ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ

ПНСТ 11— 2012

Дороги автомобильные общего пользования

БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ ДОРОЖНЫЕ ВЯЗКИЕ

Метод определения кинематической вязкости

EN 12595:2007
(NEQ)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

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. № 11-ПНСТ

4 Настоящий стандарт разработан с учетом основных нормативных положений европейского регионального стандарта EN 12595:2007 «Битумы и битумные вяжущие. Определение кинематической вязкости» (EN 12595:2007 «Bitumen and bituminous binders. Determination of kinematic viscosity», 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, 2013

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 измерений 5
6 Требования безопасности, охраны окружающей среды 5
7 Требования к условиям измерений 6
8 Подготовка к выполнению измерений 6
9 Порядок выполнения измерений 6
10 Обработка результатов измерений 7
11 Оформление результата испытания 7
12 Контроль точности результата испытания 8

ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ

Дороги автомобильные общего пользования

БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ ДОРОЖНЫЕ ВЯЗКИЕ

Метод определения кинематической вязкости

Automobile roads of general use. Viscous petroleum road bitumens.
Method of determination of kinematic viscosity

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

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения кинематической вязкости битумных вяжущих при температурах 60 °С и 135 °С, в пределах от 6 до 300 000 мм^2/с.

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 2517—85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб

ГОСТ 2603—79 Реактивы. Ацетон. Технические условия

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

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 6824—96 Глицерин дистиллированный. 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 ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. 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.

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями.

3.1 **кинематическая вязкость:** Отношение динамической вязкости жидкости к плотности при температуре измерения вязкости.

Примечание — В системе СИ единицей измерения кинематической вязкости является $м^2/с$. Для практического применения применяется более удобная единица $мм^2/с$.

3.2 **плотность:** Масса жидкости, деленная на ее объем.

Примечание — В системе СИ единицей измерения плотности является $кг/м^3$.

3.3 **динамическая вязкость:** Отношение прилагаемого напряжения сдвига к скорости сдвига.

Примечание — В системе СИ единицей измерения динамической вязкости является Па · с.

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

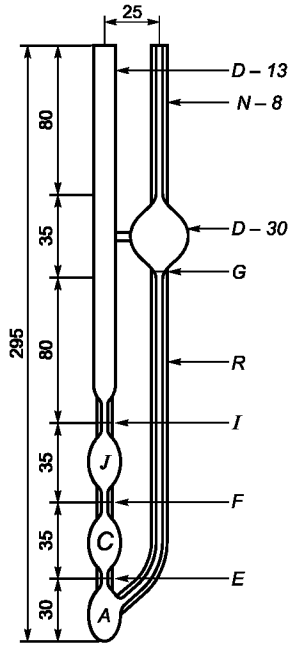
При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы.

4.1 Вискозиметры капиллярного типа, изготовленные из боросиликатного стекла

4.1.1 Вискозиметр Cannon-Fenske, габариты и диапазоны указаны в таблице 1 и на рисунке 1.

Таблица 1

Номера размеров вискозиметра	Номинальная постоянная вискозиметра, $мм^2/с^2$	Диапазон кинематической вязкости, $мм^2/с$	Внутренний диаметр трубки R, мм (± 2 %)	Внутренний диаметр трубок N и G, трубок E, F и I, мм (± 5 %)	Объем колб A, C и J, мл (± 5 %)	Объем колбы D, мл (± 5 %)
200	0,10	6—100	1,02	3,2	2,1	11
300	0,25	15—200	1,26	3,4	2,1	11
350	0,50	30—500	1,48	3,4	2,1	11
400	1,20	72—1200	1,88	3,4	2,1	11
450	2,50	150—2500	2,20	3,7	2,1	11
500	8,00	400—8000	3,10	4,0	2,1	11
600	20,00	1200—20000	4,00	4,7	2,1	13



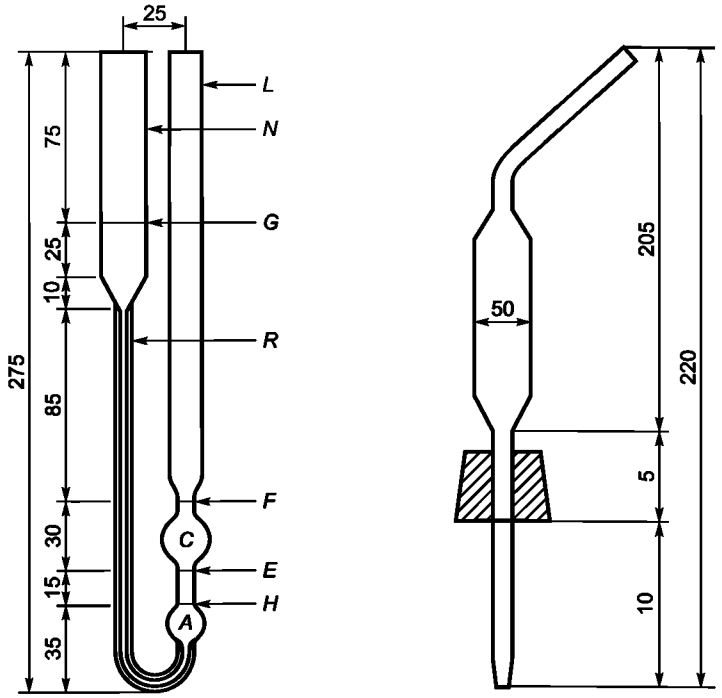
Размеры в миллиметрах

Рисунок 1 — Вискозиметр Cannon-Fenske для непрозрачных и прозрачных жидкостей

4.1.2 Вискозиметр BS/IP/RF, габариты и диапазоны указаны в таблице 2 и на рисунке 2.

Таблица 2

Номера размеров вискозиметра	Номинальная постоянная вискозиметра, $мм^2/с^2$	Диапазон кинематической вязкости, $мм^2/с$	Внутренний диаметр трубки R, мм (± 2 %)	Длина трубки R, мм	Внутренний диаметр E, F и H, мм	Объем колбы C, мл (± 5 %)
4	0,10	6—100	1,26	185	3,0—3,3	4
5	0,30	18—300	1,64	185	3,0—3,3	4
6	1,00	60—1000	2,24	185	3,0—3,3	4
7	3,00	180—3000	2,93	185	3,3—3,6	4
8	10,00	600—10000	4,00	185	4,4—4,8	4
9	30,00	1800—30000	5,50	185	6,0—6,7	4
10	100,00	6000—100000	7,70	210	7,70	4
11	300,00	18000—300000	10,0	210	10,00	4



Размеры в миллиметрах

Рисунок 2 — Вискозиметр BS/IP/RF с U-образными трубками для реверсивного течения непрозрачных жидкостей и специальная пипетка

4.1.3 Вискозиметр Zeitfuchs Cross-Arm, габариты и диапазоны указаны в таблице 3 и на рисунке 3.

Таблица 3

Номера размеров вискозиметра	Номинальная постоянная вискозиметра, $мм^2/с^2$	Диапазон кинематической вязкости, $мм^2/с$	Внутренний диаметр трубки R, мм (± 2 %)	Длина трубки R, мм	Объем нижней колбы, мл (± 5 %)	Диаметр горизонтальной трубки, мм (± 5 %)
4	0,10	6—100	0,64	210	0,30	3,9
5	0,30	18—300	0,84	210	0,30	3,9
6	1,00	60—1000	1,15	210	0,30	4,3
7	3,00	180—3000	1,42	210	0,30	4,3
8	10,00	600—10000	1,93	165	0,25	4,3
9	30,00	1800—30000	2,52	165	0,25	4,3
10	100,00	6000—100000	3,06	165	0,25	4,3

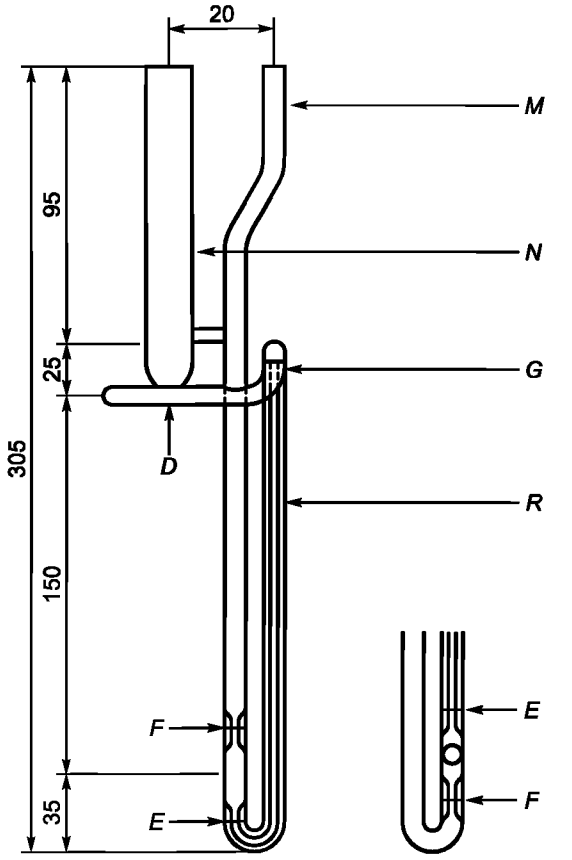


Рисунок 3 — Вискозиметр Zeitfuchs Cross-Arm для прозрачных и непрозрачных жидкостей

Допускается применение других вискозиметров, если они соответствуют указанным требованиям и полученные результаты испытаний сопоставимы.

Допускается использовать автоматическое или полуавтоматическое оборудование, если оно удовлетворяет требованиям, указанным в настоящем стандарте.

4.2 Термометры жидкостные стеклянные с диапазоном измерений от 58,6 °С до 61,4 °С для проведения испытаний при температуре 60 °С и с диапазоном от 133,6 °С до 136,4 °С — для проведения испытаний при 135 °С, ценой деления 0,05 °С, внешним диаметром стержня от 6 до 8 мм.

Допускается вместо ртутных стержневых термометров использовать другие температурные измерительные приборы, соответствующие указанным требованиям.

Примечания

1 При проведении испытания полное погружение термометра не рекомендуется.

2 В настоящее время заданным требованиям удовлетворяют следующие термометры: ASTM 47C/IP 35C и ASTM 110C/IP 93C соответственно для температур 60 °С и 135 °С.

4.3 Термостат или баня вискозиметра

В качестве бани используют любой прозрачный сосуд такой глубины, чтобы испытуемый образец, находящийся в вискозиметре, был погружен не менее чем на 20 мм ниже уровня жидкости в бане и не менее чем на 20 мм над дном бани. При этом должна обеспечиваться считываемость показаний с вискозиметра и термометра.

Баня должна быть снабжена устройством, позволяющим точно регулировать температуру жидкости в бане. Наибольшее изменение температуры жидкости не должно превышать 0,3 °С при температуре 60 °С или 0,5 °С — при температуре 135 °С по длине вискозиметров и между местом расположения отдельных вискозиметров и местом расположения термометра.

Для заполнения термостата применяют:

- воду дистиллированную по ГОСТ 6709 для определения вязкости при температуре 60 °С;
- глицерин по ГОСТ 6824 или глицерин, разбавленный водой 1:1, или любое светлое нефтяное или парафиновое масло для определения вязкости при температуре 135 °С.

4.4 Штативы или другие устройства для закрепления вискозиметров.

4.5 Дополнительное оборудование и реактивы

4.5.1 Секундомер с ценой деления шкалы 0,1 с или менее с точностью до 0,5 с в течение 1000 с при продолжительности испытаний не менее 15 мин. Допускается применять электрические устройства, предназначенные только для использования в электрических цепях с частотой, обеспечивающей точность до 0,5 с в течение 1000 с или выше.

4.5.2 Шкаф сушильный, обеспечивающий температуру от 100 °С до 200 °С.

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

4.5.4 Стакан фарфоровый или металлический для расплавления битума.

4.5.5 Палочка стеклянная или металлическая для перемешивания битума.

4.5.6 Смесь хромовая.

4.5.7 Ацетон по ГОСТ 2603.

5 Метод измерений

Сущность метода заключается в измерении времени истечения определенного объема испытуемой жидкости через калиброванный стеклянный капилляр вискозиметра при установленной температуре испытания. Кинематическая вязкость вычисляется путем умножения времени истечения в секундах на калибровочный коэффициент вискозиметра.

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.

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

8.1 При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

- отбор проб;
- подготовку образцов;
- подготовку к испытаниям.

8.2 Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ 2517.

8.3 Подготовка образцов

Образец битума при наличии влаги обезвоживают осторожным нагреванием без перегрева до температуры не ниже 120 °С и не выше 160 °С. Обезвоженный и расплавленный до подвижного состояния битум процеживают через сито и затем тщательно перемешивают до полного удаления пузырьков воздуха. Время нагревания битума при указанных условиях не должно превышать 30 мин.

8.4 Подготовка к испытаниям

8.4.1 Пробу доводят до температуры, отличающейся от температуры испытаний не более чем на 30 °С. Пробу тщательно перемешивают, не допуская образования пузырьков воздуха.

8.4.2 Вискозиметр предварительно нагревают до температуры, отличающейся от температуры испытаний не более чем на 30 °С.

9 Порядок выполнения измерений

При выполнении измерений кинематической вязкости проводят следующие операции.

9.1 Заполнение вискозиметра

9.1.1 Перед заполнением непрозрачного вискозиметра Cannon-Fenske (рисунок 1) необходимо перевернуть вискозиметр и создать вакуум в трубке L, погрузить трубку N в жидкий образец. Затем надо пропустить образец через трубку N и заполнить сосуд D до отметки G. Переворачивают вискозиметр в его нормальное положение. Устанавливают вискозиметр в термостат с постоянной рабочей температурой испытания (60,0 ± 0,3) °С или (135,0 ± 0,5) °С, при этом трубку L необходимо поддерживать в вертикальном положении.

Верхнее отверстие трубки L закрывают, когда сосуд заполнится на 4/5.

9.1.2 Вискозиметр BS/IP/RF (рисунок 2) устанавливают в термостат с постоянной рабочей температурой испытания, поддерживая трубку L в вертикальном положении. Образец пропускают через трубку N и заполняют до отметки G, позволяя битуму свободно протекать через капилляр R. Необходимо следить за тем, чтобы столбик жидкости не прерывался до тех пор, пока нижний мениск не достигнет уровня 5 мм ниже отметки H. Затем прекращают заливать жидкость и закрывают трубку L пробкой.

После достижения образцом рабочей температуры бани и выхода пузырьков воздуха на поверхность осторожно открывают пробку. При этом образец должен свободно стекать до нижней отметки H и снова остановиться. Затем перемещают избыток образца битума выше отметки G и с помощью специальной пипетки (рисунок 2) с верхней части трубки N осторожно удаляется корка, мягко отсасывается воздух. Верхний мениск должен совпасть с отметкой G.

9.1.3 Вискозиметр Zeitfuchs Cross-Arm (рисунок 3) устанавливают в термостат с постоянной рабочей температурой, удерживая трубку N вертикально. Образец испытуемого битума осторожно вводят через трубку N через поперечное сечение D до тех пор, пока ведущая кромка не достигнет отметки на 0,5 мм выше G в сифонной трубке.

9.2 Вискозиметр выдерживают в термостате при постоянной температуре в течение 30 мин для достижения температурного равновесия.

Примечание — Если один термостат используется для нескольких вискозиметров, нельзя погружать или вынимать вискозиметры из термостата, пока хотя бы один вискозиметр находится в рабочем состоянии.

9.3 Удаляют пробку из трубки L, при этом образец под действием силы тяжести стекает, пока его нижний мениск не сравняется с отметкой E.

9.4 Определяют время с точностью 0,1 с, необходимое для того, чтобы нижний мениск образца прошел от установленной отметки E до отметки F и от F до I (вискозиметр Cannon-Fenske). Если это время меньше 60 с, то следует выбрать вискозиметр с меньшим диаметром капилляра и повторить испытание.

9.5 Между последовательными определениями вискозиметр несколько раз промывают растворителем, полностью смешивающимся с исследуемым продуктом, с последующей промывкой полностью испаряющимся растворителем. Сушат вискозиметр в сушильном шкафу при температуре от 100 °С до 120 °С или пропуская через него слабый поток чистого сухого воздуха до полного удаления следов растворителя.

Периодически вискозиметр промывают хромовой смесью для удаления отложений органических веществ, тщательно прополаскивают последовательно дистиллированной водой по ГОСТ 6709 и ацетоном по ГОСТ 2603 и сушат чистым сухим воздухом.

Примечание — Не рекомендуется использовать для промывки щелочные моющие растворы.

10 Обработка результатов измерений

10.1 Кинематическую вязкость ν вычисляют по формуле

$$\nu = C \cdot t, \quad (1)$$

где C — калибровочная постоянная вискозиметра, мм^2/с^2;

t — время истечения битума в вискозиметре, с.

Кинематическую вязкость выражают как среднеарифметическое значение, округленное до трех значащих цифр ниже 1000 мм^2/с или округленное до целого числа выше этого значения. Результат записывают вместе с температурой испытания.

10.2 Сходимость

Расхождение результатов последовательных определений, полученных на одном и том же вискозиметре в идентичных условиях и на одном и том же продукте, не должно превышать значений, указанных в таблице 4 (с доверительной вероятностью 95 %).

10.3 Воспроизводимость

Расхождение результатов двух определений, полученных в разных лабораториях на одном и том же продукте, не должно превышать значений, указанных в таблице 4 (с доверительной вероятностью 95 %).

Таблица 4

Параметры испытания	Сходимость, % от среднеарифметического значения	Воспроизводимость, % от среднеарифметического значения
При температуре испытания 135 °С		
< 600 мм^2/с	4	6
> 600 мм^2/с	4	9
При температуре испытания 60 °С	7	9

11 Оформление результата испытания

Результат испытания оформляется в виде протокола, который должен содержать:

- идентификацию испытуемого образца по паспорту;
- дату проведения измерений;

- название организации, проводившей измерения;
- ссылку на настоящий стандарт и отклонения от его требований;
- ссылку на акт отбора пробы;
- результаты испытаний.

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, методы измерений, кинематическая вязкость

Редактор *Е.С. Котлярова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Сдано в набор 20.03.2013. Подписано в печать 02.04.2013. Формат 60x84 1/8. Гарнитура Ариал. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,90. Тираж 68 экз. Зак. 348.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru