ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

СТБ EN 12592-2009

Битум и битумные вяжущие
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАСТВОРИМОСТИ

Бітум і бітумныя вяжучыя
МЕТАД ВЫЗНАЧЭННЯ РАСТВАРАЛЬНАСЦІ

(EN 12592:2007, IDT)

Издание официальное

БЗ 6-2009



Госстандарт
Минск

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.775.065.3(083.74)(476) МКС 75.140; 91.100.50 КП 03 IDT

Ключевые слова: битум, битумные вяжущие, определение растворимости

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 12592:2007 Bitumen and bituminous binders – Determination of solubility (Битум и битумные вяжущие. Определение растворимости).

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 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

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

Введение

EN 12592:2007 разработан на основе ASTM D 2042-01 [1].

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

Битум и битумные вяжущие
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАСТВОРИМОСТИ

Бітум і бітумныя вяжучыя
МЕТАД ВЫЗНАЧЭННЯ РАСТВАРАЛЬНАСЦІ

Bitumen and bituminous binders
Method for determination of solubility

Дата введения 2010-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения растворимости битумов и битумных вяжущих, содержащих незначительное количество или не содержащих минеральных соединений (за исключением битумных вяжущих, извлеченных из асфальтобетонных смесей) в специфическом растворителе. Толуол используется в качестве растворителя при проведении контрольных испытаний.

Примечание – Битумные вяжущие обладают различной растворимостью в разных растворителях.

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 Битум 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
ISO 4793:1980 Фильтры лабораторные пористые. Класс пористости, классификации и обозначение
ISO 5272:1979 Толуол технический. Технические требования
ISO 5280:1979 Ксилол технический. Технические требования

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

3.1 растворимость (solubility): Доля продукта, растворимая в специфическом растворителе.

4 Сущность метода

Пробу битума или битумного вяжущего растворяют в растворителе. Раствор пробы фильтруют через слой стеклянного порошка в фильтровальном тигле. Нерастворимый остаток затем промывают, сушат и взвешивают.

5 Реактивы и материалы

Примечание – В 5.1 и 5.2 приведены примеры специфических растворителей.

Издание официальное

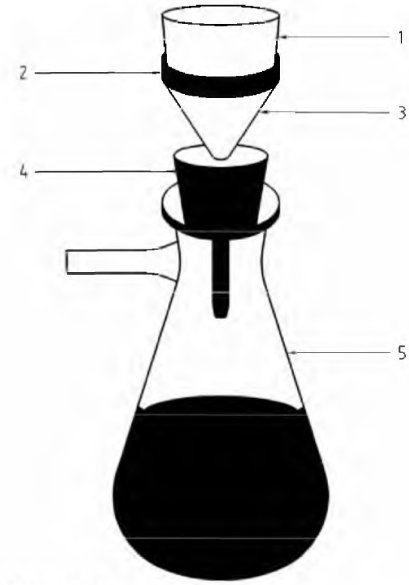
5.1 Толуол, соответствующий ISO 5272.
5.2 Ксилол, соответствующий ISO 5280.

6 Аппаратура

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

6.1 Установка для фильтрования

Примечание – Установка в собранном виде показана на рисунке 1. Описание составных частей приведено в 6.1.1 – 6.1.5.



1 – стеклянный тигель для фильтрования;
2 – резиновое кольцо;
3 – воронка для фильтрования;
4 – полихлоропреновая пробка;
5 – колба для фильтрования

Рисунок 1 – Установка для фильтрования в собранном виде

6.1.1 Стеклянный тигель для фильтрования с пористостью фильтра Р4 (см. ISO 4793) и эффективным диаметром приблизительно 30 мм.

6.1.2 Порошок из боросиликатного стекла с диаметром частиц приблизительно от 50 до 80 мкм.

Примечание – Вместо стеклянного порошка допускается использовать стекловолокно или фильтр № 934 или эквивалентный материал. Однако при проведении испытания в арбитражных целях должен использоваться стеклянный порошок. При использовании стекловаты или фильтра также допускается использовать тигель Гуча.

6.1.3 Толстостенная колба для фильтрования с боковым отводом вместимостью 250 или 500 мл.

6.1.4 Воронка для фильтрования с внутренним диаметром от 40 до 42 мм.

6.1.5 Резиновое кольцо или адаптер для удержания тигля в воронке для фильтрования.

Примечание – Также допускается использовать установки другой конструкции, обеспечивающие фильтрование под вакуумом с использованием фильтровального тигля.

6.2 Сушильный шкаф, обеспечивающий поддержание температуры T на 15 °С – 25 °С выше температуры кипения выбранного растворителя.

6.3 Весы с дискретностью отсчета 0,1 мг.

7 Отбор проб

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 1425). Если проба содержит воду, представительную часть данной пробы массой от 100 до 200 г нагревают, постоянно перемешивая, при температуре, не превышающей 130 °С, до прекращения вспенивания битумного вяжущего.

8 Проведение испытания

8.1 Условия проведения испытания

Испытание можно проводить при комнатной температуре. При проведении испытания в арбитражных целях колбу для фильтрования и раствор пробы перед фильтрованием необходимо поместить на 1 ч в водяную баню при (25 ± 2) °С.

Примечание – Кристаллизующиеся парафины при их высоком содержании в пробе могут мешать проведению испытания. Для предотвращения процесса кристаллизации испытание проводят при более высокой температуре, равной 40 °С.

8.2 Подготовка фильтровального тигля

Взвешивают (3,0 ± 0,1) г чистого сухого стеклянного порошка в фильтровальном тигле. Помещают тигель в воронку для фильтрования (6.1.4). Промывают стеклянный порошок (6.1.2) небольшими порциями выбранного растворителя (см. раздел 5) и осторожно фильтруют, используя при необходимости небольшой вакуум, в колбу для фильтрования. Процедуру промывания повторяют несколько раз. Помещают тигель на нагревательное устройство или паровую баню на 30 мин перед выдерживанием в сушильном шкафу (6.2) при температуре *T* (см. 6.2) в течение не менее 20 мин. Охлаждают в эксикаторе в течение 25 – 35 мин и определяют массу с точностью до 0,1 мг. Повторяют высушивание и взвешивание до получения постоянной массы, т. е. до расхождения результатов двух последовательных взвешиваний, не превышающего 0,5 мг.

8.3 Метод испытания

Переносят (2 ± 1) г обезвоженной пробы, используя при необходимости подогретый нож, во взвешенную колбу Эрленмейера или любой другой подходящий сосуд (см. EN 12594).

Определяют массу сосуда с пробой с точностью до 1 мг. Небольшими порциями при постоянном взбалтывании добавляют в сосуд 100 мл выбранного растворителя до исчезновения всех комков и растворения пробы, прилипшей к стенкам сосуда. Сосуд закрывают пробкой или крышкой и оставляют не менее чем на 15 мин.

Помещают предварительно подготовленный и взвешенный тигель в воронку для фильтрования (6.1.4). Увлажняют стеклянный порошок небольшим количеством растворителя и осторожно фильтруют раствор через стеклянный порошок в тигле (при необходимости фильтрование проводят под небольшим вакуумом). При существенном содержании нерастворимого остатка он должен оставаться в сосуде как можно в большем количестве, не попадая в раствор, проходящий через фильтр. Промывают сосуд небольшим количеством растворителя и переносят весь нерастворимый остаток в тигель струей растворителя из промывалки. При необходимости для удаления нерастворимого остатка, прилипшего к стенкам сосуда, и переноса его в тигель используют стеклянную палочку. Тщательно ополаскивают стеклянную палочку и сосуд и переносят промывной растворитель в тигель.

Промывают нерастворимый остаток в тигле растворителем до тех пор, пока вытекающий фильтрат не будет практически бесцветным. Удаление оставшегося растворителя проводят под сильным вакуумом или путем помещения тигля в вакуумный эксикатор. Извлекают тигель из воронки или эксикатора, промывают его дно для удаления всех растворимых соединений и помещают на нагревательное устройство или паровую баню на 30 мин. Помещают тигель в сушильный шкаф при температуре *T* (см. 6.2) не менее чем на 20 мин. Охлаждают его в эксикаторе в течение 25 – 35 мин и определяют массу с точностью до 0,1 мг. Повторяют высушивание и взвешивание до получения постоянной массы, т. е. до расхождения результатов двух последовательных взвешиваний, не превышающего 0,5 мг.

Испытания повторяют до получения не менее двух достоверных результатов. Результаты определения растворимости следует считать достоверными, если расхождение между ними не превышает 0,2 % (*m/m*).

9 Расчеты

Рассчитывают массовую долю веществ в пробе, не растворимых в растворителе, или массовую долю веществ в пробе, растворимых в растворителе, по формулам

$$x_i = (m_A/m_B) \times 100, \quad (1)$$

$$x_s = 100 - (m_A/m_B) \times 100, \quad (2)$$

где x_i – массовая доля нерастворимых веществ, %;
x_s – массовая доля растворимых веществ, %;
m_A – масса нерастворимых веществ, г;
m_B – масса обезвоженной пробы, г.

10 Выражение результатов

Растворимость выражают в виде массовой доли растворимых веществ x_s как среднее арифметическое значение двух достоверных результатов определения с округлением до 0,05 %.

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 0,10 %.

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 0,15 %.

Примечание – До установления показателей точности для модифицированных битумов приведенные показатели точности могут применяться для них 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) используемый растворитель;
d) результаты испытания (см. раздел 10);
e) любое отклонение, по соглашению или иное, от установленного метода;
f) дату испытания;
g) тип вспомогательной среды для фильтрования (стеклянный порошок, стекловолокно, фильтр).

Библиография

[1] ASTM D 2042-01 Standard test method for solubility of asphalt materials in trichloroethylene (Стандартный метод определения растворимости битумных материалов в трихлорэтилене)

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. 0,42 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