре 110 °С и взвешивают. Массу прилипшего остатка прибавляют (как поправку) к массе нерастворимого остатка в тигле.

[2)] Издания научного общества, ASTM, том 37, часть I, 1937, стр. 395.

8.5 Прокаливают чашку для выпаривания до бледно-красного цвета, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Выливают фильтрат из фильтровальной колбы в чашку и тщательно промывают колбу дисульфидом углерода, также выливая этот раствор в чашку. Сжигают фильтрат в вытяжном шкафу и прокаливают остаток, пока не останется черных или раскаленных докрасна пятен. Особую осторожность следует проявлять в ходе прокаливания, чтобы предотвратить выброс легкого минерального остатка из чашки. Охлаждают в эксикаторе и сразу взвешивают. Полученную массу прибавляют (как поправку) к массе нерастворимого остатка в тигле.

8.6 Если требуется определение минерального остатка, нагревают тигель (8.3) с содержимым до бледно-красного цвета. Выдерживают эту температуру до тех пор, пока весь углерод не сгорит; затем повышают температуру до появления ярко-красного цвета тигля. После охлаждения добавляют к остатку насыщенный раствор карбоната аммония в количестве, в пять раз превышающем массу остатка, и дают ему разложиться в течение 1 ч при комнатной температуре в накрытом стакане; затем сушат в сушильном шкафу при температуре 105 °С — 110 °С до постоянной массы (см. примечание 4). Вводят поправки согласно 8.4 и 8.5 к массе минерального остатка в тигле.

8.7 Массу вспомогательного фильтрующего материала следует вычесть из общей массы нерастворимого остатка, а также из общей массы минерального остатка в тигле, чтобы получить массу нетто.

9 Расчеты

9.1 Рассчитывают содержание битума по формуле

$$\%\ \text{битума (\% растворимого в дисульфиде углерода вещества)} = 100 - \left(\frac{A}{B}100\right), \quad (1)$$

где A — общая масса нерастворимого материала, г;

B — общая масса используемой обезвоженной пробы, г.

9.1.1 Результат определения содержания битума записывают в протокол испытания с округлением до 0,1 %.

10 Прецизионность

10.1 Оценочные показатели стандартных отклонений (σ_ρ') и критерии приемлемости результатов (доверительный интервал 95 %) приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Оценочные показатели стандартных отклонений

	Внутрилабораторная прецизионность[A]		Межлабораторная прецизионность[A]	
	Среднеквадратическое отклонение σ_ρ'[B]	Повторяемость[C]	Среднеквадратическое отклонение σ_ρ'[B]	Воспроизводимость[D]
Смолы жидкие (при использовании дисульфида углерода)	0,11	0,31	0,22	0,61
Смолы полутвердые (при использовании дисульфида углерода)	0,17	0,48	0,83	2,34
			Жидкие смолы	Полутвердые смолы
Материалы			1	1
Число повторений			3	3
Растворители			1	1
Лаборатории			8	8
Число степеней свободы:				
Внутрилабораторная прецизионность			14	15
Межлабораторная прецизионность			6	7
Стандартное отклонение S:				
Внутрилабораторная прецизионность			0,103	0,167
Межлабораторная прецизионность			0,208	0,798

[A] Определения терминов и рекомендуемое использование показателей приведены в ASTM E177. Оценочные показатели стандартного отклонения основываются на следующем:

[B] Приведенные значения стандартных отклонений σ_ρ' характеризуют оценочное стандартное отклонение процесса измерения при заданных условиях. Данные значения рассчитывают путем умножения стандартных отклонений приемлемых данных на коэффициент $1 + 1/\sqrt{(N-1)}$, где N — количество испытаний.

[C] Два результата, полученные оператором на одной и той же пробе, следует считать недостоверными, если расхождение между ними превышает установленное стандартное отклонение. Согласно ASTM E177 это — предельное отклонение, соответствующее двум среднеквадратическим отклонениям результатов, полученных в одной лаборатории одним оператором на одном оборудовании в течение нескольких дней.

[D] Два результата, полученные операторами в разных лабораториях, следует считать недостоверными, если расхождение между ними превышает установленное стандартное отклонение. Согласно ASTM E177, это — предельное отклонение, соответствующее двум среднеквадратическим отклонениям результатов, полученных в разных лабораториях разными операторами на разном оборудовании в течение нескольких дней.

УДК 665.6.033:006.354 МКС 75.140

Ключевые слова: битуминозные материалы, содержание битума

Редактор *Е.И. Мосур*
Технический редактор *М.В. Бучная*
Корректор *И.Е. Черепкова*
Компьютерная верстка *М.В. Лебедевой*

Сдано в набор 01.11.2019. Подписано в печать 11.11.2019. Формат 60×84¼. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,18.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,

117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru