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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 32154— 2013

МАТЕРИАЛЫ БИТУМИНОЗНЫЕ

Метод определения пенетрации

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 Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса», Государственным унитарным предприятием «Институт нефтехимпереработки Республики Башкортостан» (ГУП «Институт нефтехимпереработки РБ»), Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») 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 25 марта 2013 г. № 55-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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 августа 2013 г. № 494-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32154—2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2014 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 5—06 «Определение пенетрации битуминозных материалов» («Definition of penetration of bituminous materials», IDT)

Стандарт разработан Комитетом ASTM D 04 «Дорожные материалы» и находится под контролем подкомитета D 04.44 «Реологические испытания» Американского общества специалистов по испытаниям материалов.

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

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 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, 2014, 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 Термины и определения . . . 2
4 Сущность метода . . . 2
5 Назначение и применение . . . 2
6 Аппаратура . . . 2
7 Подготовка к проведению испытания . . . 4
8 Условия проведения испытания . . . 5
9 Проведение испытания . . . 5
10 Оформление результатов . . . 5
11 Прецизионность . . . 6
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных стандартов межгосударственным стандартам . . . 7

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ БИТУМИНОЗНЫЕ

Метод определения пенетрации

Bituminous materials. Method for determination of penetration

Дата введения — 2014—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения пенетрации (глубины проникания иглы) полутвердых и твердых битуминозных материалов.

Аппаратура и условия проведения испытаний, приведенные в настоящем стандарте, позволяют определять пенетрацию до 500 единиц.

Примечание — При подготовке и испытании нерастворимой части эмульсии по настоящему методу руководствуются ASTM D 244, раздел 35.

Значения в единицах системы СИ рассматривают как стандартные.

В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения)[1)].

ASTM D 36, Standard test method for softening point of bitumen (ring-and-ball apparatus) [Стандартный метод определения температуры размягчения битума (аппарат кольца и шара)]

ASTM D 244, Test methods and practices for emulsified asphalts (Методы и методики испытаний эмульгированных битумов)

ASTM E 1, Specification for ASTM liquid-in-glass thermometers (Спецификация на стеклянные жидкостные термометры ASTM)

ASTM E 77, Test methods for inspection and verification of thermometers (Стандартные методы контроля и поверки термометров)

ASTM E 1137/ASTM E 1137 M, Standard specification for industrial platinum resistance thermometers (Стандартная спецификация на промышленные платиновые термометры сопротивления)

ASTM E 2251, Specification for liquid-in-glass ASTM thermometers with low-hazard precision liquids (Спецификация на стеклянные жидкостные термометры ASTM, заполненные малоопасными жидкостями)

ANSI B 46.1, Surface texture (Структура поверхности)[2)]

[1)] По вопросу стандартов ASTM следует посетить ASTM website, gost.e-ecolog.ru атиться к службе ASTM по работе с клиентами на gost.e-ecolog.ru ме ежегодного сборника стандартов ASTM см. страницу ASTM Website standard's Document Summary.

[2)] Доступен в Американском национальном институте стандартов, 25 W. 43rd St., 4th Floor, New York, NY 10036.

Издание официальное

ISO 468, Surface roughness-parameters, their values and general rules for specifying requirements (Шероховатость поверхности. Параметры, значения и общие правила установления технических требований)[1), 2)]

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением:

3.1 **пенетрация** (penetration): Глубина, на которую стандартная игла вертикально проникает в образец битуминозных материалов при известной нагрузке, времени и температуре, выраженная в десятых долях миллиметра.

4 Сущность метода

4.1 Образец расплавляют (если испытание начинают при температуре окружающей среды) и охлаждают при контролируемых условиях. Пенетрацию измеряют пенетрометром, который воздействует на образец стандартной иглой при определенных условиях.

5 Назначение и применение

5.1 Пенетрация характеризует консистенцию битуминозных материалов. Чем выше значение пенетрации, тем мягче консистенция.

6 Аппаратура

6.1 Пенетрометр

Пригоден любой аппарат, позволяющий держателю иглы (шпинделю) перемещаться вертикально без измерения трения и показывающий глубину проникания иглы с точностью до 0,1 мм. Шпиндель должен быть массой (47,50 ± 0,05) г. Шпиндель с иглой должен быть общей массой (50,00 ± 0,05) г. Должна быть также предусмотрена масса (50,00 ± 0,05) и (100,00 ± 0,05) г при использовании нагрузок 100 и 200 г, необходимых для некоторых условий испытания. Поверхность, на которую помещают контейнер с образцом, должна быть плоской, ось плунжера должна быть под углом приблизительно 90° к этой поверхности. Аппарат должен быть оборудован указателем уровня, шпиндель должен легко отсоединяться для взвешивания.

6.1.1 Указатель уровня поверяют не реже одного раза в год с помощью переносного нивелира.

6.2 Игла для пенетрации

6.2.1 Игла (рисунок 1) должна быть из закаленной и отпущенной нержавеющей стали марки 440-С или эквивалентной ей твердостью HRC 54 или 60. Стандартная игла должна иметь длину приблизительно 50 мм (2 дюйма), длинная игла — приблизительно 60 мм (2,4 дюйма). Диаметр игл должен быть от 1,00 до 1,02 мм (от 0,0394 до 0,0402 дюйма). Конец иглы должен быть коническим, заточенным под углом от 8,7° до 9,7° по всей длине конуса. Конус должен иметь общую ось с телом иглы, отклонение от оси должно быть не более 0,2 мм (0,008 дюйма). Диаметр усеченной вершины конуса должен быть от 0,14 до 0,16 мм (от 0,0055 до 0,0063 дюйма), ось вершины конуса должна соответствовать оси иглы с допустимым отклонением 2°. Усеченная поверхность на конце должна быть острой и без заусенцев. При измерении структуры поверхности в соответствии с ANSI B 46.1 или ISO 468 среднеарифметическое значение шероховатости *Ra* поверхности конуса должно быть от 0,2 до 0,3 мкм (от 8 до 12 микродюймов). Шероховатость *Ra* поверхности стержня иглы должна быть от 0,025 до 0,125 мкм (от 1 до 5 микродюймов). Иглу закрепляют в неподверженный коррозии металлический наконечник. Наконечник должен быть диаметром (3,20 ± 0,05) мм [(0,126 ± 0,002) дюйма], длиной (38 ± 1) мм [(1,50 ± 0,04) дюйма]. Незащищенная часть стандартной иглы должна иметь длину от 40 до 45 мм (от 1,57 до 1,77 дюйма), незащищенная часть длинной иглы — от 50 до 55 мм (1,97 до 2,17 дюйма). Иглу жестко закрепляют

[1)] Доступен в Американском национальном институте стандартов, 25 W. 43rd St., 4th Floor, New York, NY 10036.

[2)] Отменен.

в наконечнике. Отклонение (показание общего индикатора) острия иглы и любой части иглы по отношению к оси наконечника не должно превышать 1 мм (0,04 дюйма). Масса наконечника с иглой должна быть (2,50 ± 0,05) г (для контроля массы допускается отверстие в конце наконечника или плоскости боковой поверхности). Наконечник каждой иглы должен иметь индивидуальную маркировку (идентификацию), которую изготовитель подтверждает в течение 3 лет.

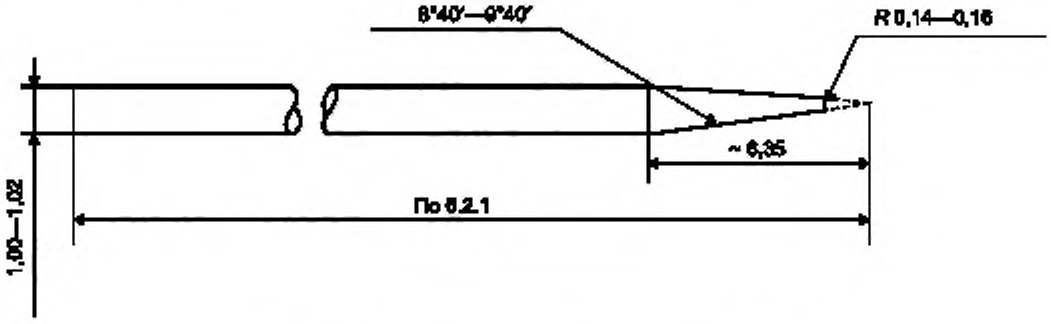


Рисунок 1 — Игла для определения пенетрации

6.2.2 При контроле квалифицированными специалистами иглы, используемые для испытаний материалов на соответствие спецификациям, должны соответствовать требованиям 6.2.1.

6.3 Контейнер для образца

Металлический или стеклянный цилиндрический плоскодонный контейнер размерами, приведенными в таблице 1.

Таблица 1 — Контейнер для образца

Пенетрация до 0,1	Диаметр, мм	Глубина, мм
До 40	33—50	8—16
До 200	55	35
От 200 до 350	55—75	45—70
От 350 до 500	55	70
Примечание — Для арбитражных испытаний материалов с пенетрацией менее 40 контейнер должен быть диаметром 55 мм, глубиной 35 мм.		

6.4 Водяная баня

Применяют водяную баню, поддерживающую температуру (25,0 ± 0,1) °С [(77,0 ± 0,2) °F] или другую температуру испытания с предельным отклонением 0,1 °С. Баня должна иметь перфорированные полки, расположенные на расстоянии не менее 50 мм от дна и не менее 100 мм ниже уровня жидкости в бане. Если для определения пенетрации используют баню, должны быть предусмотрены дополнительные достаточно крепкие полки для размещения пенетрометра. Для испытаний при низких температурах допускается использовать в бане соляной раствор.

Примечание — Для бани рекомендуется использовать дистиллированную воду. Не следует допускать загрязнения воды в бане поверхностно-активными веществами, смазками и другими химическими веществами, так как они могут повлиять на получаемые значения пенетрации.

6.5 Ванна для переноски

Ванна для переноски вместимостью не менее 350 $см^3$, достаточной глубины, чтобы вода могла полностью покрыть большой контейнер для образца. Ванна должна иметь прочную опору для предотвращения раскачивания контейнера, пригоден треножник с трехточечным захватом контейнера для образца.

6.6 Таймер

Для ручных пенетрометров может быть использовано любое подходящее устройство измерения времени — электрический таймер, секундомер или другое пружинное устройство с ценой деления 0,1 с или менее с точностью до ± 0,1 с в интервале 60 с. Также можно использовать звуковой счетчик секунд, настроенный на 1 удар каждые 0,5 с. Интервал, равный 11 ударам, должен соответствовать (5,0 ± 0,1) с. Любой автоматический таймер, соединенный с пенетрометром, должен быть точно откалиброван для обеспечения требуемого времени испытания с точностью до ± 0,1 с.

6.7 Термометры

Используют калиброванные стеклянные жидкостные термометры подходящего диапазона с делениями и максимальной погрешностью шкалы 0,1 °С (0,2 °F) или любое другое устройство измерения температуры эквивалентной точности, прецизионности и чувствительности. Термометры должны соответствовать требованиям ASTM E 1 или ASTM E 2251. Другие устройства измерения температуры должны соответствовать требованиям ASTM E 1137/ASTM E 1137M.

6.7.1 Подходят термометры, приведенные в таблице 2.

Таблица 2 — Термометры для испытания

Номер по ASTM	Диапазон
17C или 17F	От 19 °С до 27 °С (от 66 °F до 80 °F)
63C или 63F	От минус 8 °С до плюс 32 °С (от 18 °F до 89 °F)
64C или 64F	От 25 °С до 55 °С (от 77 °F до 131 °F)

6.7.2 Термометры, используемые в водяной бане, периодически калибруют в соответствии с ASTM E 77. Альтернативные устройства измерения температуры калибруют в соответствии с ASTM E 1137/ ASTM E 1137M.

7 Подготовка к проведению испытания

7.1 Образец осторожно нагревают до жидкого состояния, по возможности помешивая, для предотвращения локального перегрева. Не допускают превышения температуры более чем на 60 °С выше ожидаемой точки размягчения для пека по ASTM D 36 или более чем на 90 °С для нефтяных битумов. Образцы нагревают в течение минимального времени, необходимого для их достаточного разжижения, и перемешивают для обеспечения однородности. При этом избегают попадания пузырьков воздуха в образец.

7.2 Образец наливают в контейнер для образца на такую глубину, чтобы при охлаждении до температуры испытания высота образца составила не менее 120 % ожидаемой глубины проникания иглы. Для каждого испытания наливают отдельные образцы. Наливают три отдельных образца для каждого варианта условий испытания, если ожидаемая пенетрация — более 200 и контейнер для образца имеет диаметр менее 65 мм.

Примечание — При достаточном количестве материала рекомендуется заполнять контейнер для образца почти до краев.

7.3 Охлаждают образец на воздухе при температуре от 15 °С до 30 °С в течение 45 мин — 1,5 ч для контейнеров малых размеров (33 × 16 мм и менее), 1,0—1,5 ч — для контейнеров средних размеров (55 × 35 мм) и 1,5—2,0 ч — для контейнеров больших размеров.

Затем помещают контейнеры с образцом вместе с ванной для переноски в водяную баню (при использовании), поддерживаемую при заданной температуре испытания в течение 45 мин — 1,5 ч — для контейнеров малых размеров, 1,0—1,5 ч — для контейнеров средних размеров и 1,5—2,0 ч — для контейнеров больших размеров.

Примечание — По возможности каждый контейнер целесообразно прикрывать для защиты от пыли. Можно использовать стакан с бортиками.

8 Условия проведения испытания

8.1 Если нет конкретных указаний, испытания проводят при температуре 25 °С (77 °F), нагрузке 100 г в течение 5 с. Для специальных испытаний могут быть использованы другие условия, приведенные таблице 3, при этом в отчете указывают условия проведения испытаний.

Таблица 3 — Условия проведения испытания

Температура, °С (°F)	Нагрузка, г	Время, с
0 (32)	200	60
4 (39,2)	200	60
45 (113)	50	5
46,1 (115)	50	5

9 Проведение испытания

9.1 Осматривают держатель иглы и удаляют воду и другие инородные материалы. Если ожидают пенетрацию более 350, используют длинную иглу, в противном случае — короткую. Очищают иглу толуолом или другим подходящим растворителем, вытирают чистой тканью и вставляют в пенетрометр. Если нет других указаний, помещают груз массой 50 г выше иглы, для получения общей массы (100,0 ± 0,1) г.

9.2 Если испытания проводят на пенетрометре в бане, помещают контейнер для образца непосредственно на покрытую водой полку для пенетрометра. Контейнер для образца в бане должен быть полностью покрыт водой. Если испытания проводят на пенетрометре без бани, помещают контейнер для образца в ванну для переноски, полностью покрывают контейнер водой из бани с постоянной температурой и помещают ванну для переноски на полку для пенетрометра.

9.3 С помощью указателя уровня убеждаются, что аппарат установлен горизонтально.

9.4 Отмечают показание циферблата пенетрометра или приводят указатель к нулю. Устанавливают иглу, медленно опуская ее до касания кончиком поверхности образца. Это определяют по совпадению кончика иглы с его отражением на поверхности образца от правильно расположенного источника света. Быстро отпускают держатель иглы на указанное время и настраивают прибор для измерения расстояния проникания в десятых долях миллиметра. Если контейнер сместился, результат не учитывают.

9.5 На поверхности образца проводят не менее трех измерений в точках на расстоянии не менее 10 мм от бортиков контейнера и не менее 10 мм друг от друга. Между измерениями при использовании ванны для переноски образец и ванну для переноски возвращают в баню с постоянной температурой. Для каждого измерения используют чистую иглу. Если пенетрация превышает 200, используют не менее трех игл, оставляя их в образце до завершения трех измерений. Если диаметр контейнера для пробы менее 65 мм и ожидаемая пенетрация превышает 200, проводят одно измерение в каждом из трех отдельных контейнеров, подготовленных по 7.2.

Примечание — При использовании контейнера диаметром 55 мм и если ожидаемая пенетрация превышает 200, часто невозможно разместить держатель иглы для третьего измерения, не задевая две другие иглы, уже находящиеся в образце. Для ежедневных испытаний допускается использовать один контейнер для всех трех измерений, перемещая по мере необходимости первые две иглы, при условии что расхождение между максимальным и минимальным значениями пенетрации не превышает значения, указанного в 10.1.

10 Оформление результатов

10.1 За результат испытания принимают среднеарифметическое значение трех измерений пенетрации с точностью до целого числа, с допустимым расхождением не более приведенного в таблице 4.

Таблица 4 — Допустимое расхождение между максимальным и минимальным значениями пенетрации

Значение пенетрации	От 0 до 49 включ.	От 50 до 149 включ.	От 150 до 249 включ.	От 250 до 500 включ.
Допустимое расхождение	2	4	12	20

11 Прецизионность

11.1 Оценка прецизионности настоящего метода испытания была разработана с использованием базы данных опытных образцов AMRL, которая включает данные парных выборок, представляющих около 16 000 параллельных определений пенетрации при температуре 25 °С и около 4000 параллельных определений пенетрации при температуре 4 °С. Материалами базы данных являются обычный битум и смесь битумного вяжущего с минеральным наполнителем со значениями пенетрации в диапазоне от 29 до 286 единиц, измеренной при температуре 25 °С. Анализ этих данных показывает, что прецизионность настоящего метода может быть описана с помощью следующих уравнений:

повторяемость при температуре 25 °С	если $x < 60$, $\sigma = 0,8$, если $x > 60$, $\sigma = 0,8 + 0,03\ (x - 60)$;	(1)
воспроизводимость при температуре 25 °С	если $x < 60$, $\sigma = 2,5$, если $x > 60$, $\sigma = 2,5 + 0,05\ (x - 60)$;	(2)
повторяемость при температуре 4 °С	$\sigma = 0,8 + 0,02\ x$,	(3)
воспроизводимость при температуре 4 °С	$\sigma = 2,5 + 0,08\ x$.	(4)

где x — результат определения пенетрации, единицы пенетрации;

σ — среднеквадратичное отклонение результатов определения пенетрации, единицы пенетрации.

11.2 Приемлемый диапазон двух результатов (95%-ный доверительный интервал) может быть определен умножением среднеквадратичного отклонения, приведенного в 11.1, на коэффициент 2,83; результат округляют до целого числа.

11.3 Настоящий метод не имеет отклонения, потому что получаемые значения определяют только в терминах настоящего метода испытания.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ASTM D 36	IDT	ГОСТ 32054—2013 «Битумы нефтяные. Определение температуры размягчения по кольцу и шару»
ASTM D 244	—	*
ASTM E 1	—	*
ASTM E 77	—	*
ASTM E 1137/ASTM E 1137M	—	*
ASTM E 2251		*
ANSI B 46.1	—	*
ISO 468	—	*

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного стандарта.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичный стандарт.

УДК 665.6.033:006.354 МКС 75.140

Ключевые слова: битуминозные материалы, глубина проникания иглы, пенетрация

Редактор *Е.И. Мосур*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.И. Рычкова*
Компьютерная верстка *С.В. Сухарева*

Сдано в набор 26.08.2019. Подписано в печать 27.09.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,05.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

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 stinfo.ru

gost.e-ecolog.ru