ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ

ПНСТ 9— 2012

Дороги автомобильные общего пользования

БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ ДОРОЖНЫЕ ВЯЗКИЕ

Метод определения растворимости

EN 12592:2007

(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. № 9 – ПНСТ

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений европейского регионального стандарта EN 12592:2007 «Битум и битумные вяжущие. Определение растворимости». (EN 12592:2007 «Bitumen and bituminous binders. Determination of solubility», 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 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 Метод определения растворимости 2
6 Требования безопасности, охраны окружающей среды 2
7 Требования к условиям измерений 3
8 Подготовка к выполнению измерений 3
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 растворимости

Automobile roads of general use.
Viscous petroleum road bitumens.
Determination of solubility

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

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения растворимости нефтяных битумов.

Настоящий стандарт распространяется на вязкие дорожные нефтяные битумы (далее — битумы), предназначенные для использования 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 12.1.005—88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

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 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 5789—78 Реактивы. Толуол. Технические условия

ГОСТ 6613—86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 9976—94 Трихлорэтилен технический. Технические условия

ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

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,

Издание официальное

и по соответствующим выпускам ежемесячно издаваемого информационного указателя за текущий год. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (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 растворимость: Способность битума растворяться в органическом растворителе.

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

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

4.1 Для определения растворимости битума используют фильтрующее устройство, в состав которого входит:

- воронка типа В или ВФ, или ВФО ПОР 40 по ГОСТ 25336;
- колба с тубусом по ГОСТ 25336;
- резиновая трубка для плотного соединения воронки с колбой;
- фильтры беззольные плотные марки «синяя лента» диаметром от 80 до 130 мм или стекловата.

4.2 Колба Эрленмейера типа КН объемом 250 или 500 мл по ГОСТ 25336.

4.3 Стаканчик для взвешивания СВ по ГОСТ 25336.

4.4 Эксикатор 2 по ГОСТ 25336.

4.5 Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий нагрев до температуры на (20 ± 5) °С выше температуры кипения растворителя.

4.6 Баня водяная или песочная.

4.7 Растворитель: толуол по ГОСТ 5789 или хлороформ по ГОСТ 20015, или хлороформ фармакопейный, или трихлорэтилен по ГОСТ 9976.

4.8 Сито с металлической сеткой №07 по ГОСТ 6613 или другие сита с аналогичными размерами сетки.

4.9 Палочка стеклянная или металлическая для перемешивания битума.

4.10 Весы лабораторные аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г и наибольшим пределом взвешивания 200 г.

4.11 Стакан фарфоровый или металлический для расплавления битума.

4.12 Газовая горелка или электроплитка закрытого типа.

5 Метод определения растворимости

Сущность метода заключается в определении степени растворимости битума в органическом растворителе — толуоле или хлороформе, или трихлорэтилене.

6 Требования безопасности, охраны окружающей среды

Битумы согласно ГОСТ 12.1.007 относятся к 4-му классу опасности, 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.

Растворители (см. 4.7) относятся к числу токсичных продуктов третьего класса опасности. Пары растворителей при высоких концентрациях действуют наркотически, вредно влияют на нервную систему, оказывают раздражающее действие на кожу и слизистую оболочку глаз.

Предельно допустимая концентрация паров растворителей в воздухе рабочей зоны составляет 50 мг/м^3 по ГОСТ 12.1.005.

Анализ воздушной среды проводят в соответствии с методическими указаниями по измерению концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны, утвержденными Министерством здравоохранения.

Растворители относится к числу пожаровзрывоопасных продуктов.

При работе с растворителями необходимо применять индивидуальные средства защиты: фильтрующий противогаз с коробкой марок А и БКФ, защитные очки, резиновые перчатки, спецодежду в соответствии с типовыми отраслевыми нормами, утвержденными в установленном порядке, защитные мази и пасты.

При сливно-наливных операциях следует строго соблюдать правила защиты от статического электричества в производствах химической, нефтехимической и нефтеперерабатывающей промышленности.

Производственные помещения, в которых ведутся работы с растворителями, должны быть обеспечены приточно-вытяжной вентиляцией, а оборудование — местными отсосами.

В помещениях для хранения и применения толуола запрещается обращение с открытым огнем, а также использование инструментов, дающих при ударе искру. Электрооборудование и искусственное освещение должны быть выполнены во взрывобезопасном исполнении.

Для тушения толуола необходимо применять тонкораспыленную воду, химическую и воздушно-механическую пену.

Для тушения небольших очагов горения применяют ручные пенные или углекислотные огнетушители.

При разливе растворителей обезвреживание следует производить засыпкой песком с выносом его в специально отведенное место.

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.

8.2.1 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.

8.2.2 Два сложенных вместе беззольных фильтра перед испытанием промывают растворителем, помещают в стаканчик для взвешивания с открытой крышкой и сушат не менее 1 ч в сушильном шкафу при температуре на (20 ± 5) °С выше температуры кипения растворителя. Затем стаканчик закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин и взвешивают. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до третьего десятичного знака. Операцию высушивания и взвешивания повторяют до получения расхождения между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,0004 г. Повторное высушивание фильтра проводят в течение 30 мин.

8.3 Подготовка и настройка оборудования к измерениям

Включают весы и сушильный шкаф согласно инструкции по эксплуатации.

9 Порядок выполнения измерений

Для измерения растворимости необходимо осуществить следующие операции.

9.1 В предварительно взвешенную колбу Эрленмейера берут пробу битума массой (5,0000 ± 0,0002) г и растворяют в 100 $см^3$ растворителя, нагревая колбу на водяной бане и перемешивая до удаления всех комков. Применение открытого огня для нагрева не допускается.

После этого накрывают колбу и оставляют на 15 мин.

9.2 Раствор битума фильтруют через высушенный беззольный двойной фильтр, помещенный в воронку, укрепленную в колбе с тубусом при помощи резиновой трубки.

Раствор наливают на фильтр по стеклянной палочке, воронку с фильтром наполняют раствором не более чем на 3/4 высоты фильтра. Остаток в колбе смывают на фильтр чистым подогретым растворителем.

Остатки битума или твердые примеси, прилипшие к стенкам колбы, снимают стеклянной палочкой и смывают на фильтр подогретым чистым растворителем.

9.3 По окончании фильтрации фильтр с осадком промывают подогретым растворителем, обращая при этом внимание на чистоту промывки краев фильтра. Промывку ведут до тех пор, пока на фильтре не будет оставаться следов битума и растворитель не будет стекать прозрачным (отсутствие масляного пятна на фильтровальной бумаге после испарения растворителя). Допускается фильтрацию раствора битума и промывку фильтра проводить под вакуумом. При фильтровании под вакуумом колбу с тубусом соединяют с насосом, создающим разрежение. Беззольный бумажный фильтр после взвешивания смачивают растворителем и помещают в воронку так, чтобы фильтр плотно прилегал к стенкам воронки.

Примечание — Все операции по растворению битума и фильтрации раствора необходимо проводить в вытяжном шкафу.

9.4 По окончании промывки фильтр с осадком переносят в стаканчик для взвешивания, в котором сушился чистый фильтр, сушат с открытой крышкой не менее 20 мин в сушильном шкафу при температуре на (20 ± 5) °С выше температуры кипения растворителя. Затем стаканчик закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе в течение (30 ± 5) мин и взвешивают. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до третьего десятичного знака. Операцию высушивания и взвешивания повторяют до получения расхождения между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,0004 г.

10 Обработка результатов измерений

10.1 Растворимость битума (X) в процентах вычисляют до третьего десятичного знака по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2)100}{m_1}, \quad (1)$$

где m_1 — масса битума, взятая на анализ, г;

m_2 — масса нерастворимого осадка на фильтре, г.

За результат испытания растворимости битума принимается среднеарифметическое значение результатов двух параллельных измерений, округленное до второго десятичного знака.

10.2 Сходимость метода

Два результата определения, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,05 %.

10.3 Воспроизводимость метода

Два результата испытания, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,15 %.

11 Оформление результата испытания

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

12 Контроль точности результата испытания

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

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

УДК 625.85.06 ОКС 93.080.20 ОКП 025612

Ключевые слова: битумы нефтяные дорожные вязкие, растворимость

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

Сдано в набор 22.12.2013. Подписано в печать 20.01.2014. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,68. Тираж 73 экз. Зак. 120.

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