ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

# БИТУМЫ И БИТУМНЫЕ ВЯЖУЩИЕ
## Определение точки размягчения методом кольца и шара

**СТ РК 1227-2003**

**(DIN EN 1427:1999, 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») на основе аутентичного перевода международного стандарта, выполненного Всероссийским научно-исследовательским институтом классификации, терминологии и информации по стандартизации и качеству (ВНИИКИ)

**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 2003г. № 514

**3 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ** 2009 год
**ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ** 5 лет

**4** Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к национальному стандарту Германии DIN EN 1427:1999 «Битумы и связующие материалы на основе битума. Определение точки размягчения методом кольца и шара» путем внесения технических отклонений и изменения структуры разделов, объяснение которых приведено во введении настоящего стандарта

**5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично 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 Реактивы, средства контроля и вспомогательные устройства 2
5 Отбор и подготовка проб к испытаниям 5
6 Проведение испытаний 6
7 Обработка результатов 7
8 Протокол испытаний 7
9 Требования безопасности 7
Приложение А.Влияние начальной температуры жидкости бани на точки размягчения битума в интервале от 80 до 110 °С 9
Приложение Б. Влияние начальной температуры жидкости бани на точки размягчения битума в интервале от 110 до 130 °С 10
Приложение В. Характеристика термометров 11

## Введение

Настоящий стандарт модифицирован по отношению к национальному стандарту Германии DIN EN 1427:1999 «Битумы и связующие материалы на основе битума. Определение точки размягчения методом кольца и шара».

В разделе "Область применения" изменен диапазон температур для определения точки размягчения битумов и битумных вяжущих с «30 до 200 °С» на «20 до 200 °С», что значительно расширяет границы оценки качества на нижнем пределе размягчения испытуемых битумов.

В соответствии с положениями СТ РК 1.5-2000 раздел 4 настоящего стандарта (Реактивы, средства контроля и вспомогательные устройства) объединяет разделы 5 (Реактивы и материалы) и 6 (Устройства для испытания) национального стандарта Германии и дополнительно вводит раздел «Требования безопасности».

Раздел "Нормативные ссылки" содержит ссылки на стандарты, применяемые в Республике Казахстан.

В пунктах 6.2 и 7.3 уточнены жидкости для создания бани в зависимости от температуры размягчения испытуемых материалов и свойств жидкостей: для материалов с температурой размягчения от 20 до 80 °С - свежая кипяченая или дистиллированная вода; с температурой от 80 до 110 °С - смесь воды с глицерином (1:2); с температурой от 110 до 130 °С - глицерин; с температурой от 130 до 200 °С - силиконовое масло. Соответственно для сопоставления результатов контроля в приложениях А и Б приведено влияние начальной температуры жидкости бани на точки размягчения испытуемого битума или битумного вяжущего.

Сходимость и воспроизводимость метода приведена в зависимости от температуры размягчения, а не от применяемой жидкости для водяной бани и вида битума, что необходимо для обеспечения совместимости результатов на межгосударственной уровне.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

# БИТУМЫ И БИТУМНЫЕ ВЯЖУЩИЕ. Определение точки размягчения методом кольца и шара

**Дата введения 2005.01.01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения точки размягчения битумов и битумных вяжущих (далее - битумы) в интервале от 20 до 200 °С.

Сущность метода заключается в определении температуры при которой битум, находящийся в кольце заданных размеров в условиях испытания размягчается и перемещаясь под действием стального шарика проходит отрезок, равный (25,0±0,4) мм.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие нормативные документы:

СТ РК 1.5-2000 Общие требования к построению, изложению, оформлению и содержанию стандартов.

СТ РК 1053-2002 Автомобильные дороги. Термины и определения.

ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования.

ГОСТ 12.1.005-88. 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 определения концентраций вредных веществ индикаторными трубками.

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

ГОСТ 3722-81 Подшипники качения. Шарики. Технические условия.

ГОСТ 6034-74 Декстрины. Технические условия.

ГОСТ 6259-75 Глицерин. Реактивы. Технические условия.

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

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 6823-2000 Глицерин натуральный сырой. Общие технические условия.

ГОСТ 6824-96 Глицерин дистиллированный. Общие технические условия.

ГОСТ 13032-77 Жидкости полиметилсилоксановые. Технические условия.

ГОСТ 14919-83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Технические условия.

ГОСТ 15866-70 Жидкость кремнийорганическая ПФМС-4. Технические условия.

ГОСТ 21241-89 Пинцеты медицинские. Общие технические требования и методы испытаний.

ГОСТ 22245-90 Битумы нефтяные дорожные вязкие. Технические условия.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

ГОСТ 30154-94 Плиты газовые бытовые туристские. Общие технические условия.

ГОСТ Р 50696-94 Плиты газовые бытовые. Общие технические условия.

Издание официальное

## 3 Определения

В настоящем стандарте применяются термины и определения в соответствии с СТ РК 1053.

В дополнение к ним в настоящем стандарте установлен следующий термин с соответствующим определением:

**Точка размягчения:** Температура, при которой битум, находящийся в кольце заданных размеров, в условиях испытания размягчается и, перемещаясь под действием стального шарика, коснется нижней пластинки.

## 4 Реактивы, средства контроля и вспомогательные устройства

### 4.1 Общие положения

Для определения температуры размягчения битума, удовлетворяю-щего требованиям ГОСТ 22245 применяются реактивы, вода и устройства для испытания, соответствующие предъявляемым к ним требованиям по 4.2-4.4.

### 4.2 Жидкости, применяемые для бани

4.2.1 Свежая кипяченая или дистиллированная вода. Дистиллированная вода должна удовлетворять ГОСТ 6709.

Примечание - Применение свежей кипяченой или дистиллированной воды важно, чтобы избежать образование пузырьков воздуха на поверхности пробы, которые влияют на результаты испытания.

4.2.2 Глицерин должен удовлетворять требованиям ГОСТ 6259, ГОСТ 6823 или ГОСТ 6824.

4.2.3 Жидкость полиметилсилоксановая или кремнийорганическая (далее - силиконовое масло) должна удовлетворять требованиям ГОСТ 13032 или ГОСТ 15866.

### 4.3 Смазка для отделения от формы

Смесь декстрина по ГОСТ 6034 с глицерином (1:3) или талька с глицерином (1:3).

Примечание - Чтобы предотвратить прочное сцепление битума с литой пластинкой при разливке слоев, металлическую пластинку необходимо смазать тонким слоем смазки перед использованием. Смазывание облегчается, если пластинку подогреть ориентировочно до 40 °С.

### 4.4 Устройство для испытания (аппаратура)

4.4.1 Кольцо и шар – устройство для испытания (рисунок 1), приводимое в действие вручную, полуавтоматически или автоматически, включающее составные части согласно 4.4.1.1- 4.4.1.9.

4.4.1.1 Кольца

Два ступенчатых кольца из сплава меди и цинка с размерами, указанными на рисунке 2.

4.4.1.2 Пластинка

Ровная, полированная металлическая шириной (50±5) мм, длиной (75±5) мм и толщиной 1,5-2,0 мм, с кромками, загнутыми вниз или без кромок (рисунок 3).

4.4.1.3 Шары

Стальные по ГОСТ 3722 диаметром (9,50±0,05) мм и массой (3,50±0,05) г каждый.

4.4.1.4 Устройство для центрирования шаров

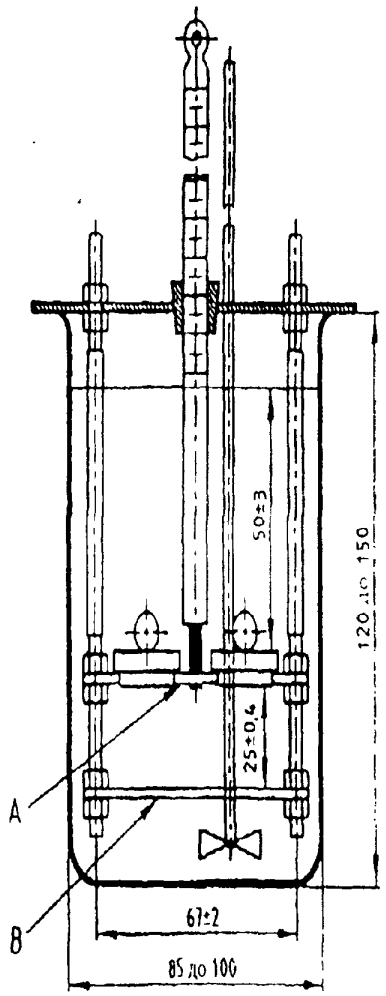
Направляющая металлическая накладка для центрирования стальных шаров по одному для каждого кольца (рисунок 4).

4.4.1.5 Пластинка для крепления колец и подставка

Пластинка металлическая для крепления двух колец в горизонтальном положении, с двумя отверстиями для колец и одним для термометра показана на рисунке 5; подставка для колец с размерами изображена на рисунке 6. Нижняя кромка, установленных в отверстия пластинки колец должна находиться на (25,00±0,04) мм выше верхней поверхности подставки (рисунок 6); верхняя кромка, установленных на пластинку колец должна находиться на (50±3) мм ниже поверхности жидкости бани.

Примечание - При большом количестве исследуемых образцов допускается применять круглую пластинку с четырьмя отверстиями для крепления колец, основные размеры рабочей части которых соответствуют требованиям настоящего стандарта.

Размеры в миллиметрах




**A – Пластина для крепления колец**
**B – Пластина основания**

**Рисунок 1 – Конструкция с двумя кольцами**

Размеры в миллиметрах

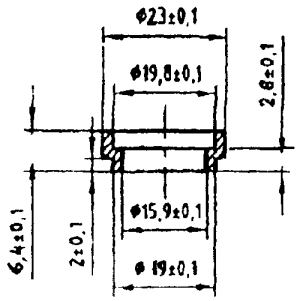



**Рисунок 2 - Кольцо**

Размеры в миллиметрах

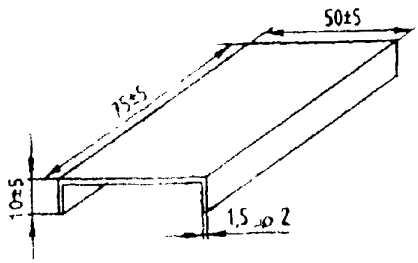



**Рисунок 3 – Литая пластина**

Размеры в миллиметрах

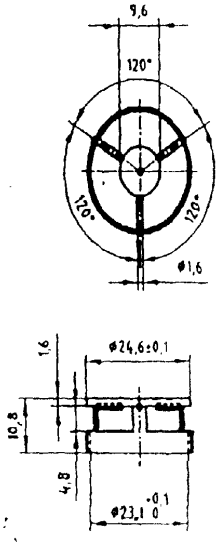



**Рисунок 4 – Устройство для центрирования шара**

Размеры в миллиметрах

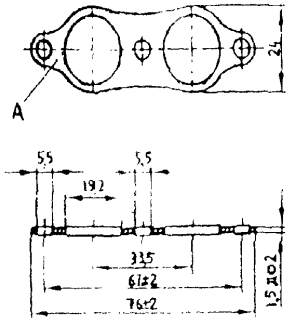



**Рисунок 5 – Пластина для крепления колец**

Размеры в миллиметрах

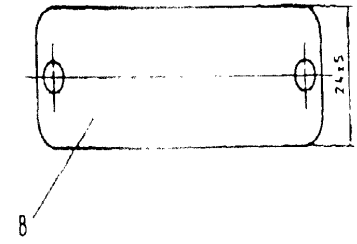



**Рисунок 5 – Пластина для крепления колец**

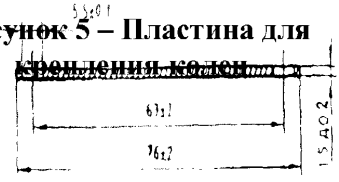



**Рисунок 6 – Пластина основания**

4.4.1.6 Баня

Для создания бани при проведении испытаний используется химический стакан с минимальным диаметром 85 мм и минимальной глубиной 120 мм (рисунок 1).

Примечание – Допускается использовать химический стакан вместимостью 600 мл низкой формы.

4.4.1.7 Мешалка

Медленно вращающаяся пропеллерная мешалка или нагреваемая пластина с магнитной мешалкой и сердечником длиной 40 мм и диаметром 8 мм, которые должны обеспечивать равномерное распределение тепла в бане. Мешалка устанавливается так, чтобы исключалось ее вредное влияние на пробы битума при испытании.

Частота вращения вала мешалки должна составлять ориентировочно 100 об/мин.

Примечание - Лопасти пропеллерной мешалки должны располагаться между основанием пластины для крепления колец и дном химического стакана (рисунок 1).

4.4.1.8 Полуавтоматическое или автоматическое устройство

Взамен устройств, описанных в 4.4.1.1-4.4.1.7 могут применяться также полуавтоматические или автоматические устройства после их совместной калибровки. Полученные результаты должны быть идентичны результатам, полученным при испытании вручную, и должны находиться в пределах точности ручного метода. Автоматическое устройство калибруется по мере необходимости, но не реже одного раза в год.

При испытаниях в спорных случаях должен применяться ручной метод с применением устройств приведенных на рисунке 5.

Примечание - При применении автоматических устройств возможно, что шарик вызовет прерывание луча света на расстоянии (25,0±0,4) мм под нижней стороной кольца; лучшим решением является такое, когда шарик касается пластины основания.

4.4.1.9 Приборы и инструменты

Дополнительно к аппаратуре, приведенной в 4.4.1.1- 4.4.1.8 для проведения испытаний необходимы:

- термометры ртутные типа ТН-3 и ТН-7 по действующей нормативной документации (отградуированные с точностью измерения 0,2 °С и 0,5 °С) с параметрами, приведенными в приложении В;
- секундомер по действующей нормативной документации с емкостью шкалы не менее 30 мин, 30 с, класс точности 2;
- сито с металлической сеткой № 07 по ГОСТ 6613;
- весы лабораторные по ГОСТ 24104;
- плиты газовые по ГОСТ 30154;
- электроплитки с регулировкой нагрева по ГОСТ 14919;
- пинцеты медицинские по ГОСТ 21241;
- тальк по действующей нормативной документации;
- ножи для срезания битума.

Примечание – Все металлические части испытательной аппаратуры должны быть изготовлены из нержавеющих материалов.

## 5 Отбор и подготовка проб к испытаниям

5.1 Пробы отбирают в соответствии с требованиями ГОСТ 2517.

Перед испытанием образец битума, при наличии влаги, обезвоживается осторожным нагреванием без перегрева до температуры на (80-100) °С выше ожидаемой температуры размягчения, но не ниже 120 °С и не выше 180 °С. Обезвоженный и расплавленный до подвижного состояния битум процеживают через сито и затем тщательно перемешивают до полного удаления пузырьков воздуха.

Масса пробы битума должна быть не менее 50 г.

Примечание – При битумных вяжущих масса лабораторной пробы должна обеспечить заполнение четырех колец, чтобы, при необходимости, повторить испытание (примечание в пункте 6.3).

5.2 Битум наливают с некоторым избытком в два ступенчатых кольца (для битумов с температурой размягчения свыше 80 °С используют два кольца, которые первоначально подогревают с помощью горелки или электрической плитки до предполагаемой температуры размягчения битума), помещенные на пластинку, покрытую смесью

декстрина с глицерином (1:3) или талька с глицерином (1:3), при этом следует избегать образования пузырьков воздуха.

5.3 После охлаждения колец с битумом на воздухе в течение 30 мин при (25±10) °С избыток битума гладко срезают нагретым ножом вровень с краями колец.

5.4 Для битума с температурой размягчения свыше 110 °С избыток битума срезают после охлаждения на воздухе в течение 5 мин, а затем выдерживают еще 15 мин.

5.5 Для битумов с температурой размягчения ниже 30 °С кольца с битумом помещают на 30 мин в стакан с водой, температура которой на (5±1) °С ниже предполагаемой температуры размягчения. Избыток битума срезают нагретым ножом.

## 6 Проведение испытаний

6.1 При испытании битумов с температурой размягчения ниже 80 °С кольца с битумом помещают в отверстия верхней пластинки устройства (аппарата). В среднее отверстие верхней пластинки вставляют термометр так, чтобы нижняя точка ртутного резервуара была в одном уровне с нижней поверхностью битума в кольцах.

Штатив с испытуемым битумом в кольцах и направляющими накладками помещают в стеклянный стакан (баню), заполненный дистиллированной или свежей кипяченой водой, температура которой (5±1) °С, уровень воды над поверхностью колец – не менее 50 мм.

По истечении 15 мин штатив вынимают из бани, на каждое кольцо в центре поверхности битума кладут пинцетом стальной шарик, охлажденный в бане до (5±1) °С, и опускают подвеску обратно в баню, избегая появления пузырьков воздуха на поверхности битума.

Устанавливают баню на нагревательный прибор так, чтобы плоскость колец была строго горизонтальной. Температура воды в бане после первых 3 мин подогрева должна повышаться со скоростью (5,0±0,5) °С в минуту.

Баню защищают от сквозняка, в данном случае следует применять экран. Скорость повышения температуры нельзя усреднять в процессе испытания. Максимально допустимое отклонение на каждую минуту через три минуты может составлять ±0,5 °С. В процессе всего измерения отклонение температуры должно быть меньше ±1 °С.

Результаты испытания, при которых скорость повышения температуры не находится в данных пределах, следует отбросить.

Примечание - Строгое соблюдение предписанной скорости повышения температуры при подогревании важно для сопоставимости результатов. Для подогрева может применяться газовая горелка или электрическая нагревательная плита.

6.2 Для битумов с температурой размягчения свыше 80 °С определение точки размягчения проводят по 6.1 со следующими изменениями:

- для битумов с температурой размягчения от 80 до 110 °С в баню наливают смесь воды с глицерином (1:2);

- для битумов с температурой размягчения от 110 до 130°С в баню наливают глицерин;

- температура выдерживания образцов битума в течение 15 мин в бане, наполненной глицерином с водой или глицерином, должна быть (34±1) °С;

- шарик должен быть нагрет в бане до (34±1) °С.

Для битумов с температурой размягчения свыше 130 °С в баню наливают силиконовое масло. Начальная температура бани должна составлять (100±1) °С.

6.3 Для каждого кольца и шарика отмечают температуру, при которой выдавливаемый шариком битум коснется нижней пластинки при ручном методе испытания или светового луча при использовании полуавтоматических или автоматических устройств.

Примечания

1 Если шарик продавливает битум, то испытание повторяют, а если при повторном испытании продавливание повторяется, то отмечают это в результате.

2 Испытание также следует повторить, если при точках размягчения ниже 80 °С отклонение между обоими температурами превышает 1 °С, а при точках размягчения выше 80 °С отклонение между обеими температурами превышает 2 °С.

3 Для битумных вяжущих испытание необходимо повторить если:

а) отклонение между обеими температурами превышает 2 °С;

б) нарушается пленка битумного вяжущего, окружающего шарик, прежде чем он коснется нижней пластинки (или прервет луч света) или наблюдается частичный отрыв вяжущего от шарика.

## 7 Обработка результатов

7.1 За температуру размягчения битума принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений, округленное до целого числа.

### 7.2 Сходимость метода

Два результата определения, полученные одним лаборантом на одной и той же аппаратуре и пробе битума признаются достоверными (при 95%-ной доверительной вероятности), если расхождение между ними не превышает значения, указанного в таблице 1.

### 7.3 Воспроизводимость метода

Два результата определения, полученные в разных лабораториях на одной и той же пробе битума, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения, указанного в таблице 1.

Таблица 1

| Температура размягчения, °С | Сходимость, °С | Воспроизводимость, °С |
|---|---|---|
| До 80 | 1 | 2 |
| Св. 80 | 1,5 | 4 |

## 8 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

- тип и обозначение исследуемой пробы;
- ссылку на настоящий стандарт;
- тип применяемого устройства для испытания;
- применяемую жидкость для бани;
- результаты испытаний;
- дату испытаний.

## 9 Требования безопасности

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

9.2 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.

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

9.4 При работе с битумами в зависимости от потенциальной опасности применяются защитные очки, специальные рукавицы, резиновые перчатки, респираторы и другие

средства индивидуальной защиты в соответствии с действующей нормативной документацией.

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

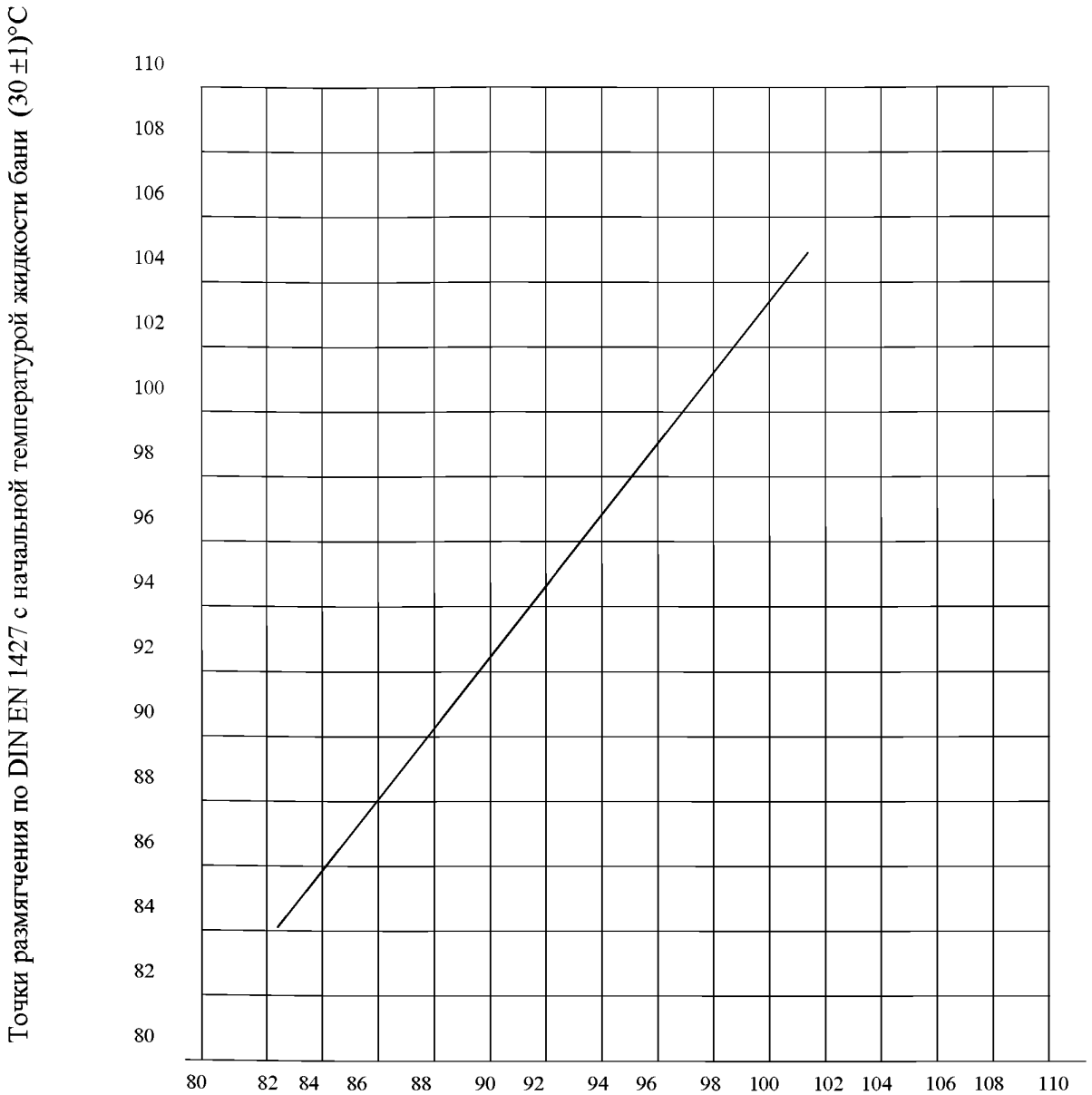
9.6 При работе с битумами следует соблюдать общие требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004.

При загорании небольших количеств битума его 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.

9.7 При подогреве жидкости бани газовая горелка должна быть защищена экраном от сквозняка, а электрическая плита с регулируемой мощностью нагрева должна работать без задержек с целью соблюдения предписанной скорости подъема температуры.

**Приложение А**
(справочное)

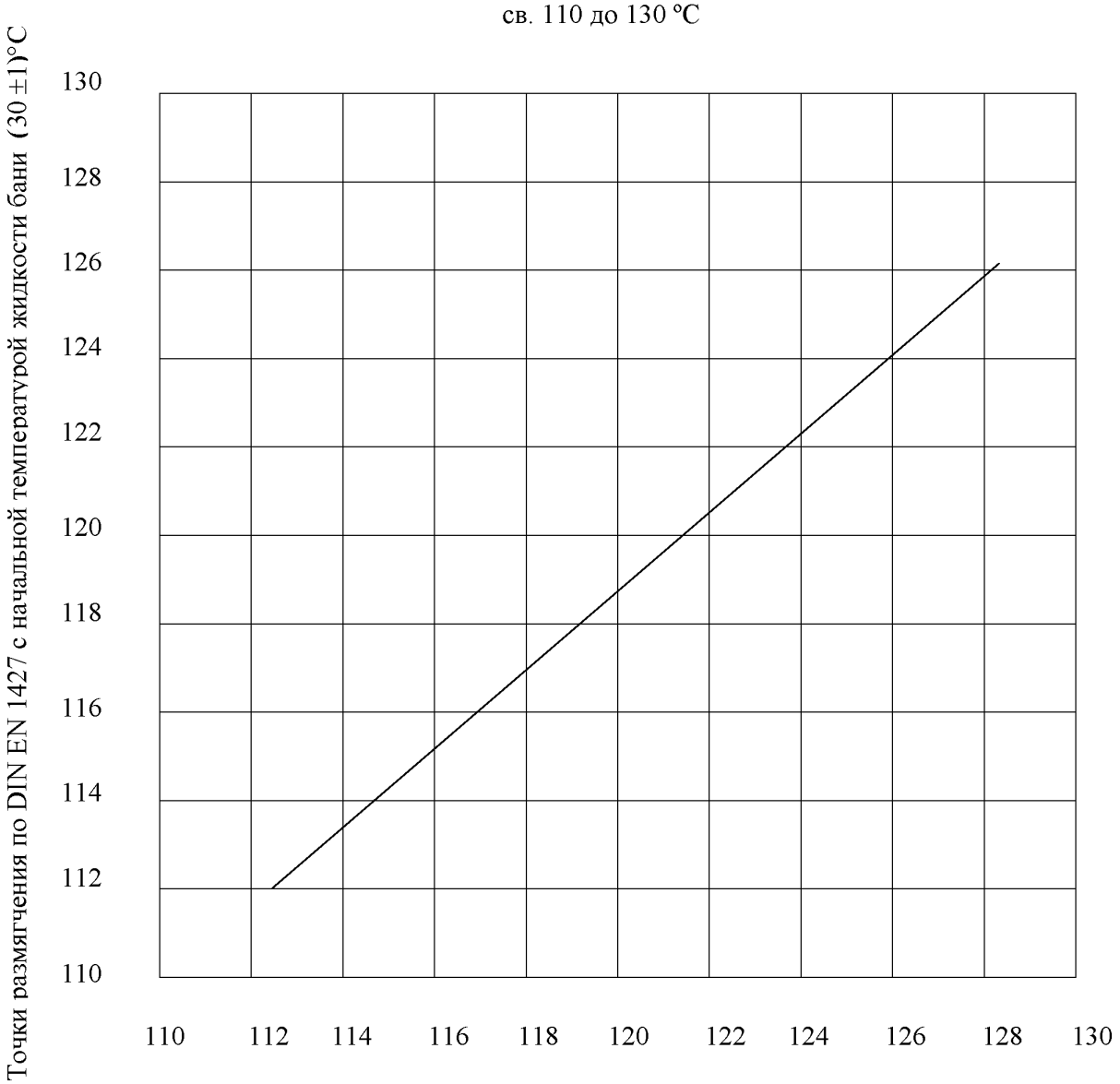
Влияние начальной температуры жидкости
бани на точки размягчения битума в интервале
от 80 до 110 °С




Примечание – При определении точек размягчения битума по настоящему стандарту жидкость для бани состоит и смеси воды и глицерином (1:2), по национальному стандарту Германии – из глицерина

**Приложение Б**
(Справочное)

Влияние начальной температуры жидкости
бани на точки размягчения битума в интервале
св. 110 до 130 °С




Точки размягчения с начальной температурой
жидкости бани (34±1)°С

Примечание – При определении точек размягчения битума по настоящему стандарту и по национальному стандарту Германии в качестве жидкости для бани применяется глицерин

**Приложение В**
(обязательное)

**Характеристика термометров**

| Тип | Код ОКП | Испол-нение | Длина, мм | Диаметр, мм | Диапазон измерения, °С | Цена деления шкалы, °С | Пределы допускаемой погрешности, °С | | Глубина погружения, мм | Длина деления шкалы, мм, не менее |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | | | неотградуи-рованные | отградуиро-ванные | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 9 | 10 |
| ТН-3 | 43 2123 0311 | 1 | 250±10 | 8±1 | от 0 до 60 | 0,5 | ±1 | ±0,2 | 90±5 | 0,60 |
| | 43 2123 0311 | 2 | 250±10 | 8±1 | от 50 до 110 | 0,5 | ±1 | ±0,2 | 90±5 | 0,60 |
| ТН-7 | 43 2123 0531 | 1 | 350±10 | 7,5±0,5 | от 0 до 360 | 1,0 | ±1 | ±0,5 | полная | 0,54 |
| | | | | | | | (для диапазона измерения от 0 до 100 включительно) | | | |
| | | | | | | | ±2 | ±0,5 | | |
| | | | | | | | (для диапазона измерения от 100 до 200 включительно) | | | |

**УДК 665.59.001.4** **МКС 75.140 КПВЭД 23.20.32**

**Ключевые слова:** битумы и битумные материалы, температура размягчения, а шара, водяная, глицериновая и силиконовая баня, сходимость, воспроизводимость

gost.e-ecolog.ru