ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

БИТУМЫ И БИТУМНЫЕ ВЯЖУЩИЕ
Метод определения динамической вязкости

СТ РК 1211-2003

(DIN EN 12596:1999 Битумы и битумные связующие. Определение динамической вязкости с применением вакуумных капилляров, 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 европейского 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 2003 г. № 512

3 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к национальному стандарту Германии DIN EN 12596:1999 «Битумы и битумные связующие. Определение динамической вязкости с применением вакуумных капилляров» путем изменения наименования, отдельных глав и структуры стандарта с учетом потребности национальной экономики Республики Казахстан

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 1
4 Средства измерений, испытаний, контроля и и вспомогательные устройства 2
5 Порядок подготовки к проведению испытаний 2
6 Порядок проведения испытаний 3
7 Правила обработки результатов испытаний 3
8 Правила оформления результатов испытаний 3
9 Предел допускаемой погрешности испытаний 4
10 Требования безопасности 4
Приложение А. Требования к вискозиметрам 5
Приложение Б. Требования к термометрам 8
Дополнительное приложение. Изменение структуры государственного стандарта модифицированного относительно структуры примененного национального стандарта Германии 9

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

БИТУМЫ И БИТУМНЫЕ ВЯЖУЩИЕ
Метод определения динамической вязкости

Дата введения 2005.01.01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения динамической вязкости битумов и битумных вяжущих (далее-битумы) с применением вискозиметров с вакуумными капиллярами при 60 °С в диапазоне от 0,0036 Па·с до 580000 Па·с.

Сущность метода заключается в определении времени, которое необходимо определенному объему жидкости пройти через капиллярную трубку вискозиметра в условиях вакуума.

Примечание – Настоящий метод не применяется для битумов модифицированных полимерами.

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 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 12.1.014-84 Воздух рабочей зоны. Метод определения концентраций вредных веществ индикаторными трубками.

ГОСТ 33-2000 Нефтепродукты прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости.

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

ГОСТ 2603-79 Ацетон. Технические условия.

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

ГОСТ 10028-81 Вискозиметры капиллярные стеклянные. Технические условия.

МС ИСО 3105-76 Вискозиметры стеклянные капиллярные для определения кинематической вязкости. Технические требования и инструкция по эксплуатации.

3 Определения

В настоящем стандарте применяются следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **Динамическая вязкость η:** Отношение применяемого напряжения сдвига к скорости сдвига жидкости.

Примечание–Термин «Динамическая вязкость» можно также применять для обозначения зависимости напряжение сдвига и скорость сдвига от времени, которые имеют синусоидальную временную зависимость (ГОСТ 33).

3.2 **Ньютоновская жидкость:** Жидкость, вязкость которой не зависит от касательного напряжения и градиента скорости.

Примечание - Если отношение касательного напряжения к градиенту скорости непостоянно, жидкость не является ньютоновской (ГОСТ 33).

4 Средства измерений, испытаний, контроля и вспомогательные устройства*

4.1 Вискозиметры вакуумные, стеклянные, капиллярные, калиброванные из боросиликатного стекла по ИСО 3105 и других конструкций, обеспечивающих измерения динамической вязкости с точностью, указанной в разделе 9. Типы и размеры вискозиметров приведены в приложении А. Значение постоянной С указано в паспорте вискозиметра согласно ГОСТ 10028.

4.2 Держатель, обеспечивающий строго вертикальное крепление вискозиметра по ГОСТ 33.

Примечание – Необходимое соответствие вертикальных частей можно проверить с помощью отвеса.

4.3 Термостат или баня с регулируемой температурой такой глубины, чтобы в момент измерения расстояния от образца в вискозиметре до верхнего уровня жидкости в бане и от образца до дна бани было не менее 20 мм.

Мешалка должна быть мощной, а равновесие между мощностью нагрева и отводом тепла должно быть таким, чтобы разность температуры в бане по длине вискозиметра или от вискозиметра к вискозиметру не превышала $\pm$ 0,3 °С.

Для наполнения бани используют прозрачную жидкость, которая остается в жидком состоянии при температуре испытания.

4.4 Вакуумная система должна поддерживать вакуум на уровне (40000 ± 67) Па. Следует применять вакуумный насос типа ВИ-461 или другой, позволяющий создавать требуемый вакуум.

4.5 Хронометр или секундомер (с пружиной или приводом от батареи) с ценой деления шкалы 0,1 с или менее.

Примечание - Допускается использование электрических устройств для измерения времени, если частота тока контролируется с точностью не ниже 0,05 %. Источники переменного тока, частота которых может изменяться и стабильность частоты не может контролироваться на протяжении длительного времени (например, коммунальная электросеть общего пользования), могут быть причиной больших погрешностей, особенно при коротких временных интервалах, если они применяются как устройства, задающие время.

4.6 Для измерения от 0 до 100 °С применяют жидкостные стеклянные термометры с точностью после корректировки $\pm$ 0,1 °С и метрологическими характеристиками в соответствии с Приложением Б.

Примечание–При применении жидкостных стеклянных термометров рекомендуется использовать два термометра, показания которых не должны отличаться более чем на $\pm$ 0,4 °С.

5 Порядок подготовки к проведению испытаний

5.1 Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ 2517. Масса объединенной пробы каждой марки дорожного битума должна быть достаточной для проведения испытания, но не менее 0,5 кг.

5.2 Пробу тщательно нагревают при перемешивании, избегая местного перегрева до разжижения и удаления следов воды.

5.3 Минимум 20 мл наливают в соответствующий сосуд и подогревают до (135±5,5) °С при постоянном перемешивании, чтобы избежать местного перегрева и возникновения пузырьков воздуха. Испытание проводят в течение 4 часов после перемешивания.

5.4 Термостат или баню 4.3 поддерживают при температуре испытания с точностью ±0,3 °С. В данном случае следует учитывать необходимую поправку для термометра.

---

* Средства измерений и испытательное оборудование должны быть внесены в реестр Государственной системы обеспечения единства измерений Республики Казахстан, поверены и (или) аттестованы, в установленном порядке.

5.5 Выбирают чистый и сухой вискозиметр со временем истечения более 60 с и подогревают его до температуры (135±5,5) °С.

5.6 Вискозиметр доливают подготовленной аналитической пробой до линии наполнения Е ±2 мм (см. рисунки А. 1, А.2 и А.3).

5.7 Заполненный вискозиметр помещают в тепловую камеру или в баню с температурой (135±5,5) °С на (10±2) мин для того, чтобы исчезли наиболее крупные пузырьки воздуха.

6 Порядок проведения испытаний

6.1 Вискозиметр с битумом извлекают из тепловой камеры или бани. В течение 5 мин вискозиметр закрепляют на держателе по 4 и вертикально ставят в термостат или баню по 4.3 с постоянной температурой испытания (60±5,5) °С таким образом, чтобы верхняя отметка для измерения времени находилась, как минимум, на 20 мм ниже поверхности жидкости.

6.2 Вакуум устанавливают на (40000±67) Па; вакуумную систему присоединяют закрытым вентилем или клеммой к проводящей линии, ведущей к вискозиметру.

6.3 Через (30 ± 5) мин нахождения вискозиметра в термостате или бане при (60±5) °С битум засасывают через отверстие вакуумной трубки М с помощью вентиля или клеммы, подсоединенных к вакуумной системе по 4.4.

6.4 Время перемещения мениска битума от одной до другой отметки (рисунки А1, А2, А3) определяют с точностью до 0,1 с. Дают одно значение вязкости с временем истечения свыше 60 с или несколько между 60 с и 1000 с.

6.5 После окончания испытания вискозиметр основательно промывают соответствующим растворителем, который полностью смешивается с битумом. Затем вискозиметр промывают испаряющимся без остатка растворителем. Вискозиметр просушивают продуванием медленного потока фильтрованного сухого воздуха в течение 2 мин до удаления последних следов растворителя. Вискозиметр периодически очищают соответствующим неагрессивным чистящим раствором, чтобы удалить органические отложения. В заключение промывают дистиллированной водой согласно ГОСТ 6709, а затем не оставляющим осадка ацетоном по ГОСТ 2603 и просушивают фильтрованным сухим воздухом.

Примечание - Применение щелочных средств для очистки стекла не допустимо, т.к. может повлиять на постоянную вискозиметра.

7 Правила обработки результатов испытаний

Вязкость η, Па·с, рассчитывают по формуле:

$$\eta = C \cdot t. \qquad (1)$$

где: С –постоянная вискозиметра, Па;

t – среднее арифметическое значение времени истечения, с.

Примечание-Если постоянная вискозиметра дана в пуазах, она может пересчитываться путем умножения на 0,1 в Паскали.

Результаты испытания вязкости рассчитывают и записывают как среднее значение двух параллелей до четырехзначных цифр с температурой испытания.

8 Правила оформления результатов испытаний

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) номер и название стандарта, в соответствии с которым произведено испытание;

в) результаты испытания и соответствие их действующим стандартам;

г) дата проведения испытания и заключение по полученным результатам.

9 Предел допускаемой погрешности испытаний

9.1 Сходимость

Разность между двумя результатами испытания, полученными одним и тем же испытателем, с применением одного и того же оборудования для испытания, при постоянных условиях, на идентичном исследуемом материале, может превышать 6 % среднего значения только в одном из 20 случаев.

9.2 Воспроизводимость

Разность между двумя результатами испытания, полученными независимо друг от друга разными испытателями в разных лабораториях на идентичном исследуемом материале, может превышать 12 % среднего значения для η более 2000 Па·с и 10 % для η менее 2000 Па·с только в одном из двадцати случаев.

10 Требования безопасности

10.1 Битумы 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 органы человека относятся к 4-му классу опасности по ГОСТ 12.1.007.

10.4 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.

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

10.6 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.

Приложение А
(обязательное)
Требования к вискозиметрам

Размеры в миллиметрах

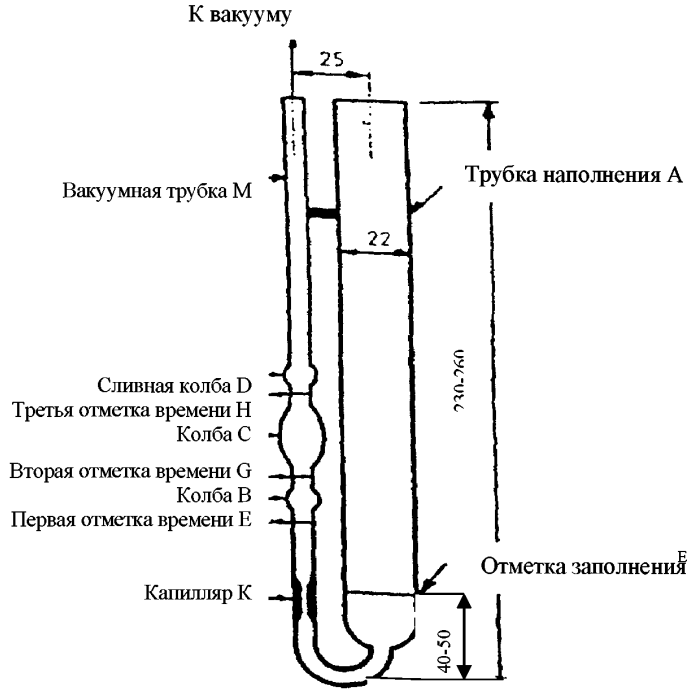


Рисунок А.1 Вакуумный капиллярный вискозиметр Cannon-Manning

Таблица А.I. Тип, параметры, приближенные постоянные С вискозиметра и области динамической вязкости

Тип вискозиметра, №	Приближенные постоянные C[1] x 40000 Па		Область вязкости[2] Па-с
	Колба В	Колба С	
4	0,0002	0,00006	0,0036-0,08
5	0,0006	0,0002	0,012-0,24
6	0,002	0,0006	0,036-0,8
7	0,006	0,002	0,12-2.4
8	0,02	0,006	0,36-8
9	0,06	0,02	1,2-24
10	0,2	0,06	3,6-80
11	0,6	0,2	12-240
11	2,0	0,6	36-800
13	6,0	2,0	120-2400
14	20,0	6,0	360-8000

[1] Точные постоянные должны определяться с помощью стандартных вискозиметров.
[2] Области вязкости, содержащиеся в данной таблице, соответствуют времени истечения 60-400с. Применяется более продолжительное время истечения (до 1000 с).

Продолжение приложения А

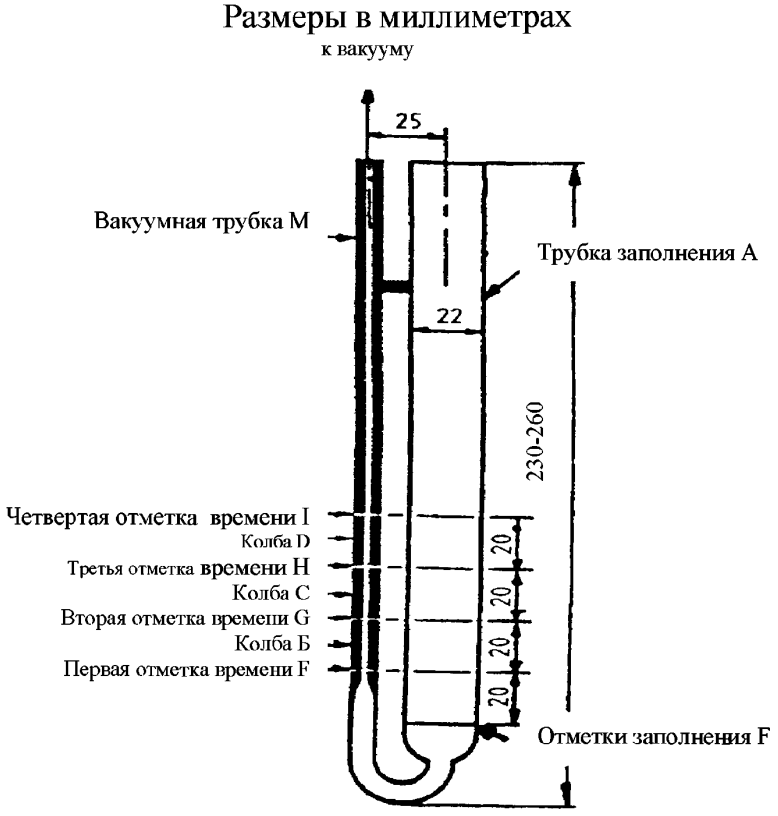


Рисунок А.2. Вакуумный капиллярный вискозиметр Института асфальтов

Таблица А.2. Тип, параметры, приближенные постоянные С вискозиметра и области динамической вязкости

Тип вискозиметра, №	Радиус капилляра, мм	Приближенные постоянные, C[1] x 40000 Па			
		Колба В	Колба С	Колба D	Область вязкости[2], Па-с
25	0,125	0,2	0,1	0,07	4,2-80
50	0,25	0,8	0,4	0,3	18-320
100	0,50	3,2	1,6	1,0	60-1280
200	1,0	П 8	6,4	4,0	240-5200
400	2,0	500	25,0	16,0	960-20000
400 R[3]	2,0	50,0	25,0	16,0	960-140000
800 R[3]	4,0	200,0	100.0	64,0	3800-580000

[1] Точные постоянные должны определяться с помощью стандартных вискозиметров.
[2] Области вязкости, содержащиеся в данной таблице, соответствуют времени истечения 60-400с. Применяется более продолжительное время истечения (до 1000 с).
[3] Специальное исполнение для кровельных битумов имеют дополнительные отметки при 5 мм и 10 мм выше отметки времени F 9см (см. рисунок А.2). Если применяются эти отметки, достигается максимальная область вязкости, исходя из постоянной колбы В.

Окончание приложения А

Размеры в миллиметрах

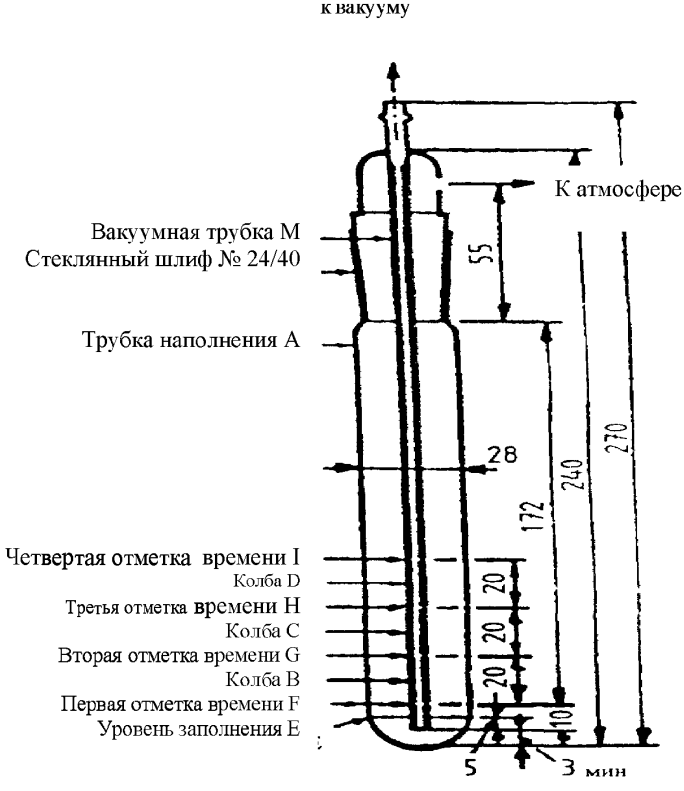


Рисунок А.3. Усовершенствованный вакуумный капиллярный вискозиметр Коппера

Таблица А.3. Тип, параметры, приближенные постоянные С вискозиметра и области динамической вязкости

Тип вискозиметра, №	Радиус капилляров, мм	Приближенные постоянные С[1] х40000 Па			Область вязкости[2] Па·с
		Колба В	Колба С	Колба D	
25	0,125	0,2	0,1	0,0	4,2-80
50	0,25	0,8	0,4	0,3	18-320
100	0,50	3,2	1,6	1,0	60-1280
200	1,0	12,8	6,4	4,0	240-5200
400	2.0	50,	25,0	16,0	960-20000

[1] Точные постоянные должны определяться с помощью стандартных вискозиметров

[2] Области вязкости, содержащиеся в данной таблице, соответствуют времени истечения 60-400 с. Применяется более продолжительное время истечения (до 1000 с.)

Приложение Б
(справочное)

Требования к термометрам

Таблица Б1

Температура вязкости	°С	60
Температурный интервал (Предел измерения)	°С	58,6-61,4
Обозначения на шкале		
Цена деления шкалы	°С	0,05
Предел допускаемой погрешности	°С	± 0,1
Глубина погружения		полная
Размеры термометра		
Общая длина	мм	300-310
Наружный диаметр стержня	мм	6,0-8,0
Длина колбы	мм	45-55
Примечание – Допускается применение других термометров с аналогичными метрологическими характеристиками		

Дополнительное приложение

Изменение структуры государственного стандарта модифицированного относительно примененного национального стандарта Германии

Таблица

Структура DIN EN 12596:1999	Структура настоящего стандарта
Национальное предисловие	Предисловие [1)]
Предисловие	Содержание [1)]
-	1 Область применения (1 и 4)
1 Область применения	2 Нормативные ссылки (2) [2)]
2 Нормативные ссылки	3 Определения (3)
3 Термины и определения	3.1 Кинематическая вязкость (3.1)
3.1 Динамическая вязкость	3.2 Динамическая вязкость (3.2)
3.2 Ньютоновская жидкость	[1)]
4 Принцип	4 Средства измерений, испытаний, контроля и вспомогательные устройства (5) [3)]
5 Оборудование для испытаний	
6 Подготовка образцов	5 Порядок подготовки к проведению испытаний (6 и 7: 7.1; 7.2; 7.3 и 7.4)
7 Проведение испытания	6 Порядок проведения испытаний (7 и 7.5)
7.1, 7.2, 7.3, 7.4	
7.5, 7.6.,7.7, 7.8, 7.9	
8 Расчет	7 Правила обработки результатов (8 и 9)
9 Представление результатов	8 Правила оформления результатов испытаний (11)
10 Точность	9 Предел допускаемой погрешности испытаний (10, 10.1 и 10.2)
10.1 Точность воспроизведения	
10.2 Точность сопоставления	
11 Протокол испытания	[1)]
	10 Требования безопасности (1) [1)]
Приложение А	Приложение А (А)
Приложение В	Приложение Б (В)
Приложение С	[4)]
	Дополнительное приложение

[1)] Включение или невключение в настоящий стандарт данных разделов и подразделов обусловлено необходимостью приведения его в соответствие с СТ РК 1.5.

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

[3)] Введены ссылки на межгосударственные стандарты, устанавливающие требования к средствам измерений и оборудованию, аналогичные требованиям национального стандарта Германии.

[4)] Приложение С не включено в настоящий стандарт, т.к. к разделу 4 «Средства измерений, испытаний, контроля и вспомогательные устройства» дана сноска: «Средства измерений испытательное оборудование должны быть внесены в реестр Государственной системы обеспечения единства измерений Республики Казахстан, поверены и (или) аттестованы, в установленном порядке».

Примечание – После заголовков и обозначений разделов (подразделов, пунктов) настоящего стандарта приведены в скобках номера аналогичных им разделов (подразделов, пунктов) национального стандарта Германии.

УДК 665.59.001.4 **МКС 75.140 КПВЭД 23.20.32**

gost.e-ecolog.ru

Ключевые слова: Битумы нефтяные, вязкость динамическая, вакуумный капиллярный вискозиметр.