МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31735–2012

МАТЕРИАЛЫ БИТУМИНОЗНЫЕ

Определение содержания битума

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведенияостандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС), Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса» на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕНФедеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 51-П от 1 октября 2012 г.)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTMD 4–86(2010)Standardtestmethodsforbitumencontent (Стандартный метод определения содержания битума).

Стандарт разработан подкомитетом D08.03 по облицовочным и битумным ма-

териалам для мембранной гидроизоляции и мастичной кровли технического комитета D08 по кровле и гидроизоляции Американского общества по испытаниям и материалам (ASTM).

Официальные экземпляры стандарта ASTM, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, стандарты ASTM, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5–2001 (подраздел 3.6).

В разделе «Нормативные ссылки» ссылки на стандарты ASTM актуализированы.

Перевод с английского языка (en).

Степень соответствия – идентичная (IDT).

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 ноября 2012 г. № 889-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31735–2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2014 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта публикуется в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты».

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты»

© Стандартинформ, 2013

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

МАТЕРИАЛЫ БИТУМИНОЗНЫЕ

Определениесодержаниябитума

Bituminousmaterials. Determination of bitumen content

Дата введения – 2014–07–01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания битума в битуминозных материалах при его содержаниине менее 25 %.Содержание битума можно быстро и точно определить,применяяметод 1, приведенный в разделе 7. Однако некоторые битуминозные материалы, содержащие тонкоизмельченные минеральныевещества,могутзасорять фильтр или может оказаться затруднительным задержать минеральный остаток. В таких случаях следуетприменять метод 2, приведенный в разделе 8.

1.2 Значения, выраженные в единицах СИ,следует считать стандартными. В настоящий стандарт не включены другие единицы измерения.

1.3 Настоящий стандарт нерассматриваетвсех проблем безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за обеспечение соблюдениятехники безопасности, охрану здоровья и определение границ применимости стандарта до началаего применения. Особые меры предосторожности приведены в разделе 4.

2 Нормативные ссылки

2.1Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные стандарты[1)]. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения).

ASTMD370–2002Practicefordehydrationofoil-typepreservatives (Руководствопообезвоживаниюнефтяныхконсервантов)

[1)]Ссылки на стандарты ASTM можно уточнить на сайте ASTMwebsite, gost.e-ecolog.ru или в службе поддержки клиентов ASTMgost.e-ecolog.ru акже в информационном томе ежегодного сборника стандартов ASTM (Websitestandard'sDocumentSummary).

ASTME177–2010Practiceforuseofthetermsprecisionandbiasin ASTMtestmethods (Руководство попримененению понятий «прецизионность» и«отклонение»вметодах испытания ASTM)

3 Аппаратура, реактивы и материалы

3.1Фильтровальный тигель, фарфоровый, высокий, вместимостью от 25 до 40 $см^3$ с мелкопористымдном,максимальным размером пор 7 мкм.

Примечание 1–ФильтрыSelasкласса01, размер FC 30 или FC 40, или эквивалентные,имеются упоставщиков лабораторного оборудования.

3.2 Аналитический вспомогательный фильтрующий материал цеолит (CAFA). Высушивают до постоянной массы при 105°С и хранят в плотно укупоренной таре.

Примечание 2 – Используют цеолит 211 или цеолит 505.

3.3 Стаканы Гриффина, низкие,вместимостью30 $см^3$и 150 $см^3$.

3.4 Дисульфид углеродахимически чистый.

Примечание3 – Для асфальтовых материалов, содержащих наполнитель,вместо дисульфида углеродаможно применять трихлорэтилен. Однакопри арбитражных испытаниях должен применяться дисульфид углерода.

3.5 Фильтровальная колба сдержателем для тигля.

3.6 Сушильныйшкаф.

3.7 Горелка Бунзена или муфельная печь.

3.8 Вакуумный насос.

3.9 Аналитические весы.

3.10 Эксикатор.

3.11 Чашка для выпаривания.

3.12 Часовые стекла.

4Меры предосторожности

4.1 Дисульфид углерода является легковоспламеняющейся жидкостью. Пары могутсамопроизвольно воспламеняться при контакте с горячей поверхностью,например, снагревательной плитой, сушильным шкафом или радиатором. При использовании данного растворителяфильтрование проводятв вытяжном шкафу на большом расстоянии от пламени или других источников тепла. До помещения тиглейили других сосудов в сушильный шкаф даже незначительные количествадисульфида углерода должны быть удалены (на что указывает отсутствие запаха). В противном случае может произойтивоспламенение паров. Следует избегать прямого контакта с дисульфидом углерода, так как он оказывают сильноераздражающее действие на кожные покровы.

5 Подготовка пробы

5.1 Пробадолжна быть представительной. Еслипроба содержитболее 2 % воды, ее обезвоживают согласноASTMD370. Твердый хрупкий материал измельчают до порошкообразного состояния и высушивают при температуре ниже температуры плавления материала.

6 Подготовка тиглей

6.1Если тигель после тщательной очистки (см. 6.2) использовался менее чем для шести определений, его очищают следующим образом: удаляют слой цеолита, моют тигель дистиллированной водой, высушивают и прокаливают в муфельной печи в течение 1 ч при температуре около 800 °С. Тигель медленно охлаждают, помещая его в сушильный шкаф на 1 ч после извлечения из муфельной печи, для предотвращения растрескивания и в теплом состоянии помещают в эксикатор.

6.2 После использования тигля для проведения шести определений удаляют остаточную золу из пор в зоне фильтрования путем кипячения в разбавленной (1:1) соляной кислоте (добавляют равный объем концентрированной соляной кислоты к дистиллированной воде). Затем тигель кипятят в дистиллированной воде, тщательно промывают обратным потоком дистиллированной воды, сушат и прокаливают согласно 6.1.

7 Метод 1

7.1 Взвешивают около 2 гпробы(проба должна содержать от 0,1 до 0,3г нерастворимого вещества) в предварительно взвешенномстакане вместимостью 150 $см^3$и добавляют 100 $см^3$дисульфида углерода небольшими порциями припостоянном помешивании, до тех пор пока все частички пробы не растворятсяи небудут прилипать к стенкам стакана. Накрывают стакан часовым стекломи оставляют на 15 мин.

7.2 Помещают от 0,45 до 0,55 г сухого CAFA в чистый, сухой, фильтровальный тигель. Равномерно распределяют цеолит по дну. Сразу взвешивают и записывают массу тигля с цеолитом.

7.3 Осторожно фильтруют раствор дисульфида углерода через слой CAFA(предварительно смоченный дисульфидом углерода) в подготовленный тигель, применяя или не применяя,в зависимости от ситуации, небольшое разряжение (вакуум), удерживая как можно больше осадкав стакане до тех пор,пока раствор не пройдет через слой цеолита. Промываютстакан небольшим количеством дисульфида углерода, перенося весь осадок из стакана на слойцеолита. Не дают слою цеоли-

тавысыхать до тех пор, пока фильтрование полностью не будет завершено. Промывают содержимое тигля с цеолитомдисульфидом углерода до тех пор, пока фильтрат не станет практически бесцветным, затем применяютвакуумный насосдля удаления оставшегосядисульфида углерода.Вынимают тигель из держателя, смывают весь битум со дна и помещают тигель на верхнюю полку сушильного шкафадля удаления паров дисульфида углерода. (**Предупреждение**–см.4.1). Всушильном шкафупри температуре (110 ± 10)°С стакан выдерживают не менее
20 мин. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

7.4 Если нерастворимое вещество прилипло к стенкам стакана,стакан сушатв сушильном шкафу при температуре 110 °С и взвешивают. Массу прилипшегоостаткаприбавляют (как поправку) к массе нерастворимого остатка в тигле.

7.5 Если требуется определение минерального остатка,прокаливаюттигель (7.3), пока он не накалится до бледно-красного цвета. Выдерживают при этой температуредо тех пор, пока не сгорит углерод; затемповышают температуру до появлениярко-красного цвета тигля. После охлаждения к остатку добавляютнасыщенный раствор карбоната аммония в количестве, в пять раз превышающем массу нерастворимого остатка, и дают ему разложиться в течение 1 ч при комнатной температурев накрытомстакане; затем сушат в сушильномшкафу при температуре 105°С–110 °С до постоянной массы (см. примечание 4).Вводят поправки, при необходимости, согласно 7.4 или 7.6к массе минерального остатка в тигле.

Примечание 4 –Если присутствуют водорастворимые соли, нерастворимые в дисульфиде углерода, количество таких солей можно определить в соответствии с методикой, описанной в Протоколе КомитетаD04 по материалам для дорожного покрытия, 1937 г[2)].

7.6 Если есть вероятность того, что какое-то количество минерального вещества могло пройти через фильтр, поправкаможет быть определена согласно 8.5.

8 Метод2

8.1 Взвешивают около 2 г пробывпредварительно взвешенномстакане вместимостью 50 см^3. Добавляют в стакан около0,5 г, взвешенного с точностью до0,001 г свежевысушенного CAFA. Прибавляют около 25 см^{3}дисульфида углерода и перемешивают вспомогательный фильтрующий материал в жидкости. Дают отстояться, накрыв часовым стеклом, не менее 1 ч, периодически перемешивая, чтобы полностью растворить пробу.

[2)] Издания научного общества, ASTM, том 37, часть I, 1937, стр.395.

8.2 Помещают от 0,45 до 0,55 г сухого цеолита CAFA в чистый, сухой, фильтровальный тигель. Распределяют цеолит равномерно по дну. Сразу взвешивают и записывают массутигля с цеолитом.

8.3 Перед началом процесса фильтрованияперемешивают цеолитс жидкостью. Смачивают слой цеолита CAFA в тигле дисульфидом углерода. Выливают раствор из стаканана слой цеолита, наполняя тигель доверху. Применяют небольшое разрежение (вакуум) в процессе фильтрования жидкости, вливают оставшееся содержимое стакана вместимостью 50 $см^3$в тигель. Промывают стакан небольшим количеством дисульфида углерода, переносятвесь осадок из стакана на слой цеолита.Не дают слою цеолита высыхать до завершения фильтрования. Промывают содержимое тиглядисульфидом углеродадо тех пор, покафильтрат не станет практически бесцветным, затем применяют сильное разрежение (вакуум), чтобы удалить оставшийсядисульфид углерода. Вынимают тигель из держателя, смывают весь битум со дна и помещают тигель наверхнюю полкусушильного шкафа, пока не испариться весь дисульфид углерода. Всушильном шкафупри температуре(110 ± 10)°С тигель выдерживают не менее20 мин. Охлаждают вэксикатореи взвешивают.

8.4 Если нерастворимый остаток прилип к стенкам стакана, стакан сушатв сушильном шкафу при температуре 110 °С и взвешивают. Массу прилипшего остаткаприбавляют (как поправку) к массе нерастворимого остатка в тигле.

8.5 Прокаливают чашкудля выпариваниядо бледно-красного цвета, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Выливают фильтрат из фильтровальной колбыв чашку и тщательно промывают колбу дисульфидом углерода, также выливая этот раствор в чашку. Сжигают фильтрат в вытяжном шкафу и прокаливают остаток, пока не останется черных или раскаленных докрасна пятен. Особую осторожностьследует проявлятьв ходе прокаливания, чтобыпредотвратитьвыброс легкого минерального остатка из чашки. Охлаждают в эксикатореи сразу взвешивают. Полученную массу прибавляют (как поправку)к массе нерастворимого остатка в тигле.

8.6 Если требуетсяопределениеминерального остатка, нагревают тигель (8.3) ссодержимымдо бледно-красного цвета.Выдерживаютэту температуру до тех пор, пока весь углерод не сгорит; затем повышают температурудо появления ярко-красного цвета тигля.После охлажденияобавляют к остатку насыщенный раствор карбоната аммония в количестве, в пять раз превышающем массу остатка, и дают ему разложиться в течение 1 ч при комнатной температурев накрытомстакане; затем сушат в сушильномшкафу при температуре 105 °С – 110°С до постоянной массы

(см.примечание 4). Вводят поправки согласно 8.4 и 8.5 к массе минерального остатка в тигле.

8.7 Массу вспомогательногофильтрующего материаласледует вычестьиз общей массынерастворимого остатка, а также из общей массыминерального остатка в тигле, чтобы получитьмассу нетто.

9 Расчеты

9.1 Рассчитывают содержание битумапо формуле

$$\%\ \text{битума (\% растворимого в дисульфиде углерода вещества)} = 100 - \left(\frac{A}{B}100\right), \quad (1)$$

где*A*– общая масса нерастворимого материала, г;

B–общая масса используемой обезвоженной пробы,г.

9.1.1Результат определения содержания битума записывают в протокол испытания с округлением до 0,1 %.

10 Прецизионность

10.1 Оценочные показатели стандартных отклонений ($\sigma_р'$) и критерии приемлемости результатов(доверительный интервал 95 %) приведены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 – Оценочные показатели стандартных отклонений

	Внутрилабораторная прецизионность[A]		Межлабораторная прецизионность[A]	
	Среднеквадратическое отклонение $\sigma_р'$[B]	Повторяемость[C]	Среднеквадратическое отклонение $\sigma_р'$[B]	Воспроизводимость[D]
Смолы жидкие (при использовании дисульфида углерода)	0,11	0,31	0,22	0,61
Смолы полутвердые(при использованиидисульфида углерода)	0,17	0,48	0,83	2,34
			Жидкие смолы	Полутвердые смолы
Материалы			1	1
Число повторений			3	3

Продолжение таблицы 1

	Внутрилабораторная прецизионность[A]		Межлабораторная прецизионность[A]	
	Среднеквадратическое отклонение σ_{ρ}[B]	Повторяемость[C]	Среднеквадратическое отклонение σ_{ρ}[B]	Воспроизводимость[D]
Растворители			1	1
Лаборатории			8	8
Число степеней свободы:				
Внутрилабораторная прецизионность			14	15
Межлабораторная прецизионность			6	7
Стандартное отклонение *S*:				
Внутрилабораторная прецизионность			0,103	0,167
Межлабораторная прецизионность			0,208	0,798

[A] Определения терминов и рекомендуемое использование показателей приведены в ASTM E177. Оценочные показатели стандартного отклонения основываются на следующем:

[B] Приведенные значения стандартных отклонений σ_ρ' характеризуют оценочное стандартное отклонение процесса измерения при заданных условиях. Данные значения рассчитывают путем умножения стандартных отклонений приемлемых данных на коэффициент 1 + ¼ (N-1), где N – количество испытаний.

[C] Дварезультата, полученные оператором на одной и той же пробе, следует считать недостоверными, если расхождением между ними превышает установленное стандартное отклонение. Согласно ASTM E177 это предельное отклонение, соответствующие двум среднеквадратическим отклонениям результатов, полученных в одной лаборатории одним оператором на одном оборудовании в течение нескольких дней.

Окончание таблицы 1

	Внутрилабораторная прецизионность[A]		Межлабораторная прецизионность[A]	
	Среднеквадратическое отклонение σ_ρ'[B]	Повторяемость[C]	Среднеквадратическое отклонение σ_ρ'[B]	Воспроизводимость[D]

[D] Два результата, полученные операторами в разных лабораториях, следует считать недостоверными, если расхождение между ними превышает установленное стандартное отклонение. Согласно ASTM E177, это предельное отклонение, соответствующие двум среднеквадратическим отклонениям результатов, полученных в разных лабораториях разными операторами на разном оборудовании в течение нескольких дней.

УДК 665.6.033:006.354 МКС 75.140 IDT

Ключевые слова: битуминозные материалы, содержание битума

gost.e-ecolog.ru