ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ EN 12593-2009

Битум и битумные вяжущие

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ХРУПКОСТИ ПО ФРААСУ

Бітум і бітумныя вяжучыя

МЕТАД ВЫЗНАЧЭННЯ ТЭМПЕРАТУРЫ ЛОМКАСЦІ ПА ФРААСУ

(EN 12593:2007, IDT)

Издание официальное

БЗ 6-2009



Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.775:620.178.2(083.74)(476) МКС 75.140; 91.100.50 КП 03 IDT

Ключевые слова: битум, битумные вяжущие, определение температуры хрупкости, метод Фрааса

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 12593:2007 Bitumen and bituminous binders – Determination of the Fraass breaking point (Битум и битумные вяжущие. Определение температуры хрупкости по Фраасу).

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.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования европейского стандарта с целью применения обобщающего понятия в соответствии с ТКП 1.5-2004 (04100).

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на европейские 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 Аппаратура 1
6 Отбор и подготовка проб 6
7 Проведение испытания 8
8 Выражение результатов 9
9 Точность метода 9
10 Протокол испытания 9
Приложение А (обязательное) Технические требования к термометрам 10

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Битум и битумные вяжущие
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ХРУПКОСТИ ПО ФРААСУ

Бітум і бітумныя вяжучыя
МЕТАД ВЫЗНАЧЭННЯ ТЭМПЕРАТУРЫ ЛОМКАСЦІ ПА ФРААСУ

Bitumen and bituminous binders
Method for determination of the Fraass breaking point

Дата введения 2010-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения температуры хрупкости по Фраасу, характеризующей хрупкость битумов и битумных вяжущих при низких температурах.

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

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

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

3.1 температура хрупкости по Фраасу (Fraass breaking point): Температура в градусах Цельсия, при которой пленка битумного вяжущего заданной равномерной толщины разрывается при установленных условиях нагрузки.

4 Сущность метода

Пробу битумного вяжущего равномерным слоем наносят на металлическую пластинку. Пластинку охлаждают с постоянной скоростью и периодически изгибают до появления разрыва слоя битума. Температуру, при которой появляется первая трещина, записывают в протокол испытания как температуру хрупкости по Фраасу.

5 Аппаратура

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

5.1 Пластинки, изготовленные из закаленной пружинной стали, длиной (41,00 ± 0,05) мм, шириной (20,0 ± 0,2) мм и толщиной (0,15 ± 0,02) мм. Пластинки должны храниться в неизогнутом состоянии и быть защищены от коррозии. Пластинки с видимым изгибом и следами коррозии использовать не допускается.

Издание официальное

5.2 Оборудование для подготовки пластинок, используемое для нанесения расплавленной пробы.

5.2.1 Магнитный блок с плоской и гладкой поверхностью (рисунок 1), способный удерживать от одной до трех пластинок и имеющий соответствующую крышку (рисунок 2).

Размеры в миллиметрах

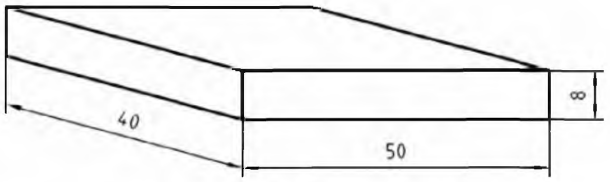


Рисунок 1 – Магнитный блок

Размеры в миллиметрах

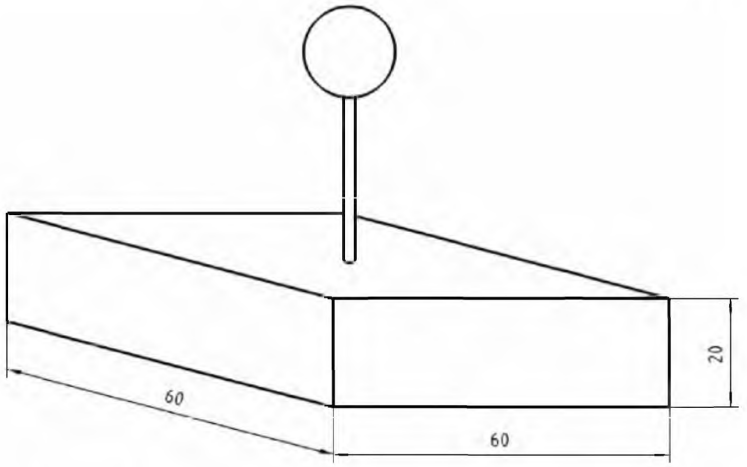


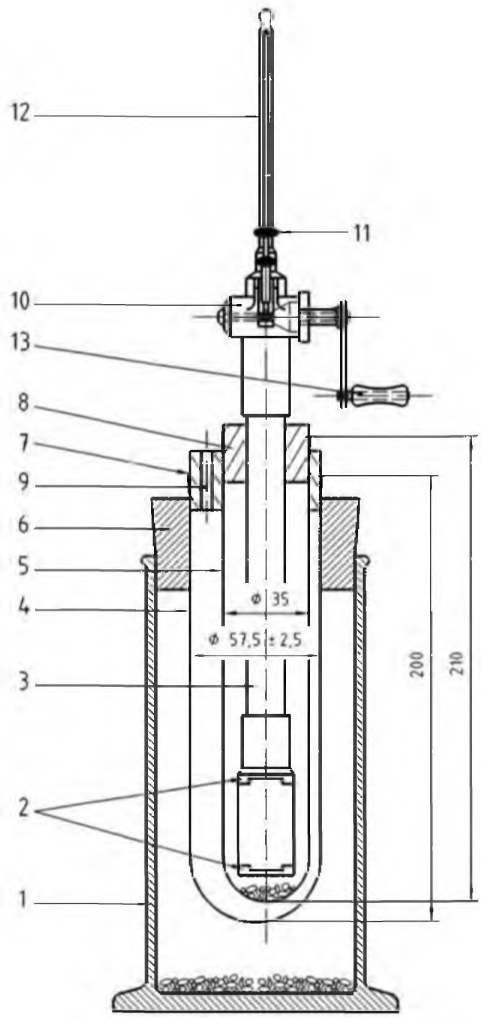
Рисунок 2 – Металлическая крышка (с толщиной стенки 1,5 мм)

5.2.2 Металлическая плита с двумя различными зонами: зоной с электрическим подогревом и регулируемой температурой и зоной с водяным охлаждением. Поверхность плиты должна быть горизонтальной, плита должна быть оснащена пузырьковым уровнем и регулировочными винтами для выравнивания поверхности.

5.3 Установка для определения температуры хрупкости по Фраасу, показанная на рисунке 3, состоящая из элементов, указанных в 5.3.1 – 5.3.3.

Примечание – Вместо ручной установки допускается использовать полуавтоматическую или автоматическую установку, обеспечивающую воспроизведение аналогичных условий испытания.

Размеры в миллиметрах

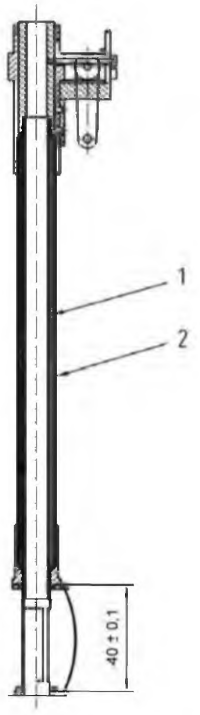


1 – цилиндр;
2 – верхний и нижний захваты;
3 – внешняя трубка устройства для сгибания;
4 – внешняя пробирка;
5 – внутренняя пробирка;
6 – пробка для цилиндра (1), удерживающая внешнюю пробирку (4);
7 – пробка для внешней пробирки (4), удерживающая внутреннюю пробирку (5);
8 – пробка для внутренней пробирки (5), удерживающая устройство для сгибания;
9 – отверстие;
10 – конус;
11 – установочный винт;
12 – термометр;
13 – рукоятка

Рисунок 3 – Пример установки для определения температуры хрупкости по Фраасу (указанные размеры являются обязательными)

5.3.1 Устройство для сгибания, показанное на рисунке 4. Зазор между двумя трубками, одна из которых может перемещаться в продольном направлении внутри другой, не должен превышать 1 мм. Трубки должны быть изготовлены из материала с низким тепловым расширением (коэффициент линейного расширения менее $40 \cdot 10^{-6}$ K^{-1}) и низкой теплопроводностью (менее 0,3 Вт/К·м).

Размеры в миллиметрах

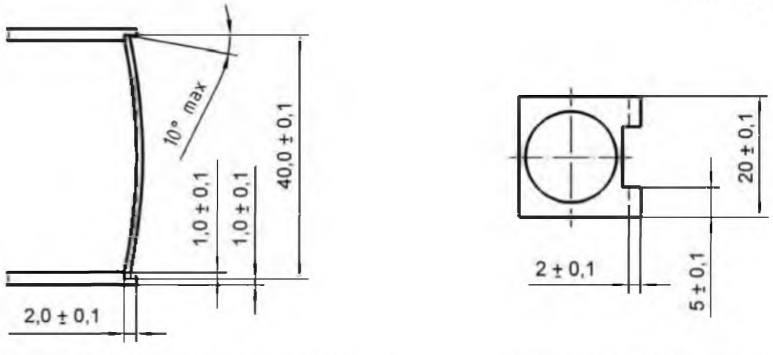


1 – внутренняя трубка устройства для сгибания: внешний диаметр 11,5, внутренний диаметр 7,5;
2 – внешняя трубка устройства для сгибания: внешний диаметр 16,5, внутренний диаметр 12,5

Рисунок 4 – Нижняя часть устройства для сгибания с установленной пластинкой

Пластинка должна удерживаться двумя стальными захватами, как показано на рисунке 5, при этом верхний захват крепится к нижнему концу внешней трубки, а нижний захват – к внутренней трубке с помощью металлической соединительной детали. Захваты должны располагаться в одной плоскости параллельно оси трубок и быть предохранены от взаимного вращения. Термометр должен быть установлен таким образом, чтобы соединительная деталь не экранировала термочувствительный элемент термометра от температуры окружающей среды и резервуар термометра был расположен на одинаковом расстоянии от стенок внутренней трубки и на уровне середины предварительно согнутой пластинки.

Размеры в миллиметрах



Вид сбоку с пластинкой в начальном положении

Вид сверху без пластинки

Рисунок 5 – Захваты

Вращением рукоятки (см. рисунок 3), которая приводит в действие механизм, состоящий из конуса из закаленного металла (см. рисунок 6) и установочного винта, внутренняя трубка перемещается вверх или вниз относительно внешней трубки. 11 оборотов рукоятки должны вызывать равномерное уменьшение начального расстояния между верхним и нижним захватами с (40,0 ± 0,1) мм до (3,5 ± 0,1) мм.

Размеры в миллиметрах

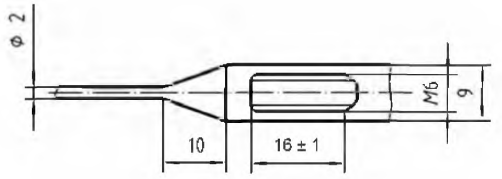


Рисунок 6 – Конус

Для фиксации начального изгиба стальной испытательной пластинки допускается использовать стальную вставку. Высота вставки должна быть такой, чтобы при ее установке расстояние между верхним и нижним захватами составляло (40,0 ± 0,1 мм).

При соблюдении условий испытания, установленных в настоящем стандарте, допускается применение полуавтоматического устройства для сгибания, в котором перемещение внутренней трубки вверх и вниз осуществляется, например, посредством кулачкового механизма с электроприводом, или полностью автоматического устройства, в котором снижение температуры и фиксация температуры хрупкости происходят автоматически.

5.3.2 Устройство для охлаждения, показанное на рисунке 3, состоящее из внутренней пробирки (5), внешней пробирки (4) и стеклянного цилиндра (1). Пробки (6), (7) и (8) должны быть резиновыми или корковыми. Отверстие (9) в пробке (7) может использоваться для введения твердой углекислоты. Цилиндр (1) и внутренняя пробирка (5) должны содержать небольшое количество осушителя. Вместо внешней пробирки (4) и цилиндра (1) можно использовать прозрачный сосуд Дьюара с внутренним диаметром (75 ± 5) мм.

Примечание 1 – Следят за тем, чтобы все элементы устройства находились в вертикальном положении.

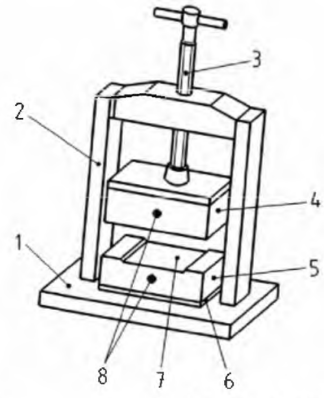
Примечание 2 – Пригодными жидкостями для использования в сосуде Дьюара являются такие спирты, как этанол, 1-пропанол или 2-пропанол.

5.3.3 Капиллярный термометр, технические требования к которому установлены в приложении А.

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 – Для данного метода, в соответствии с которым во время испытания снимают показания понижающейся температуры, предварительно устанавливают значения поправок и применяют их к наблюдаемым показаниям.

5.4 Пресс, состоящий из опорной плиты, рамы и двух металлических зажимных матриц размером 100 × 72 × 25 мм (см. рисунок 7). Нижняя матрица должна быть установлена на пластину, изготовленную из изоляционного материала (см. 5.5) и имеющую такие же размеры, как и матрица.



1 – опорная плита;
2 – рама;
3 – винт с рукояткой;
4 – верхняя матрица;
5 – нижняя матрица;
6 – пластина из изоляционного материала;
7 – выемка;
8 – отверстия для измерения температуры

Рисунок 7 – Пресс

На поверхности нижней матрицы должна быть выемка размером 72 × 60 × 0,7 мм. Верхняя матрица своей верхней частью соединяется с металлической пластиной через изоляционный материал для разделения двух поверхностей. Пластина должна быть соединена с винтом. Винт должен проходить сквозь раму.

Глубина канавки резьбы должна составлять от 0,2 до 0,5 мм.

Электрические нагревательные элементы должны быть вмонтированы между зажимными матрицами и изоляционным материалом (см. 5.5) и соединяться с устройством управления, посредством которого можно изменять температуру зажимных матриц. Зажимные матрицы должны иметь отверстия, в которые вставляются датчики средств измерения температуры.

5.5 Разделительные пленки, термостойкие, например пленки, изготовленные из гидрата целлюлозы, толщиной 0,05 мм, или бумага с силиконовым покрытием.

5.6 Щипцы для помещения испытательных пластинок между захватами. Ширина захватывающих концов щипцов не должна превышать 8 мм и для предотвращения чрезмерного выгибания испытуемых пластинок во время их установки должна использоваться вставка, предотвращающая сближение концов на расстояние менее 35 мм.

5.7 Весы с погрешностью взвешивания не более ± 5 мг.

6 Отбор и подготовка проб

6.1 Общие указания

Пробу для испытания отбирают в соответствии с EN 58, соблюдая все меры предосторожности, необходимые для обеспечения безопасности, и следя за тем, чтобы проба для испытания была представительной частью лабораторной пробы, из которой ее отобрали. Проба должна быть однородной и не должна быть загрязнена (см. EN 12594 и EN 1425).

6.2 Испытательные пластинки для нанесения покрытия

Подготавливают три пластинки (5.1) промыванием подходящим обезжиривающим растворителем, последующим их высушиванием и взвешиванием с точностью до 0,01 г. Для обеспечения сходимости и воспроизводимости результатов испытания необходимо, чтобы все испытания проводились с использованием пленок вяжущих равномерной толщины.

Примечание – В качестве растворителя может использоваться ацетон, циклогексан или метиленхлорид.

6.3 Нанесение покрытия путем расплавления пробы

Покрытие на пластинку следует наносить вручную.

Взвешивают (410 ± 10) мг битумного вяжущего на пластинке и помещают пластинку на магнитный блок (5.2.1).

Примечание 1 – Проба может находиться в подогретом (жидком) или неподогретом (как правило, твердом) состоянии, в зависимости от того, что является предпочтительным.

Магнитный блок затем помещают на нагревательную зону металлической плиты (5.2.2), обеспечивающую температуру, не превышающую более чем на 80 °С температуру размягчения битумного вяжущего по кольцу и шару (см. EN 1427). Для полимер-модифицированных битумов допускается применять плиту с температурой, не превышающей 200 °С (независимо от температуры размягчения данных битумов).

Как только битумное вяжущее станет достаточно текучим, обеспечивают его равномерное распределение путем манипулирования нагревательной плитой.

Примечание 2 – При необходимости в качестве вспомогательного средства для получения равномерного распределения битумного вяжущего допускается использовать инструмент с тонким лезвием (например, забракованную иглу пенетрометра).

Если количество битума, оставшегося на пластинке, меньше требуемого, подготавливают новую пластинку. Выдерживают пластинку в течение 1 – 2 мин для обеспечения равномерного плоского покрытия битумным вяжущим всей пластинки.

Пламенем осторожно удаляют мелкие пузырьки воздуха, избегая при этом местных перегревов.

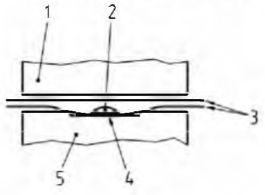
Магнитный блок с установленной пластинкой перемещают с помощью крышки на охлаждающую зону плиты.

Примечание 3 – Общее время подготовки пластинки не превышает 10 мин.

Оставляют пластинки, защищенные крышкой, в горизонтальном положении на охлаждающей зоне плиты при температуре окружающей среды.

6.4 Нанесение покрытия путем прессования пробы

При нанесении битумного вяжущего с температурой размягчения по кольцу и шару, превышающей 100 °С (определенной в соответствии с EN 1427), пластинку располагают в центре разделительной пленки размером 100 × 100 мм. Приблизительно 2 г битумного вяжущего помещают в центр пластинки и накрывают второй разделительной пленкой. Подготовленную таким образом пластинку помещают в выемку нижней матрицы пресса, предварительно подогретой до температуры, превышающей температуру размягчения испытуемой пробы приблизительно на 20 °С (см. рисунок 8).



1 – верхняя матрица;
2 – проба;
3 – разделительная пленка;
4 – испытательная пластинка;
5 – нижняя матрица

Рисунок 8 – Схема нанесения покрытия путем прессования пробы

Верхнюю зажимную матрицу опускают с помощью винта до тех пор, пока она не упрется в нижнюю матрицу, и оставляют в таком положении на 1 мин. Затем верхнюю зажимную матрицу поднимают, испытательную пластинку с нанесенным покрытием после ее охлаждения до температуры окружающей среды помещают в холодную воду, не удаляя при этом разделительные пленки. По истечении приблизительно 2 мин разделительные пленки следует удалить и обрезать пробу с краев металлической пластинки с помощью острого лезвия. Испытательную пластинку с нанесенным покрытием затем взвешивают.

Масса битумного вяжущего, нанесенного путем прессования, должна составлять (410 ± 10) мг. Если испытательная пластинка с нанесенным покрытием не отвечает требованиям к массе битумного вяжущего, то указанным выше способом следует нанести покрытие на другую металлическую пластинку.

7 Проведение испытания

7.1 Условия проведения испытания

Испытание пластинки с нанесенным покрытием проводят по истечении 30 – 240 мин после нанесения покрытия, начиная с температуры, которая не менее чем на 15 °С выше предполагаемой температуры хрупкости. Пластинку охлаждают со скоростью 1 °С/мин и сгибают ее каждый раз при изменении температуры на один градус Цельсия, начиная с температуры, превышающей не менее чем на 8 °С и не более чем на 12 °С предполагаемую температуру хрупкости.

Примечание – При относительно высоких значениях температуры хрупкости по Фраасу допускается, если это необходимо, применять испытательные пластинки с покрытием, температура которых превышает температуру окружающей среды, для обеспечения достаточного времени для установления постоянной скорости охлаждения 1 °С/мин.

7.2 Проведение измерения

Вставляют испытательную пластинку с нанесенным покрытием в захваты устройства с помощью щипцов (5.6). При установке испытательной пластинки необходимо следить за тем, чтобы ее сгибание не привело к разрыву пленки на данном этапе выполнения испытания. Если разрыв пленки все же произойдет, пластинку с покрытием следует заменить.

Устанавливают устройство для сгибания во внутреннюю пробирку охлаждающего устройства и вставляют термометр таким образом, чтобы резервуар термометра был расположен на уровне середины и позади вставленной в захваты испытательной пластинки. Начинают охлаждать со скоростью 1 °С/мин. Для достижения данной скорости пространство между внутренней и внешней пробирками должно быть заполнено до уровня не менее 100 мм охлаждающей жидкостью (спиртом или любой другой аналогичной охлаждающей жидкостью), температуру которой регулируют таким образом, чтобы обеспечивалась необходимая температура испытательной пластинки. Понижение температуры при этом осуществляется путем добавления твердой углекислоты в небольших количествах. В течение первых 3 мин испытания устанавливают заданную скорость понижения температуры. После понижения первоначальной температуры на 3 °С температура должна продолжать понижаться на 1 °С каждые (60 ± 5) с. Отклонение от установленного значения не должно превышать указанное максимальное допустимое отклонение ± 5 с. Также не допускается усреднять отклонение за весь период испытания.

Испытательную пластинку начинают сгибать при температуре, превышающей предполагаемую температуру хрупкости на (10 ± 2) °С.

Сгибают и распрямляют пластинку путем вращения рукоятки с постоянной частотой 1 об/с до упора, следя при этом за появлением первой трещины на пленке вяжущего, и записывают температуру, при которой образуется трещина, с точностью до 1 °С. Затем, не останавливаясь, вращают рукоятку в обратном направлении с такой же скоростью.

Между периодическими процессами сгибания/распрямления пластинки устройство для сгибания следует оставлять в исходном положении в течение (38 ± 5) с.

Если во время испытания устройство для сгибания было извлечено из внутренней пробирки, то проведение испытания прекращают, даже если устройство было извлечено для проверки наличия трещин на пленке.

7.3 Определение температуры хрупкости по Фраасу

Испытание первой пластинки позволяет определить приблизительное значение температуры хрупкости T_j, которая ниже температуры, при которой осуществлялось первое сгибание, на 8 °С – 12 °С.

Если данное условие выполняется при проведении первого измерения, то $T_j = T_0$ и испытание проводят повторно для определения T_1.

Если данное условие не выполняется при проведении первого измерения, следует провести еще два измерения (T_2, T_3).

7.4 Максимальный диапазон достоверных результатов определений

Результаты двух определений T_0 и T_1 или T_2 и T_3 являются достоверными, если расхождение между ними не превышает 3 °С. Если расхождение превышает 3 °С, проводят два дополнительных измерения (T_4, T_5). Если расхождение между T_4 и T_5 не превышает 3 °С, то данные значения являются достоверными.

Если расхождение между T_4 и T_5 превышает 3 °С, рассчитывают среднее арифметическое значение результатов четырех определений T_0, T_1, T_4 и T_5 или T_2, T_3, T_4 и T_5 и указывают диапазон данных результатов.

8 Выражение результатов

Температуру хрупкости по Фраасу выражают в градусах Цельсия как среднее арифметическое значение двух (или четырех) достоверных результатов определения (см. 7.4) с округлением до целого числа.

9 Точность метода

9.1 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 значение, приведенное в таблице 1.

9.2 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 значение, приведенное в таблице 1.

Таблица 1 – Пределы показателей точности

	Повторяемость r, °С	Воспроизводимость R, °С
Температура хрупкости по Фраасу	3	6

Примечание 1 – Приведенные значения применяют для ручной, полуавтоматической и автоматической установок.

Примечание 2 – До установления показателей точности для модифицированных битумов, приведенные показатели точности могут применяться для них только в качестве справочных. Приведенные показатели точности являются наилучшими показателями, имеющимися в настоящее время. Требуется проведение дальнейшего межлабораторного сличения данных.

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

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

b) ссылку на настоящий стандарт;

c) тип используемой установки (ручная, полуавтоматическая или автоматическая);

d) результаты испытания (см. раздел 8);

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

f) дату испытания.

Приложение А
(обязательное)

Технические требования к термометрам

Температурный диапазон	°С	От – 38 до + 30
Отметки шкалы:		
– малые деления	°С	0,5
– длинные штрихи через каждые	°С	1 и 5
– числовые отметки через каждые	°С	5
– максимальная ширина штриха	мм	0,15
– максимальная погрешность шкалы	°С	0,5
Погружение	мм	250
Расширительная камера:		
– позволяет проводить нагревание до	°С	80
– общая длина	мм	От 360 до 380
– длина капиллярной трубки	мм	Свыше 60
– наружный диаметр капиллярной трубки	мм	От 6,0 до 7,0
– длина резервуара	мм	От 10 до 16
– наружный диаметр резервуара	мм	Не превышает наружный диаметр капиллярной трубки
Расположение шкалы:		
– расстояние от дна резервуара до отметки шкалы минус 38 °С	мм	Приблизительно 271
– длина шкалы измерения	мм	Приблизительно 72

Примечание 1 – Термометр IP 42C отвечает указанным требованиям.

Примечание 2 – Вместо капиллярных термометров допускается использовать термопары при условии регулярного проведения их калибровок и получения одинаковых результатов определений.

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. 1,74 Уч.- изд. л. 1,08 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