ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЙ
НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ

ПНСТ 7— 2012

Дороги автомобильные общего пользования

БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ ДОРОЖНЫЕ ВЯЗКИЕ

Метод определения температур вспышки
Метод с применением открытого тигля Кливленда

EN ISO 2592:2001
(NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Автономной некоммерческой организацией «Научно-исследовательский институт транспортно-строительного комплекса» (АНО «НИИ ТСК»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 418 «Дорожное хозяйство»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 5 декабря 2012 г. №7 — ПНСТ

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений европейского регионального стандарта EN ISO 2592:2001 «Определение температур и пламени вспышки. Метод с применением открытого тигля Кливленда» (EN ISO 2592:2001 Determination of flash and fire points. Cleveland open cup method», NEQ)

Правила применения настоящего стандарта и проведения его мониторинга установлены в ГОСТ Р 1.16—2011 (разделы 5 и 6).

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии собирает сведения о практическом применении настоящего стандарта. Данные сведения, а также замечания и предложения по содержанию стандарта можно направить не позднее чем за девять месяцев до истечения срока его действия разработчику настоящего стандарта по адресу: gost.e-ecolog.ru *деральное агентство по техническому регулированию и метрологии по адресу: Ленинский просп., д. 9, Москва В-49, ГСП-1, 119991.*

В случае отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты» и журнале «Вестник технического регулирования». Уведомление будет размещено также на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет

© Стандартинформ, 2014

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам, реактивам 2
5 Методы измерений 2
6 Требования безопасности, охраны окружающей среды 2
7 Требования к условиям измерений 3
8 Подготовка к выполнению измерений 3
9 Порядок выполнения измерения 4
10 Обработка результатов измерений 4
11 Оформление результата испытания 5
12 Контроль точности результата испытания 5

ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ

Дороги автомобильные общего пользования

БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ ДОРОЖНЫЕ ВЯЗКИЕ

Метод определения температур вспышки.
Метод с применением открытого тигля Кливленда

Automobile roads of general use.
Viscous petroleum road bitumens.
Determination of flash points — Cleveland open cup method

Срок действия предстандарта — с 2013—04—01
по 2016—04—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения температур вспышки в открытом тигле по методу Кливленда.

Настоящий стандарт распространяется на вязкие дорожные нефтяные битумы (далее — битумы), предназначенные в качестве вяжущего материала при строительстве, реконструкции и ремонте дорожных и аэродромных покрытий.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ Р 12.1.019—2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ Р 12.4.246—2008 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты рук. Перчатки. Общие технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 12.1.004—91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007—76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.044—89 (ИСО 4589—84) Система стандартов безопасности труда. Пожаровзрывоопасность веществ и материалов. Номенклатура показателей и методы их определения

ГОСТ 12.4.131—83 Халаты женские. Технические условия

ГОСТ 12.4.132—83 Халаты мужские. Технические условия

ГОСТ 450—77 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 4166—76 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

ГОСТ 4233—77 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 6318—77 Натрий сернокислый технический. Технические условия

ГОСТ 8505—80 Нефрас-С 50/170. Технические условия

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим выпускам ежемесячно издаваемого информационного указателя за текущий год. Если ссылоч-

Издание официальное

ный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением.

3.1 температура вспышки в открытом тигле: Минимальная температура, при которой пары битума, нагреваемого в определенных условиях, образуют с окружающим воздухом смесь, вспыхивающую при поднесении к ней пламени.

4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам, реактивам

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы.

4.1 Аппараты для определения температуры вспышки в открытом тигле, дающие результаты в пределах допускаемых расхождений по методу Кливленда.

Примечания

1 Допускается закрепление нижнего захвата с внутренней трубкой при помощи металлической соединительной детали.

2 При возникновении разногласий в оценке качества битума определения проводятся вручную.

4.2 Экран трехстворчатый, окрашенный с внутренней стороны черной краской, с секциями шириной (46 ± 1) см и высотой (60 ± 5) см или щит высотой от 55 до 65 см из листовой кровельной стали, окрашенный с внутренней стороны черной краской.

4.3 Термометр ртутный стержневой с диапазоном температур от 0 °С до 360 °С, с ценой деления 1 °С и погрешностью измерения не более 0,5 °С, внешним диаметром стержня от 6 до 8 мм или аналогичный прибор, позволяющий производить измерения в указанном диапазоне температур с требуемой точностью.

4.4 Секундомер любого типа.

4.5 Барометр ртутный или барометр-анероид с погрешностью измерения не более 0,1 кПа.

4.6 Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

4.7 Пипетка.

4.8 Щетка металлическая.

4.9 Бензин-растворитель с пределами выкипания от 50 °С до 170 °С или нефрас С50/170 по ГОСТ 8505.

4.10 Осушающие реагенты (обезвоженные).

4.10.1 Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166.

4.10.2 Натрий сернокислый технический по ГОСТ 6318.

4.10.3 Кальций хлористый технический по ГОСТ 450.

4.10.4 Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

4.11 Вода дистиллированная.

Примечание — Допускается применять импортную посуду, аппаратуру и реактивы по классу точности и квалификации не ниже предусмотренных стандартом.

5 Методы измерений

Сущность методов заключается в нагревании пробы нефтепродукта в открытом тигле с установленной скоростью до тех пор, пока не произойдет вспышка паров (температура вспышки) битума над его поверхностью от зажигательного устройства.

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

Битумы согласно ГОСТ 12.1.007 относятся к 4-му классу опасности и являются малоопасными веществами по степени воздействия на организм человека.

При работе с битумами используют одежду специальную защитную по ГОСТ 12.4.131 или ГОСТ 12.4.132. Для защиты рук используют перчатки по ГОСТ Р 12.4.246.

При выполнении измерений соблюдают правила по электробезопасности по ГОСТ Р 12.1.019 и инструкции по эксплуатации оборудования.

Битумы согласно ГОСТ 12.1.044 относятся к трудногорючим жидкостям. Работы с применением битумов должны производиться с соблюдением требований пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004.

Испытанный материал утилизируют в соответствии с рекомендациями завода-изготовителя, указанными в стандарте организации на материал.

7 Требования к условиям измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия для помещений, в которых испытываются образцы:

- температура (23 ± 3) °С;
- относительная влажность (55 ± 10) %.

8 Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

- отбор проб;
- подготовку образцов;
- подготовку и настройку оборудования к измерениям.

8.1 Отбор проб

Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ 2517.

8.2 Подготовка образцов

При подготовке образцов для испытания необходимо осуществить следующие операции.

Образец битума доводят до подвижного состояния и обезвоживают, сначала нагревая в сушильном шкафу до температуры (105 ± 5) °С, затем, не допуская локальных перегревов, доводят температуру битума при постоянном перемешивании до температуры на (90 ± 10) °С выше температуры размягчения, но не ниже 120 °С и не выше 160 °С. Время нагревания битума при указанных условиях не должно превышать 50 мин.

Примечание — Температура в сушильном шкафу в момент нагрева образца не должна превышать 140 °С. Чтобы разогреть за заявленное время образец объемом более 1 л, его рекомендуется сначала разделить на образцы объемом менее 1 л, например с помощью разогретого ножа;

- расплавленный до подвижного состояния и обезвоженный битум процеживают через сито и затем тщательно перемешивают до полного удаления пузырьков воздуха.

8.3 Подготовка и настройка оборудования к измерениям

При подготовке и настройке оборудования к измерениям проводят следующие операции:

8.3.1 Аппарат устанавливают на горизонтальном столе в таком месте, где нет заметного движения воздуха и вспышка хорошо видна. Для защиты от движения воздуха аппарат с трех сторон окружают экраном или щитом в соответствии с 4.2. Перед проведением каждого испытания аппарат охлаждают.

8.3.2 Перед каждым испытанием тигель промывают растворителем. Углеродистые отложения удаляют металлической щеткой. Затем тигель промывают холодной дистиллированной водой и высушивают на открытом пламени или горячей электроплитке. Тигель охлаждают до температуры не менее чем на 56 °С ниже предполагаемой температуры вспышки и помещают его в аппарат.

8.3.3 В тигель помещают термометр в строго вертикальном положении так, чтобы нижний конец термометра находился на расстоянии 6 мм от дна тигля и на равном расстоянии от центра и от стенок тигля.

8.3.4 При подготовке и настройке оборудования к измерениям проводят также дополнительные действия, если таковые установлены руководством по эксплуатации данного испытательного оборудования.

9 Порядок выполнения измерения

При выполнении измерения по определению температуры вспышки битума в открытом тигле необходимо осуществить следующие операции:

9.1 Тигель заполняют битумом так, чтобы верхний мениск точно совпадал с меткой. При наполнении тигля выше метки избыток битума удаляют пипеткой или другим соответствующим приспособлением. Удаляют пузырьки воздуха с поверхности пробы. Не допускается смачивание стенок тигля выше уровня жидкости.

При попадании битума на внешние стенки тигля тигель освобождают от нефтепродукта и обрабатывают в соответствии с 8.3.2.

9.2 Тигель с пробой нагревают пламенем газовой горелки или при помощи электрообогрева сначала со скоростью от 14 °С до 17 °С в мин. Когда температура пробы будет приблизительно на 56 °С ниже предполагаемой температуры вспышки, скорость подогрева регулируют так, чтобы последние (23 ± 1) °С перед ожидаемой температурой вспышки битум нагревался со скоростью (5,5 ± 0,5) °С в мин.

9.3 Зажигают пламя зажигательного устройства и регулируют его таким образом, чтобы диаметр шарообразного пламени был (4,0 ± 0,8) мм. Его сравнивают с лекалом (шариком-шаблоном), вмонтированным в аппарат.

9.4 Начиная с температуры не менее чем на 28 °С ниже предполагаемой температуры вспышки, каждый раз применяют зажигательное устройство при повышении температуры пробы на (2,0 ± 0,5) °С. Пламя зажигательного устройства перемещают в горизонтальном направлении, не останавливаясь над краем тигля, и проводят им над центром тигля в одном направлении в течение 1 с. Середина пламени должна быть на расстоянии от верхнего края тигля не более чем 2 мм.

При последующем повышении температуры перемещают пламя зажигания в обратном направлении.

9.5 За температуру вспышки принимают температуру, показываемую термометром при появлении первого синего пламени над частью или над всей поверхностью испытуемого битума.

В случае появления неясной вспышки она должна быть подтверждена последующей вспышкой через (2,0 ± 0,5) °С.

Голубой круг (ореол), который иногда образуется вокруг пламени зажигания, во внимание не принимают.

10 Обработка результатов измерений

10.1 Если барометрическое давление во время испытания ниже чем 95,3 кПа (715 мм рт. ст.), то температуру вспышки $T_в$ стоит рассчитать по формуле

$$T_в = T_0 + 0{,}25(95{,}3 - p), \quad (1)$$

где T_0 — температура вспышки, определенная при испытании битума при фактическом барометрическом давлении, °С;

p — фактическое барометрическое давление во время испытания битума, кПа.

10.2 За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений, округленное до целого числа и выраженное в градусах Цельсия.

10.3 Сходимость метода

Два результата определения, полученные на одном и том же аппарате и пробе битума, признаются достоверными (при доверительной вероятности 95 %), если расхождение между ними не превышает 5 °С.

10.4 Воспроизводимость метода

Два результата испытания, полученные в двух разных лабораториях на одной и той же пробе битума, признаются достоверными (при доверительной вероятности 95 %), если расхождения между ними не превышают 16 °С.

11 Оформление результата испытания

Результат испытания оформляется в виде протокола, который должен содержать:
- идентификацию испытуемого образца по паспорту;
- дату проведения измерений;
- дату отбора проб;
- название организации, проводившей измерения;
- ссылку на настоящий стандарт и отклонения от его требований;
- ссылку на тип испытательного оборудования;
- ссылку на акт отбора проб;
- результат испытания.

12 Контроль точности результата испытания

Точность результата испытания обеспечивается:
- соблюдением требований настоящего стандарта;
- проведением периодической оценки метрологических характеристик средств измерений;
- проведением периодической аттестации оборудования.

Лицо, проводящее измерения, должно быть ознакомлено с требованиями настоящего стандарта.

УДК 625.85.06 ОКС 93.080.20 ОКП 025612

Ключевые слова: битумы нефтяные дорожные вязкие, температура вспышки

Редактор *Е.С. Котлярова*
Технический редактор *А.Г. Костарева*
Корректор *М.Н. Гаева*
Компьютерная верстка *А.С. Шаповаловой*

Сдано в набор 19.12.2013. Подписано в печать 13.01.2014. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,65. Тираж 68 экз. Зак. 119.

Набрано в Издательском доме «Вебстер»
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru