ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ EN 12594-2010

Битум и битумные вяжущие
ПОДГОТОВКА ПРОБ ДЛЯ ИСПЫТАНИЯ

Бітум і бітумныя вяжучыя
ПАДРЫХТОЎКА ПРОБ ДЛЯ ВЫПРАБАВАННЯ

(EN 12594:2007, IDT)

Издание официальное

БЗ 4-2010

Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.775.035:620.113(083.74)(476) МКС 75.140 КП 02 IDT

Ключевые слова: лабораторная проба, проба для испытания

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 закрытым акционерным обществом «Инженерно-экологический центр «БЕЛИНЭКОМП»

ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 28 апреля 2010 г. № 18

3 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 12594:2007 Bitumen and bituminous binders – Preparation of test samples (Битум и битумные вяжущие. Подготовка проб для испытания).

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 международного стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

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

Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным европейским стандартам приведены в дополнительном приложении Д.А.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Госстандарт, 2010

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 2
4 Сущность метода 2
5 Реактивы и материалы 2
6 Аппаратура 3
7 Подготовка проб 3
8 Протокол испытаний 5
Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным европейским стандартам 6

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Битум и битумные вяжущие
ПОДГОТОВКА ПРОБ ДЛЯ ИСПЫТАНИЯ

Бітум і бітумныя вяжучыя
ПАДРЫХТОЎКА ПРОБ ДЛЯ ВЫПРАБАВАННЯ

Bitumen and bituminous binders
Preparation of test samples

Дата введения 2010-08-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод подготовки проб битума и битумных вяжущих с целью проверки их свойств.

Предупреждение – При применении 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 Битум и битумные вяжущие. Отбор проб битумных вяжущих

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

EN 1427:2007 Битум и битумные вяжущие. Определение температуры размягчения. Метод кольца и шара

EN 1429:2009 Битум и битумные вяжущие. Определение остатка на сите после процеживания битумной эмульсии и определение стойкости при хранении

EN 1431:2009 Битум и битумные вяжущие. Определение остатка от перегонки и нефтяного дистиллята, полученных методом перегонки битумных эмульсий

EN 12607-1:2007 Битум и битумные вяжущие. Определение стойкости к затвердению под воздействием нагрева и воздуха. Часть 1. Метод RTFOT

EN 12607-2:2007 Битум и битумные вяжущие. Определение стойкости к затвердению под воздействием нагрева и воздуха. Часть 2. Метод TFOT

EN 12607-3:2007 Битум и битумные вяжущие. Определение стойкости к затвердению под воздействием нагрева и воздуха. Часть 3. Метод RFT

EN 12697-1:2005 Смеси битумные. Методы испытания горячих асфальтовых смесей. Часть 1. Содержание растворимых вяжущих

EN 12697-2:2002 + A1:2007 Смеси битумные. Методы испытаний горячих асфальтовых смесей. Часть 2. Определение гранулометрического состава

EN 12697-4:2005 Смеси битумные. Методы испытаний горячих асфальтовых смесей. Часть 4. Восстановление битумов: колонны, разделяющие на фракции

EN 12847:2009 Битум и битумные вяжущие. Определение тенденции битумных эмульсий к расслоению

EN 13074:2002 Битум и битумные вяжущие. Извлечение вяжущего из битумных эмульсий методом выпаривания

EN 14769:2005 Битум и битумные вяжущие. Ускоренное долговременное старение в камере старения под давлением (PAV)

Издание официальное

EN 14895:2006 Битум и битумные связующие. Стабилизация связующей из битумных эмульсий или из разбавленных и текучих битумных связующих

EN ISO 3696:1995 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний (ISO 3696:1987)

ISO 5280:1979 Ксилол технический. Технические условия

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют термины, установленные в EN 58, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 лабораторная проба (laboratory sample): Проба битумного вяжущего, предназначенная для лабораторных испытаний. Это может быть точечная проба, составная проба или часть этих проб (разделенная проба).

3.2 проба для испытания (test sample): Проба битумного вяжущего, полученная путем обработки или деления лабораторной пробы для отдельного испытания.

4 Сущность метода

Для получения лабораторной пробы проводят отбор пробы испытуемого продукта в соответствии с EN 58.

Прежде чем проводить испытания установленным в настоящем стандарте методом, необходимо проверить органолептические характеристики испытуемого продукта в соответствии с EN 1425.

Перед отбором проб для испытания лабораторную пробу гомогенизируют.

Для определенных испытаний (7.3.2) лабораторную пробу помещают непосредственно в контейнер для проб для испытания, для других испытаний (7.3.3) лабораторную пробу перед испытанием следует профильтровать.

Лабораторную пробу, из которой отбираются пробы для испытания, следует хранить в контролируемых условиях. Осторожно перемешивают и, если необходимо, нагревают пробу.

Все пробы, необходимые для проверки одного свойства, готовят одновременно.

5 Реактивы и материалы

5.1 Общие положения

Используют только реактивы, соответствующие требованиям стандарта по аналитической чистоте, и воду, соответствующую классу 3 согласно EN ISO 3696:1995.

5.2 Раствор S_a

Водный раствор, содержащий 0,01 моль/л гидроксида натрия (NaOH) и 1 % масс. доли натрия олеата. Этот раствор используют для подготовки проб анионной эмульсии. Мыльный раствор при наличии на рабочем месте может использоваться при стандартных испытаниях или для упрощения испытаний.

Примечание – S_a – анионный раствор, применяемый для подготовки проб анионной эмульсии.

5.3 Раствор S_c

Водный раствор, содержащий 0,01 моль/л соляной кислоты (HCl) и 1 % масс. доли цетилтриметиламмония бромида. Этот раствор используют для подготовки проб катионной эмульсии. Водная фаза при наличии на рабочем месте может использоваться при стандартных испытаниях или для упрощения испытаний.

Примечание – S_c – катионный раствор, применяемый для подготовки проб катионной эмульсии.

5.4 Ксилол, степень чистоты 2 – по ISO 5280.

5.5 Этанол, объемная доля основного вещества не менее 99 % или объемная доля основного вещества 95 %, денатурированный.

6 Аппаратура

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

6.1 Вентилируемая печь или вентилируемая лабораторная печь с погрешностью поддержания температуры ±5 °С, контролируемой в средней точке и рабочем пространстве на соответствие температурным интервалам.

6.2 Устройство косвенного нагрева, например канальная печь с термометром, масляная баня с термометром и т. п.

6.3 Плавильная чаша из подходящего материала.

6.4 Мешалка ручная (например, шпатель) или механическая пропеллерная.

6.5 Металлическое сито с отверстиями размером 0,50 мм, изготовленное из латуни или нержавеющей стали, предназначенное для битумных эмульсий.

6.6 Алюминиевая фольга или крышка для плавильной чаши.

6.7 Контейнер или форма для пробы для испытания, выполненная из подходящего материала, либо стеклянная коническая колба с притертой стеклянной пробкой.

7 Подготовка проб

7.1 Твердые или полутвердые пробы

7.1.1 Пробы объемом до 1 л

Приоткрывают крышку контейнера для пробы и помещают контейнер с неплотно закрытой крышкой в печь максимум на 120 мин при температуре, не более чем на 100 °С превышающей предполагаемую температуру размягчения, определенную по EN 1427.

Аналогичную операцию выполняют и для модифицированного битума, если нет других указаний от поставщика. В любом случае температура не должна превышать 200 °С.

Вынимают контейнер из печи и осторожно размешивают расплавленную пробу (6.4), не допуская образования пузырьков воздуха в пробе. Перемешивание модифицированных вяжущих выполняют в соответствии с рекомендациями поставщика. Если необходимо удалить пузырьки воздуха, пробу помещают в печь не более чем на 5 мин. Сжиженную и гомогенизированную пробу разливают в формы или контейнеры для проб для испытания.

Весь процесс (плавление, гомогенизация и формование) должен занимать не более 135 мин.

Остаток нагретой пробы утилизируют.

7.1.2 Пробы объемом более 1 л

Если пробу необходимо разделить, следят за тем, чтобы полученная делением проба была представительной частью исходной пробы. При необходимости продукт отбирают в достаточном количестве (не менее 100 $см^3$) из контейнера с помощью подходящего инструмента (например, нагретого, но не раскаленного ножа) и помещают в плавильную чашу.

Помещают плавильную чашу в нагревательное устройство (6.1 или 6.2).

Перемешивая, расплавляют продукт (6.4) при температуре, превышающей предполагаемую температуру размягчения, определенную по EN 1427, не более чем на 100 °С. Аналогичную операцию выполняют и для модифицированного битума, если нет других указаний от поставщика. В любом случае температура не должна превышать 200 °С.

Более низкие температуры, необходимые на последующих этапах, достигаются за счет охлаждения.

Пробу полностью расплавляют:

– объемом от 1 до 2 л – в течение не более чем 3 ч;

– объемом от 2 до 3 л – в течение не более чем 3 ч 30 мин;

– объемом от 3 до 5 л – в течение не более чем 4 ч;

– объемом более 5 л – в течение не менее 5 ч.

Примечание – При расплавлении проб объемом более 5 л температура продукта должна быть на 50 °С выше температуры размягчения, определенной по методу кольца и шара. Так как плавление выполняют при более низкой температуре, примерно за 2 ч перед отбором проб температуру следует повысить.

Осторожно перемешивают расплавляемую пробу, чтобы предотвратить локальный перегрев и не допустить образования пузырьков воздуха в пробе. Перемешивание модифицированных вяжущих выполняют в соответствии с рекомендациями поставщика. При отсутствии указанных рекомендаций модифицированный битум гомогенизируют в течение не более чем 10 мин, избегая при этом образования в пробе пузырьков воздуха. При необходимости плавильную чашу накрывают алюминиевой фольгой или неплотно закрывают крышкой.

Сжиженную и гомогенизированную пробу разливают в формы или контейнеры для проб для испытания.

Процесс гомогенизации и розлива должен занимать не более 15 мин.

Остаток нагретой пробы утилизируют.

7.2 Мягкий битум, флюксированные или разжиженные вяжущие

Для уменьшения потерь летучих веществ при нагревании контейнер накрывают алюминиевой фольгой или неплотно закрывают крышкой. Пробу гомогенизируют, аккуратно перемешивая вручную.

Пробы со слишком высокой вязкостью нагревают, например, горячим воздухом или в масляной ванне в течение минимального времени, необходимого для достижения состояния, достаточно жидкого для розлива.

Пробу вяжущего помещают в печь с температурой, не превышающей следующих значений:

– более чем на 80 °С предполагаемую температуру размягчения, определяемую по методу кольца и шара;

– 140 °С для флюксированных битумных вяжущих;

– 80 °С для разжиженных вяжущих.

Не допускают наличия в пробе пузырьков воздуха, обеспечивая удаление образовавшихся пузырьков воздуха.

Гомогенизированный жидкий продукт разливают в формы или контейнеры для проб для испытания.

После нагревания операции по гомогенизации и розливу выполняют в течение не более чем 15 мин.

Остаток нагретой пробы утилизируют, кроме разжиженных вяжущих и вяжущих с температурой размягчения, определенной по методу кольца и шара, не превышающей 30 °С.

7.3 Битумные эмульсии

7.3.1 Общие положения

Интервал времени между отбором проб и испытанием эмульсий должен быть как можно короче. Для контрольного испытания этот интервал должен составлять не более 10 дн.

7.3.2 Пробы для определения остатка на сите после процеживания (EN 1429) и тенденции к расслоению (EN 12847)

7.3.2.1 Лабораторную пробу, полученную в соответствии с требованиями раздела 4, хранят в печи (при необходимости) при температуре от 18 °С до 28 °С или в лаборатории, температура окружающей среды в которой поддерживается в указанных пределах. Фиксируют температуру хранения лабораторной пробы.

Примечание – Для эмульсий, которые при температуре окружающей среды являются нестабильными и которые обычно хранят и применяют при повышенной температуре, до подготовки проб для испытания лабораторную пробу допускается хранить при температуре (60 ± 5) °С. При этом необходимо принять все меры для снижения потерь воды или формирования пленки. После этого температуру лабораторной пробы следует отрегулировать так, чтобы она соответствовала температуре, необходимой для подготовки пробы для испытания.

7.3.2.2 Осторожно перемешивают жидкую пробу со скоростью 50 – 70 об/мин стеклянной палочкой или шпателем до получения однородной эмульсии. Избегают захвата воздуха при перемешивании; если захват воздуха произошел, обеспечивают удаление пузырьков воздуха. Тщательно диспергируют осадок, образовавшийся на дне контейнера. Записывают, насколько трудно было повторно диспергировать этот осадок.

7.3.2.3 Размешанную пробу переносят в контейнер для проб для испытания.

7.3.2.4 Определяют остаток при процеживании в соответствии с EN 1429 и/или тенденцию к расслоению в соответствии с EN 12847.

7.3.3 Пробы для проведения других испытаний

7.3.3.1 Выполняют процедуры, которые описаны в 7.3.2.1, 7.3.2.2 и 7.3.2.3.

7.3.3.2 Выполняют процедуру, подробно описанную в EN 1429 (подраздел 8.1), кроме операции по взвешиванию сита. При этом вместо колбы допускается использовать химический стакан.

Для эмульсий с высокой вязкостью, которые медленно проходят через отверстия, испытания допускается проводить без пропускания эмульсии через сито.

7.4 Пробы, полученные с помощью особой процедуры

Пробы, полученные посредством:

– экстракции битумного вяжущего (EN 12697-1, EN 12697-2 и EN 12697-4 или любой другой стандарт, касающийся метода экстракции);

– восстановления и стабилизации из битумной эмульсии или расплавленного битума (EN 13074, EN 14895 и EN 1431 или любой другой стандарт, касающийся метода восстановления и стабилизации);

– затвердевания (EN 12607-1, EN 12607-2, EN 12607-3 и EN 14769 или любой другой стандарт, касающийся метода затвердевания),

подготавливают сразу же после их восстановления и подвергают испытаниям соответствующим методом.

Если продукт для испытания получен небольшими частями из одного исходного продукта (например, после затвердевания), данные части объединяют в одну пробу. Если отдельных проб недостаточно, их следует приготовить.

Отдельные пробы собирают для последующего испытания в плавильной чаше и выдерживают в жидком состоянии или осторожно расплавляют в течение не более чем 60 мин, например, в горячем воздухе или масляной ванне. Максимальная температура не должна превышать предполагаемую температуру размягчения, определенную по EN 1427, более чем на 100 °C.

Для модифицированного битума применяют ту же процедуру, если нет других рекомендаций поставщика. В любом случае температура не должна быть выше 200 °C.

Более низкая температура, необходимая на последующих этапах, достигается за счет охлаждения.

Осторожно перемешивают продукт, избегая образования в пробе пузырьков воздуха. В случае образования пузырьков воздуха их удаляют. Если необходимо, плавильную чашу накрывают алюминиевой фольгой или неплотно закрывают крышкой.

Материал разливают в формы или контейнеры для проб для испытания.

Операции по гомогенизации и розливу выполняют в течение не более чем 15 мин.

Остаток нагретой пробы утилизируют.

8 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

a) тип подготовленной пробы и информацию для ее полной идентификации;

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) дату отбора пробы и дату доставки ее в лабораторию;

d) дату подготовки пробы;

e) температуру хранения перед подготовкой пробы для испытания (или температуру окружающей среды в лаборатории);

f) температуру подготовки пробы;

g) об образовании недиспергированного осадка;

h) о фильтровании;

i) любое отклонение, по соглашению или иное, от установленного метода.

Приложение Д.А
(справочное)

Сведения о соответствии государственных стандартов ссылочным европейским стандартам

Таблица Д.А.1

Обозначение и наименование европейского стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
EN 1427:2007 Битум и битумные вяжущие. Определение температуры размягчения. Метод кольца и шара	IDT	СТБ EN 1427-2009 Битум и битумные вяжущие. Метод определения температуры размягчения по кольцу и шару
EN 12607-1:2007 Битум и битумные вяжущие. Определение стойкости к затвердению под воздействием нагрева и воздуха. Часть 1. Метод RTFOT	IDT	СТБ EN 12607-1-2009 Битум и битумные вяжущие. Определение стойкости к затвердеванию под воздействием нагрева и воздуха. Часть 1. Метод испытания вращающейся тонкой пленки

Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

Сдано в набор 11.05.2010. Подписано в печать 14.05.2010. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,16 Уч.- изд. л. 0,45 Тираж 40 экз. Заказ 388

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
ЛИ № 02330/0552843 от 08.04.2009.
ул. Мележа, 3, комн. 406, 220113, Минск.

gost.e-ecolog.ru