Издание официальное

СССР — Государственный комитет стандартов, мер и измерительных приборов СССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ Битумы нефтяные ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ПОКАЗАТЕЛЯ СЦЕПЛЕНИЯ БИТУМА С ПОВЕРХНОСТЬЮ МРАМОРА МЕТОДОМ КРАСИТЕЛЕЙ Petroleum bitumen. Method for determination of quantitive index of adhesion between bitumen and marble by the pigment technique	ГОСТ 11509—65 Группа Б49

Настоящий стандарт устанавливает метод определения количественного показателя сцепления битума с поверхностью мрамора методом красителей.

Метод заключается в отслаивании битумной пленки от поверхности мраморного щебня под воздействием воды и определении величины покрытой битумом поверхности мрамора по адсорбции красителя метиленового голубого, обладающего способностью избирательно адсорбироваться на поверхности мрамора, не покрытого битумной пленкой, не адсорбируясь на битуме.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях на нефтяные битумы.

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1. 1. При определении количественного показателя сцепления битума с поверхностью мрамора методом красителей применяют:

чашки фарфоровые № 4 по ГОСТ 9147—59;

стаканы химические типа ТУ по ГОСТ 10394—63 вместимостью 250 *мл*;

сетку металлическую № 07 по ГОСТ 3584—53;

сита металлические с отверстиями размером 2×2 и 0,071××0,071 *мм*;

сетку металлическую диаметром на 5—10 *мм* меньше диаметра стакана; сетку подвешивают внутри стакана на проволочных дужках, припаянных к окантовке сетки;

ложку металлическую;

колориметр типа КМ-1;

аппарат для встряхивания пробирок и колб;

центрифугу;

колбы конические по ГОСТ 10394—63 вместимостью 250 *мл*;

пипетки по ГОСТ 1770—64 вместимостью 100 и 15 *мл*;

Внесен Государственным комитетом по транспортному строительству СССР	Утвержден Государственным комитетом стандартов, мер и измерительных приборов СССР 7/IX 1965 г.	Срок введения 1/I 1966 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

стаканчики для взвешивания по ГОСТ 7148—54 вместимостью 50 *мл*;

мрамор белый Прохор-Баландинского или Коэлгинского месторождения; мрамор должен соответствовать следующим требованиям: содержание CaO — не менее 55%; MgO — не более 0,2%; нерастворимого осадка — не более 0,3%;

краситель метиленовый голубой, водный раствор, концентрации 0,01 *мг/мл*;

воду дистиллированную;

спирт этиловый гидролизный ректификованный высшей очистки;

соль поваренную пищевую по ГОСТ 153—57.

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. 1. Перед испытанием образец битума обезвоживают: вязкие битумы — осторожным нагреванием без перегрева при помешивании стеклянной палочкой; жидкие битумы — фильтрацией нагретого до 60° С битума через слой крупнокристаллической свежепрокаленной поваренной соли. Обезвоженный и расплавленный до подвижного состояния битум процеживают через металлическое сито с сеткой № 07 и тщательно перемешивают для полного удаления пузырьков воздуха.

2. 2. Образец мрамора, предварительно промытый водой и высушенный в течение 5 *ч* при температуре 105° С, измельчают, затем пропускают через сито с отверстиями размером 2 *мм*. Мрамор, прошедший через это сито, пропускают через сито с отверстиями размером 0,071 *мм*. Составляют смесь из 20% частиц, прошедших через сито с отверстиями размером 0,071 *мм* и 80% частиц, не прошедших через это сито, но прошедших через сито с отверстиями 2 *мм*.

2. 3. Для приготовления битумо-минеральной смеси в фарфоровую чашку отвешивают 50 *г* мрамора с точностью до 0,02 *г*, подготовленного по п. 2. 2, и 4,5 *г* битума, подготовленного по п. 2. 1. Чашку помещают в термостат на 20 *мин*. Температура нагрева термостата устанавливается при испытании вязких битумов в зависимости от температуры размягчения (табл. 1), а при испытании жидких битумов — в зависимости от вязкости (табл. 2).

Таблица 1

Температура размягчения битума в °С	Температура нагрева термостата в °С
35—40	100—120
40—45	120—130
45—48	130—150
Выше 48	150—160

Таблица 2

Условная вязкость битума при 60° С в *сек* (определенная по ГОСТ 11503—65)	Температура нагрева термостата в °С
25—40	60—70
40—100	70—80
100—200	80—100

По окончании нагревания чашку со смесью битума с мраморным щебнем вынимают из термостата. Смесь в чашке в течение 5 *мин* перемешивают металлической ложечкой и затем выдерживают 20 *мин* при комнатной температуре.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3. 1. Битумо-минеральную смесь порциями по 15—20 *г* помещают на сетку и опускают в стакан с кипящей дистиллированной водой.

При испытании вязких битумов сетку с испытуемым образцом выдерживают в течение 30 *мин* в кипящей воде, при испытании жидких битумов — 3 *мин*. Кипение воды не должно быть бурным. В процессе кипячения битум, отделившийся от смеси и всплывший на поверхность воды, снимают фильтровальной бумагой.

После этого смесь выкладывают на фильтровальную бумагу, распределяют ее тонким слоем и просушивают на воздухе в течение одних суток.

При оседании мелких частиц на дно стакана после выдерживания в кипящей воде их присоединяют к основной смеси.

Высушенную на воздухе смесь просеивают через сито (не растирая) с отверстиями размером 2 *мм*.

3. 2. Величину адсорбции метиленового голубого определяют по изменению концентрации его раствора после взаимодействия последнего с навеской смеси. Одновременно с определением адсорбции красителя на битумо-минеральной смеси каждый раз проводят такое же определение на исходном мраморе той же крупности, не покрытом битумом.

8,5 ± 0,01 *г* битумо-минеральной смеси или 8 ± 0,01 *г* мраморного щебня, взвешенных с точностью до 0,0002 *г*, помещают в коническую колбу, в эту же колбу приливают пипеткой 100 *мл* раствора метиленового голубого.

Колбу устанавливают в прибор для встряхивания и взбалтывают содержимое ее в течение 30 *мин*.

Раствор красителя отделяют от смеси сливанием. Если раствор помутнел, то его центрифугируют в течение 30 *мин*.

Определение проводят на трех параллельных образцах смеси, а также на трех образцах исходного мраморного щебня.

3. 3. Концентрацию раствора метиленового голубого после адсорбции определяют при помощи колориметра КМ-1 следующим образом: в правую кювету пипеткой наливают 15 *мл* раствора метиленового голубого исходной концентрации C_1, в левую кювету — такое же количество раствора метиленового голубого после адсорбции концентрации C_2.

Установив кюветы в приборе, подбирают такое их положение, при котором интенсивность окраски обеих половин смотрового поля будет одинаковой, и снимают отсчеты делений шкал колориметра.

4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЯ

4. 1. Концентрацию раствора красителя после адсорбции (C_2) в *мг/мл* вычисляют по формуле:

$$C_2 = \frac{C_1 H_1}{H_2},$$

где:

C_1 — начальная концентрация красителя в *мг/мл*;

H_1 — отсчет делений правой шкалы;

H_2 — отсчет делений левой шкалы.

За величину концентрации данного раствора принимают среднее арифметическое из трех колориметрических определений.

4. 2. Величину адсорбции красителя (q) в *мг/г* вычисляют по формуле:

$$q = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{G},$$

где:

V — объем раствора красителя, взятый для адсорбции, в *мл*;

G — навеска битумо-минеральной смеси (или исходного мрамора) в *г*.

Расчет адсорбции красителя ведут с точностью до 0,00001 *мг/г*.

Расхождения между определениями адсорбции для параллельных образцов не должны превышать 5% от среднего арифметического.

4. 3. Величину поверхности мраморного щебня, не покрытой битумом, (S_0) в процентах, вычисляют по формуле:

$$S_0 = \frac{q_п}{q_0} \cdot 100,$$

где:

$q_п$ — величина адсорбции красителя на поверхности битумо-минеральной смеси в *мг/г*;

q_0 — величина адсорбции красителя на поверхности мраморного щебня в *мг/г*.

4. 4. Сцепление битума с поверхностью мраморного щебня методом красителей (S_n) в процентах вычисляют по формуле:

$$S_n = 100 - S_0.$$

Пример. Определить величину адсорбции красителя на необработанной поверхности мраморного щебня.

Начальная концентрация красителя $C_1 = 0{,}01$ *мг/мл*.

Навеска мрамора $G = 8$ *г*.

Объем раствора красителя $V = 100$ *мл*.

При $H_1 = 0{,}3$

$$H_2' = 0{,}56;$$

$$H_2'' = 0{,}54;$$

$$H_2''' = 0{,}53;$$

$$H_{2ср} = \frac{0{,}56 + 0{,}54 + 0{,}53}{3} = 0{,}54;$$

$$C_2' = \frac{0{,}01 \cdot 0{,}3}{0{,}54} = 0{,}0056.$$

При $H_1 = 0{,}5$

$$H_2' = 0{,}86;$$

$$H_2'' = 0{,}86;$$

$$H_2''' = 0{,}87;$$

$$H_{2ср} = \frac{0{,}86 + 0{,}86 + 0{,}87}{3} = 0{,}86;$$

$$C_2'' = \frac{0{,}01 \cdot 0{,}5}{0{,}86} = 0{,}0058.$$

При $H_1 = 0{,}8$

$$H_2' = 1{,}33;$$

$$H_2'' = 1{,}32;$$

$$H_2''' = 1{,}36;$$

$$H_{2ср} = \frac{1{,}33 + 1{,}32 + 1{,}36}{3} = 1{,}34;$$

$$C_2''' = \frac{0{.}01 \cdot 0{,}8}{1{,}34} = 0{,}0060.$$

$$C_{2ср} = \frac{0{,}0056 + 0{,}0058 + 0{,}0060}{3} = 0{,}0058.$$

$$q_0 = \frac{(0{,}01 - 0{,}0058) \cdot 100}{8} = 0{,}0525 \ мг/г.$$

Величина адсорбции красителя на обработанной битумом поверхности мраморного щебня, измеренная и рассчитанная аналогичным образом,

$$q_п = 0{,}00988 \ мг/г;$$

$$S_0 = \frac{0{,}00988}{0{,}0525} \cdot 100 = 18{,}8\%;$$

$$S_п = 100 - 18{,}8 = 81{,}2\%.$$

gost.e-ecolog.ru