ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

БИТУМЫ И БИТУМНЫЕ ВЯЖУЩИЕ
Метод определения растворимости

СТ РК 1228-2003

(DIN EN 12592:2000 MOD)

Издание официальное

**Комитет по стандартизации, метрологии и сертификации
Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан
(Госстандарт)**

Астана

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Казахстанский дорожный научно-исследовательский институт» (ОАО «КаздорНИИ»)

ВНЕСЕН Комитетом автомобильных дорог и строительства инфраструктурного комплекса Министерства транспорта и коммуникаций Республики Казахстан

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Комитета по стандартизации, метрологии и сертификации Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 19 декабря 2003 г. № 514

3 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к национальному стандарту Германии DIN EN 12592:2000 «Битумы и битумные связующие. Определение растворимости» путем изменения структуры стандарта.

Сравнение структуры настоящего стандарта со структурой национального стандарта Германии приведено в дополнительном приложении.

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2009 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по стандартизации, метрологии и сертификации Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Определения	2
4 Средства контроля и вспомогательные устройства	2
5 Порядок подготовки к проведению испытаний	2
6 Порядок проведения испытаний	3
7 Правила обработки результатов испытаний	4
8 Предел допустимой погрешности при проведении испытаний	4
9 Правила оформления результатов испытаний	5
10 Требования безопасности	5
Дополнительное приложение. Изменение структуры государственного стандарта модифицированного относительно структуры примененного национального стандарта Германии	6

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

БИТУМЫ И БИТУМНЫЕ ВЯЖУЩИЕ
Метод определения растворимости

Дата введения 2005.01.01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения растворимости нефтяных битумов (далее – битум) в органических растворителях – толуоле, хлороформе, трихлорэтилене или ксилоле. В качестве растворителя в спорных случаях применяется толуол.

Сущность метода заключается в растворении пробы битума в растворителе, фильтровании его через слой стеклянного порошка или бумажный фильтр в фильтровальном тигле или воронке, с последующим промыванием, высушиванием и взвешиванием нерастворимого вещества.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

СТ РК 1.5-2000 Государственная система стандартизации Республики Казахстан. Общие требования к построению, изложению, оформлению и содержанию стандартов.

ГОСТ 8.010-99 ГСИ. Методики выполнения измерений.

ГОСТ 12.1.004-91 «Пожарная безопасность. Общие требования».

ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ. «Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны».

ГОСТ 12.1.007-76 «Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности».

ГОСТ 12.1.014-79 Воздух рабочей зоны. Метод измерения концентраций вредных веществ индикаторными трубками.

ГОСТ 2517-85 Нефть и нефтепродукты. Метод отбора проб.

ГОСТ 5789-78 Толуол. Технические условия.

ГОСТ 6613-86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия.

ГОСТ 9410-78 Ксилол нефтяной. Технические условия.

ГОСТ 9976-94 Трихлорэтилен технический. Технические условия.

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия.

ГОСТ 20015-88 Хлороформ. Технические условия.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

МС ИСО 4793-80 Фильтры лабораторные спекшиеся (пористые). Класс пористости. Классификация и обозначение.

МС ИСО 5272-79 Толуол для промышленного использования. Технические требования.

МС ИСО 5280-79 Ксилол для промышленного использования. Технические требования.

Издание официальное

3 Определения

В настоящем стандарте применяются следующие термины с соответствующими определениями.

Растворимость: Количество материала, которое растворяется в определенном растворителе.

4 Средства контроля и вспомогательные устройства

4.1 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные по ГОСТ 25336:
- колбы КН-250;
- воронки В, ВФО ПОР40 или ВФ;
- колба Бунзена с тубусом вместимостью 500 $см^3$;
- стаканчик для взвешивания СВ;
- холодильник ХПТ или ХШ или ХСН;
- эксикатор 2 ÷250;
- насос водоструйный или любой насос, создающий разряжение;
- промывалка вместимостью 500 $см^3$;
- палочка стеклянная.

4.2 Весы лабораторные, 2 класс точности по ГОСТ 24104.

4.3 Баня водяная или песчаная.

4.4 Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий нагрев до температуры не ниже 200 °С и регулирование температуры с погрешностью не более 5 °С.

4.5 Фильтровальное устройство согласно рисунку 1:

4.5.1 Фильтровальная воронка из спеченного стекла: пористость Р 16, диаметр от 30 до 40 мм по действующей нормативной документации или МС ИСО 4793.

4.5.2 Стеклянный порошок из боросиликатного стекла с диаметром частиц менее 80 мкм или беззольные плотные фильтры по ГОСТ 12026.

4.5.3 Промежуточная деталь (неопреновая или резиновая пробка) для установки фильтровальной воронки в колбу с тубусом.

4.6 Сито с металлической сеткой № 07 по ГОСТ 6613 или другие сита с аналогичными размерами сетки.

4.7 При контроле применяются следующие реактивы:
- толуол по ГОСТ 5789 или МС ИСО 5272;
- ксилол по ГОСТ 9410 или МС ИСО 5280;
- трихлорэтилен по ГОСТ 9976;
- хлороформ по ГОСТ 20015.

5 Порядок подготовки к проведению испытаний

5.1 Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ 2517. Масса объединенной пробы битума должна быть достаточной для проведения испытания, но не менее 500 г.

5.2 Пробу нагревают на электроплитке закрытого типа, перемешивая ее стеклянной палочкой, избегая местного перегрева, до разжижения и удаления следов воды.

Обезвоженный и расплавленный до подвижного состояния битум процеживают через сито с металлической сеткой и затем тщательно перемешивают до полного удаления пузырьков воздуха.

5.3 Стеклянный порошок или бумажный фильтр перед испытанием промывают растворителем, помещают в стаканчик для взвешивания с открытой крышкой и сушат не менее 1 ч в сушильном шкафу при температуре от 105 до 110 °С. Затем стаканчик закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин и взвешивают с точностью до третьего десятичного знака. Операции высушивания и взвешивания

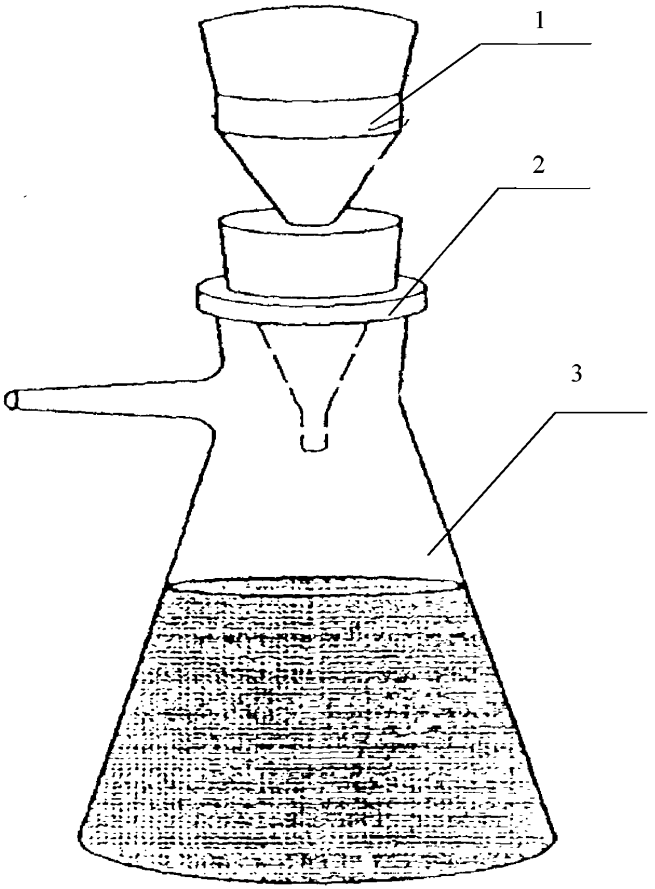
повторяют до получения расхождения между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,004 г.

Повторное высушивание фильтра проводят в течение 30 мин.

6 Порядок проведения испытаний

6.1 В предварительно взвешенную коническую колбу вместимостью 250 см^3 берут навеску битума (5±1) г и взвешивают с точностью до третьего десятичного знака.

Навеску испытуемого битума растворяют в 100 см^3 растворителя пока не исчезнут комки и прилипшие к колбе нерастворимые частички пробы. Колбу закрывают пробкой и оставляют минимум на 15 мин.



1 Фильтровальная воронка
2 Пробка из неопрена или резиновая
3 Колба Бунзена с тубусом для фильтрования

Рисунок 1 - Фильтровальное устройство

Температура, при которой проводится испытание, обычно не является критической и испытание можно проводить в лаборатории при температуре окружающей среды. В

спорных случаях растворенный образец необходимо выдерживать перед фильтрованием в течение одного часа на водяной бане, температура которой поддерживается на уровне (25±2) °С.

Допускается при растворении навески битума колбу нагреть с обратным холодильником на водяной бане, а по окончании фильтрации фильтр с осадком промыть подогретым растворителем.

6.2 Раствор битума фильтруют через доведенный до постоянной массы стеклянный или бумажный беззольный фильтр, используя фильтровальное устройство (4.5).

Раствор наливают на фильтр по стеклянной палочке. Воронку с фильтром наполняют раствором не более чем на ¾ высоты фильтра. Остаток в колбе смывают на фильтр чистым растворителем.

Остатки битума или твердые примеси, прилипшие к стенкам колбы, снимают стеклянной палочкой и смывают на фильтр чистым растворителем.

По окончании фильтрации фильтр с осадком промывают растворителем из промывалки. Промывку ведут до тех пор, пока на фильтре не будет оставаться следов битума и растворитель не будет стекать прозрачным. Допускается фильтрацию раствора битума и промывку фильтра проводить под вакуумом, при этом колбу с тубусом шлангом соединяют с насосом, создающим разряжение.

6.3 По окончании промывки фильтр с осадком переносят в стаканчик для взвешивания, в котором сушился исходный фильтр, и сушат с открытой крышкой не менее 1 ч в сушильном шкафу при температуре от 105 до 110 °С. Затем стаканчик закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин и взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака. Операцию высушивания и взвешивания повторяют до получения расхождения между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,004 г.

7 Правила обработки результатов испытаний

7.1 Содержание в процентах по массе нерастворимых компонентов (X_1), вычисляют по формуле:

$$X_1 = \frac{m_2}{m_1} \cdot 100 \qquad (1)$$

Содержание в процентах по массе растворимых компонентов (X), вычисляют по формуле:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \cdot 100, \qquad (2)$$

где, m_1 – масса битума, взятая на анализ, г;

m_2 – масса нерастворимого осадка на фильтре, г.

7.2 За растворимость битума принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, округленное до второго десятичного знака.

8 Предел допустимой погрешности при проведении испытаний

8.1 Сходимость

Два результата испытаний, полученные одним и тем же испытателем, с применением одних и тех же устройств для испытания, при постоянных условиях, на идентичном исследуемом материале, признаются достоверными (с 95 %-ной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,05 % по массе.

8.2 Воспроизводимость

Два результата испытаний, полученные в двух лабораториях на идентичном материале, признаются достоверными (с 95 %-ной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,15 % по массе.

9 Правила оформления результатов испытания

По результатам испытаний выдается документ, характеризующий качество представленной пробы и делается запись в лабораторном журнале.

В документе или журнале должно быть указано:

а) название организации, представившей пробу на испытание и название исследуемой пробы;

б) обозначение и наименование стандарта, в соответствии с которым произведено испытание;

в) используемый растворитель;

г) результаты испытаний;

д) дата проведения испытаний.

10 Требования безопасности

10.1 Битумы и битумные вяжущие являются горючими веществами с температурой вспышки выше 220 °С и минимальной температурой самовоспламенения 368 °С.

10.2 Предельно допустимая концентрация паров углеводородов битумов в воздухе рабочей зоны производственных помещений - 300 мг/м^3 в соответствии с ГОСТ 12.1.005. Содержание паров углеводородов в воздушной среде определяют по ГОСТ 12.1.014.

10.3 Битумы по степени воздействия на организм человека относятся к 4-му классу опасности по ГОСТ 12.1.007.

10.4 При работе с битумами, растворителями в зависимости от их потенциальной опасности применяются защитные очки, специальные рукавицы, резиновые перчатки, респираторы и другие средства индивидуальной защиты в соответствии с действующей нормативной документацией.

10.5 Помещение, в котором производится работа с битумами и растворителями, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

10.6 При работе с битумами и растворителями следует соблюдать общие требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004.

При загорании небольших количеств битума или растворителей их следует тушить песком, кошмой или пенным огнетушителем. Развившиеся пожары следует тушить пенной струей. Допускается использовать иные методы, предусмотренные в установленном порядке уполномоченными органами в области пожарной безопасности.

Дополнительное приложение
(справочное)

Изменение структуры государственного стандарта модифицированного относительно структуры примененного национального стандарта Германии

Структура DIN EN 12592:2000	Структура настоящего стандарта
Национальное предисловие Предисловие - 1 Область применения 2 Нормативные ссылки 3 Термины и определения 3.1 Растворимость 4 Принцип 5 Химикаты	Предисловие [1] Содержание [2] 1 Область применения (1 и 4) 2 Нормативные ссылки (2) [3] 3 Определения (3) Растворимость [4] 4 Средства контроля и вспомогательные устройства (5 и 6)
6 Устройства для испытания	5 Порядок подготовки к проведению испытаний (7)
7 Пробоотбор	6 Порядок проведения испытаний (8) [5]
8 Проведение испытания	7 Правила обработки результатов испытаний (9 и 10)
9 Расчет	8 Предел допустимой погрешности при проведении испытаний (11) [6]
10 Представление результатов	9 Правила оформления результатов испытаний (12)
11 Точность	[7]
12 Протокол испытаний	[8]
	10 Требования безопасности (1) [9]
	Дополнительное приложение

[1] Раздел, содержащий информацию, включенную в Предисловие DIN EN 12592, предусматриваемую в разделе Введение согласно СТ РК 1.5, в настоящем стандарте приводить нецелесообразно.

[2] Раздел «Содержание» включен в стандарт согласно СТ РК 1.5.

[3] Раздел 2 «Нормативные ссылки» изменен в связи с введением ссылок на государственные и межгосударственные стандарты в соответствии с СТ РК 1.5, в том числе гармонизируемые в международными стандартами.

[4] Принцип метода описан в разделе «Область применения».

[5] Включает дополнительно положение о нагревании навески битума с использованием обратного холодильника.

[6] В настоящем стандарте установлена иная точность и воспроизводимость результатов испытаний, т.к. она совместима с требованиями действующих в республике межгосударственных и государственных стандартов.

[7] Раздел «Точность» введен в раздел 8 «Предел допустимой погрешности при проведении испытаний» настоящего стандарта.

[8] Содержание раздела «Протокол испытаний» включено в разделе 9 Правила оформления результатов испытаний настоящего стандарта.

[9] Раздел «Требования безопасности» предусмотрен в соответствии с ГОСТ 8.010 в объеме, необходимом для обеспечения безопасности работ в испытательных лабораториях.

УДК 665.59.001.4 **МКС 93.080.20 КПВЭД 23.20.32**

Ключевые слова: Битумы и битумные вяжущие, растворимость, толуол, ксилол, трихлорэтилен, хлороформ

gost.e-ecolog.ru