ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ EN 12606-1-2009

Битум и битумные вяжущие
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ПАРАФИНОВ
Часть 1
Метод дистилляции

Бітум і бітумныя вяжучыя
ВЫЗНАЧЭННЕ ЗМЯШЧЭННЯ ПАРАФІНАЎ
Частка 1
Метад дыстыляцыі

(EN 12606-1:2007, IDT)

Издание официальное

БЗ 6-2009

Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.775.014:547.21(083.74)(476) МКС 75.140; 91.100.50 КП 03 IDT

Ключевые слова: битум, битумные вяжущие, определение содержания парафинов, метод дистилляции

ОКП РБ 15.12.1

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 25 июня 2009 г. № 30

3 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 12606-1:2007 Bitumen and bituminous binders – Determination of the paraffin wax content – Part 1: Method by distillation (Битум и битумные вяжущие. Определение содержания парафинов. Часть 1. Метод дистилляции).

Европейский стандарт разработан техническим комитетом по стандартизации CEN/TC 336 «Битумные вяжущие» Европейского комитета по стандартизации (CEN).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры европейского стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и европейских и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на европейские и международные стандарты актуализированы.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Госстандарт, 2009

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Сущность метода 1
5 Реактивы и материалы 2
6 Аппаратура 2
7 Отбор проб 4
8 Проведение испытания 4
9 Расчеты 6
10 Выражение результатов 7
11 Точность метода 7
12 Протокол испытания 7

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Битум и битумные вяжущие
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ПАРАФИНОВ
Часть 1
Метод дистилляции

Бітум і бітумныя вяжучыя
ВЫЗНАЧЭННЕ ЗМЯШЧЭННЯ ПАРАФІНАЎ
Частка 1
Метад дыстыляцыі

Bitumen and bituminous binders
Determination of the paraffin wax content
Part 1
Method by distillation

Дата введения 2010-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания парафинов в битумах и битумных вяжущих дистилляцией.

Настоящий метод испытания не распространяется на битумные эмульсии, флюксированные или разжиженные безводные битумные вяжущие, модифицированные битумные вяжущие, независимо от их консистенции.

Предупреждение – При проведении испытания по методу настоящего стандарта могут использоваться опасные вещества, операции и оборудование. Настоящий стандарт не предусматривает рассмотрение всех проблем безопасности, связанных с его применением. Ответственность за выявление и установление мер по обеспечению техники безопасности и охраны здоровья, а также определение ограничений по применению стандарта несет пользователь настоящего стандарта.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения).

EN 58:2004 Битумы и битумные вяжущие. Отбор проб битумных вяжущих

EN 1425:1999 Битум и битумные вяжущие. Определение органолептических характеристик

EN 12594:2007 Битум и битумные вяжущие. Подготовка проб для испытания

EN ISO 3696:1995 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытания

ISO 383:1976 Посуда лабораторная стеклянная. Взаимозаменяемые конические шлифы

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

3.1 парафины (paraffin wax): Смесь углеводородов, кристаллизующихся из эфир-этанольной смеси с объемным соотношением 1:1 при температурах до минус 20 °С, полученная установленным способом и имеющая температуру плавления выше 25 °С.

4 Сущность метода

Парафины, содержащиеся в битуме, определяют в дистилляте, полученном в процессе перегонки при заданных условиях.

Издание официальное

5 Реактивы и материалы

5.1 Общие указания

Если не указано иное, используют только реактивы с известной аналитической степенью чистоты и воду со степенью чистоты 3 по EN ISO 3696:1995.

5.2 Этоксиэтан (диэтиловый эфир) безводный (далее – эфир).

5.3 Спирт этиловый безводный.

5.4 Спирт этиловый технический.

5.5 Эфир петролейный с плотностью приблизительно 645 кг/м^3 при 15 °С и интервалом кипения приблизительно от 30 °С до 75 °С.

5.6 Ацетон чистый для анализа.

5.7 Углекислота твердая мелкоистолченная.

Примечание – Допускается использовать криостат с охлаждающими свойствами, эквивалентными охлаждающим свойствам твердой углекислоты.

5.8 Лед мелкоистолченный.

5.9 Промывочная жидкость, эфир-толуольная смесь в объемном соотношении 1:1.

6 Аппаратура

Аппаратура и стеклянная посуда, обычно используемые в лабораториях, в том числе:

6.1 Сушильный шкаф, обеспечивающий поддержание температуры (125 ± 5) °С.

6.2 Термометры

6.2.1 Капиллярный термометр для пробы с диапазоном измерения от минус 38 °С до плюс 50 °С, ценой деления шкалы 1 °С, общей длиной (360 ± 5) мм, погружением (180 ± 5) мм, наружным диаметром капиллярной трубки (10 ± 0,5) мм.

6.2.2 Капиллярный термометр для бани с диапазоном измерения от минус 30 °С до плюс 50 °С, ценой деления шкалы 0,5 °С, общей длиной (220 ± 5) мм, погружением (50 ± 5) мм, наружным диаметром капиллярной трубки (8 ± 0,5) мм.

Вместо ртутных термометров допускается использовать другие средства измерения температуры, однако ртутный термометр является образцовым средством измерения. Поэтому используемые альтернативные средства измерения должны быть откалиброваны так, чтобы их показания были такими же, как и показания ртутного термометра, т. е. время отклика на изменение температуры должно быть таким же, как и у ртутного термометра.

Примечание – При измерении и регулировании номинально постоянных температур для альтернативных средств могут наблюдаться более значительные периодические отклонения показаний температуры, зависящие от продолжительности нагревания и интенсивности регулируемого теплового потока.

6.3 Колба для перегонки, показанная на рисунке 1, с корковой пробкой.

Размеры в миллиметрах

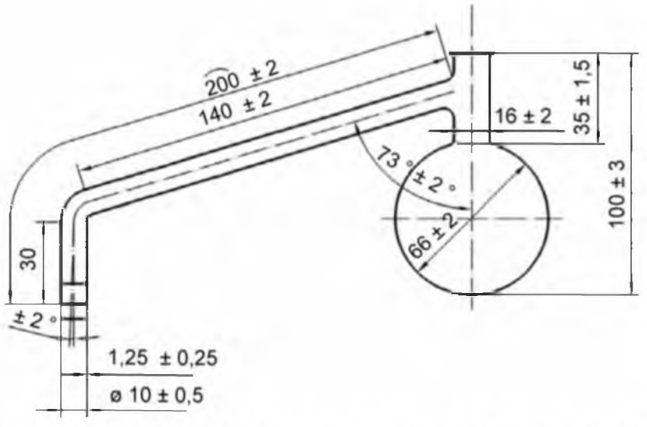


Рисунок 1 – Колба для перегонки для определения содержания парафина

6.4 Предохранительное металлическое кольцо с внутренним диаметром приблизительно 18 мм и внешним диаметром приблизительно 65 мм.

6.5 Пробирки с носиком и корковой пробкой с отверстием; размеры указаны на рисунке 2.

6.6 Пробирки со шлифом 29/32 и промывалка со шлифом 29/32 в соответствии с ISO 383; размеры пробирки указаны на рисунке 2.

6.7 Колба Эрленмейера вместимостью 100 мл, предназначенная для использования в качестве приемника дистиллята, с корковой пробкой с продольным вертикальным надрезом на наружной поверхности.

6.8 Колба для фильтрования под вакуумом вместимостью 500 мл.

6.9 Стеклянная промывалка вместимостью 500 мл.

6.10 Жидкостная баня для охлаждения (см. рисунок 2).

Допускается использовать иную баню для охлаждения с аналогичными изоляционными свойствами.

6.11 Воронка (в бане для охлаждения) диаметром 72 м и общей длиной 200 мм.

6.12 Чашка выпарная диаметром 80 мм с отметкой на уровне 15 мм.

6.13 Весы с погрешностью взвешивания не более ± 10 мг.

6.14 Весы с погрешностью взвешивания не более ± 2,0 мг.

6.15 Лабораторная горелка (см. рисунок 3).

6.16 Эксикатор.

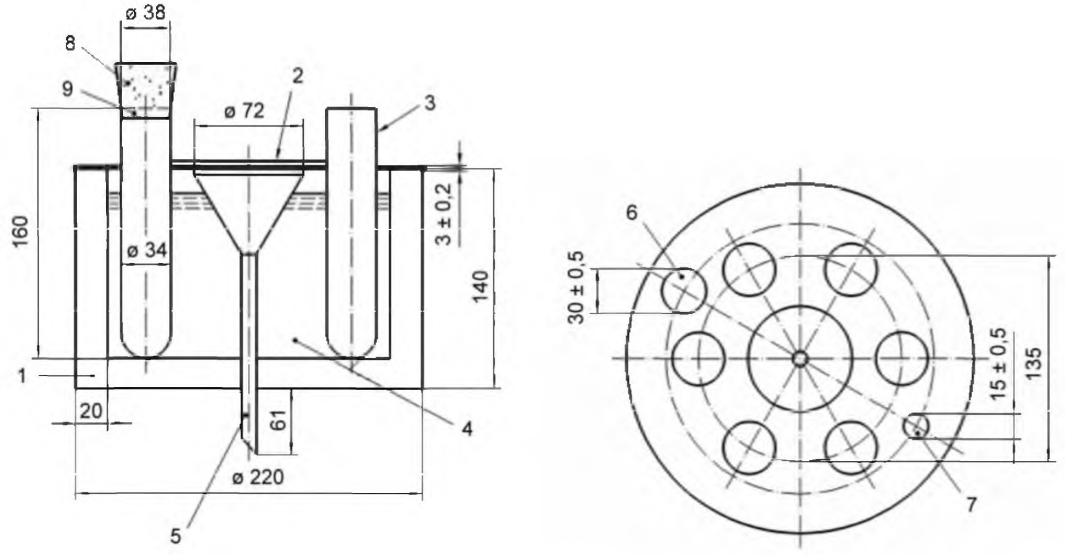
6.17 Фарфоровый тигель диаметром 80 мм.

6.18 Фильтр диаметром 110 мм средней плотности или со средней скоростью фильтрования для количественного анализа.

6.19 Таймер.

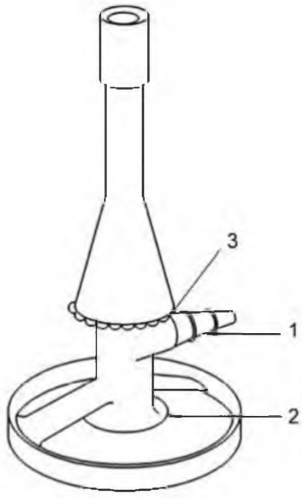
6.20 Пинцет.

Размеры в миллиметрах
Если не указано иное, допускаемое отклонение равно ± 1



1 – воздушное пространство;
2 – отверстие для воронки;
3 – испытательная пробирка;
4 – охлаждающая жидкость;
5 – участок длинного конца воронки, помещаемый в колбу для фильтрования;
6 – отверстие для введения твердой углекислоты;
7 – отверстие для термометра;
8 – корковая пробка с отверстием;
9 – носик

Рисунок 2 – Испытательные пробирки, баня для охлаждения и воронка



1 – трубка для подачи газа;
2 – игольчатый клапан;
3 – воздушный регулятор

Рисунок 3 – Лабораторная горелка

7 Отбор проб

Лабораторная проба должна быть однородной и не должна быть загрязнена (см. EN 1425). Соблюдают все меры предосторожности, необходимые для обеспечения безопасности, и следят за тем, чтобы проба для испытания была представительной частью лабораторной пробы, из которой ее отобрали. Пробу для испытания следует отбирать в соответствии с EN 58.

Испытание следует проводить с использованием двух порций пробы массой (25 ± 1) г каждая. Пробу подготавливают в соответствии с EN 12594.

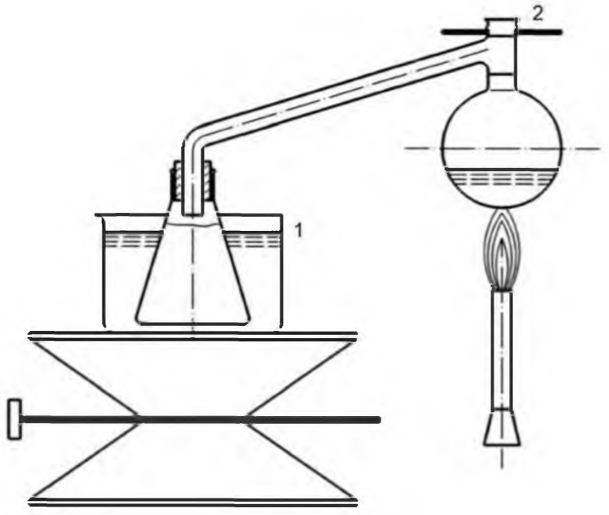
8 Проведение испытания

Расплавляют каждую испытуемую порцию пробы в фарфоровом тигле в течение минимального периода времени, необходимого для разжижения всей пробы. Переносят (25 ± 1) г пробы в колбу для перегонки (6.3) и взвешивают с точностью до 10 мг (масса m_B).

Колбу для перегонки нагревают на лабораторной горелке с высотой не образующего конус некоптящего пламени приблизительно 150 мм таким образом, чтобы первая капля дистиллята упала через 3 – 4 мин. На колбу для перегонки неплотно устанавливают предохранительное металлическое кольцо (см. 6.4) для предотвращения возможного возгорания корковой пробки.

Конденсацию паров, образующихся во время перегонки, обеспечивают путем погружения как можно глубже в смесь мелкоистолченного льда и воды взвешенной с точностью до 10 мг колбы Эрленмейера (см. 6.7), в которую полностью опущен нижний отогнутый конец отводной трубки колбы для перегонки (см. рисунок 4). Возможность определения и контроля скорости перегонки должна сохраняться.

Регулируют скорость перегонки таким образом, чтобы (15 ± 5) капель падали с кончика отводной трубки в приемник дистиллята каждые 10 с.



1 – охлаждающая баня;
2 – предохранительное кольцо

Рисунок 4 – Схематическое изображение установки для перегонки

Продолжают нагревание, не регулируя пламя лабораторной горелки, до уменьшения скорости перегонки и отсутствия падения капель с отводной трубки в течение 10 с или через 14 мин от начала перегонки.

Продолжают нагревание некоптящим пламенем в течение последующей минуты до накаливания колбы для перегонки.

Перегонка должна продолжаться не более 15 мин. После завершения перегонки дистиллят, оставшийся в отводной трубке, в приемник не переносят.

Дистиллят тщательно перемешивают при слабом нагревании в приемнике осторожными круговыми вращениями.

Приемник охлаждают до температуры окружающей среды в эксикаторе и взвешивают дистиллят, содержащийся в приемнике, с точностью до 10 мг (масса m_D). В зависимости от предполагаемого содержания парафинов добавляют 2 – 4 г дистиллята в пробирку (см. 6.5) и взвешивают с точностью до 5 мг (масса m_E).

Примечание – Если содержание парафинов неизвестно, рекомендуемая первоначальная масса дистиллята составляет 3 г.

Растворяют взвешенное количество дистиллята в (25 ± 1) мл эфира и добавляют (25 ± 1) мл этанола (см. 5.3).

Пробирку закрывают пробкой с термометром (см. 6.2.1), который погружается в пробу, и помещают в охлаждающую баню. Охлаждают жидкость в бане путем добавления мелкоистолченной твердой углекислоты или с использованием криостата (см. примечание к 5.7). Для обеспечения поддержания температуры пробы минус 20 °С, которая потребуется позже, понижают температуру бани до минус (22 ± 1) °С. Наливают (20 ± 1) мл промывочной жидкости (см. 5.9) в промывалку и охлаждают в бане (см. 6.10) до температуры минус (20 ± 0,5) °С. Данную температуру промывочной жидкости поддерживают до окончания процесса фильтрования.

Помещают фильтр (см. 6.18) в воронку, установленную в бане для охлаждения, и устанавливают под ней колбу для фильтрата. Быстро переносят кристаллическую массу, образующуюся в пробирке при температуре минус (20 ± 0,5) °С, на фильтр. Промывают испытательную пробирку охлажденной промывочной жидкостью. Промывку осуществляют тремя равными порциями промывочной жидкости, доведенной до температуры минус (20 ± 5) °С.

Фильтрование проводят под небольшим вакуумом, давление при этом не должно опускаться ниже 5 кПа. Сразу же после завершения фильтрования пинцетом извлекают фильтр и переносят его в воронку, расположенную над выпарной чашкой или колбой Эрленмейера, предварительно взвешенными с точностью до 0,5 мг. Сырые парафины растворяют осторожным орошением подогретым петролейным эфиром. Аналогичным образом растворяют парафины, которые могли прилипнуть к стенкам термометра или пробирки. Выпаривают объединенные фильтраты в выпарной чашке на водяной бане. Для предотвращения стекания жидкости по кромке чашки выпаривание следует проводить в слабом потоке воздуха. Высушивают остаток в сушильном шкафу в течение (15 ± 1) мин при температуре (125 ± 5) °С и охлаждают. Когда предварительно очищенные таким образом парафины охладятся, но полностью не застынут, добавляют приблизительно 15 мл ацетона.

Растворяют парафины осторожными круговыми вращениями выпарной чашки при слабом нагревании. Добавляют ацетон для компенсации его потерь в результате испарения. Охлаждают раствор парафинов в ацетоне на водяной бане до температуры (15,0 ± 0,5) °С и фильтрованием отделяют закристаллизовавшиеся парафины. Промывают выпарную чашку, термометр и фильтр несколько раз охлажденным до температуры (15 ± 5) °С ацетоном из промывалки, следя за тем, чтобы общий объем промывочной жидкости составлял (30 ± 1) мл. Промывочную жидкость сливают в отходы.

Растворяют очищенные таким образом парафины осторожным орошением подогретым петролейным эфиром и помещают их снова в ту же выпарную чашку. Выпаривают раствор парафинов в петролейном эфире в слабом потоке воздуха на водяной бане.

Высушивают закристаллизовавшиеся парафины в течение (15 ± 1) мин в сушильном шкафу при температуре (125 ± 5) °С и после охлаждения в эксикаторе определяют массу с точностью до 0,5 мг (масса m_A).

Если значение массы парафинов находится вне диапазона от 65 до 85 мг, результат определения не учитывают и проводят повторное испытание, изменяя соответствующим образом значение первоначальной массы дистиллята (масса m_E).

Если первоначальная масса дистиллята, необходимая для получения массы парафинов в диапазоне от 65 до 85 мг, меньше 2 г или больше 4 г, отмечают это в протоколе испытания.

Примечание – Для охлаждения допускается использовать автоматическое устройство охлаждения при условии получения аналогичных результатов испытания.

При проведении повседневных испытаний перегонку можно осуществлять с использованием одной порции пробы массой (25 ± 1) г.

В зависимости от предполагаемого содержания парафинов добавляют от 2 до 4 г (например, 2,5, 3 или 3,5 г) дистиллята в три испытательные пробирки и взвешивают их с точностью до 5 мг. Продолжают проведение испытания с использованием данных трех порций дистиллята.

Если одно или более значений массы парафинов находятся в диапазоне от 65 до 85 мг, рассчитывают содержание парафинов с использованием двух значений массы, наиболее близких к 75 мг и, по возможности, расположенных по обе стороны от среднего значения. Если все значения массы парафина находятся вне диапазона от 65 до 85 мг, результат определения не учитывают и проводят повторное испытание с использованием новой порции пробы массой (25 ± 1) г, изменив первоначальную массу дистиллята.

9 Расчеты

Рассчитывают массовую долю парафинов C_p в процентах для каждой испытуемой порции пробы по формуле:

$$C_p = \frac{m_D \times m_A}{m_B \times m_E} \times 100, \quad (1)$$

где m_B – масса порции пробы битума, г;
m_D – масса дистиллята, г;
m_E – масса испытуемой порции дистиллята, г;
m_A – масса парафина, г.

Если результаты определения массовой доли двух порций пробы, отличаются не более чем на 0,3 %, определяют среднее арифметическое значение данных двух результатов. Если данное условие не выполняется, проводят определение для третьей порции пробы массой приблизительно 25 г и рассчитывают среднее арифметическое значение двух наиболее близких результатов. Данные результаты определения массовой доли при этом не должны отличаться более чем на 0,3 %. Если первые два результата определения отличаются от третьего на одинаковую величину, в протоколе указывают третий результат.

Если среднее арифметическое значение полученных трех результатов при заданных условиях определить невозможно, данные три результата определения не учитывают и проводят испытание повторно с использованием двух новых порций пробы.

Примечание – При проведении повседневных испытаний строят график зависимости, на котором на оси X откладывают окончательную массу, а на оси Y – содержание парафинов. Результаты определения наносят на график. Окончательное значение содержания парафинов находят по графику путем считывания показания в точке, соответствующей значению массы 75 мг.

10 Выражение результатов

Содержание парафинов выражают в виде массовой доли с округлением до 0,1 %.

11 Точность метода

11.1 Повторяемость

Расхождение между двумя результатами испытания, полученными одним и тем же оператором при работе на одном и том же оборудовании при одинаковых условиях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного промежутка времени при правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить 0,3 абс. % по массе.

11.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного промежутка времени при правильном выполнении метода только в одном случае из двадцати может превысить 0,5 абс. % по массе.

Примечание – До установления показателей точности для модифицированных битумов приведенные показатели точности могут применяться только в качестве справочных.

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

a) тип испытуемого продукта и информацию для его полной идентификации;

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) результаты испытания (см. разделы 9 и 10);

d) любое отклонение, по соглашению или иное, от установленного метода;

e) дату испытания.

Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

Сдано в набор 07.07.2009. Подписано в печать 19.08.2009. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,27 Уч.- изд. л. 0,96 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
ЛИ № 02330/0549409 от 08.04.2009.
ул. Мележа, 3, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru