

Битум и битумные вяжущие
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ
РАЗМЯГЧЕНИЯ ПО КОЛЬЦУ И ШАРУ

Бітум і бітумныя вяжучыя
МЕТАД ВЫЗНАЧЭННЯ ТЭМПЕРАТУРЫ
РАЗМЯКЧЭННЯ ПА КОЛЬЦЫ І ШАРЫ

(EN 1427:2007, IDT)

Издание официальное

БЗ 9-2009



Госстандарт
Минск

Ключевые слова: битум, битумные вяжущие, определение температуры размягчения по кольцу и шару

Предисловие

Цели, основные принципы, положения по государственному регулированию и управлению в области технического нормирования и стандартизации установлены Законом Республики Беларусь «О техническом нормировании и стандартизации».

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)

ВНЕСЕН Госстандартом Республики Беларусь

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Госстандарта Республики Беларусь от 29 сентября 2009 г. № 48

3 Настоящий стандарт идентичен европейскому стандарту EN 1427:2007 Bitumen and bituminous binders – Determination of the softening point – Ring and ball method (Битум и битумные вяжущие. Определение температуры размягчения. Метод кольца и шара).

Европейский стандарт разработан техническим комитетом по стандартизации CEN/TC 336 «Битумные вяжущие» Европейского комитета по стандартизации (CEN).

Перевод с английского языка (en).

Официальные экземпляры европейского стандарта, на основе которого подготовлен настоящий государственный стандарт, и европейских стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Национальном фонде ТНПА.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования европейского стандарта с целью применения обобщающего понятия в соответствии с ТКП 1.5-2004 (04100).

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на европейские стандарты актуализированы.

Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному европейскому стандарту приведены в дополнительном приложении Д.А.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© Госстандарт, 2009

Настоящий стандарт не может быть воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта Республики Беларусь

Издан на русском языке

Содержание

1 Область применения.....	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Сущность метода.....	1
5 Реактивы и материалы.....	1
6 Аппаратура.....	2
7 Отбор лабораторной пробы и подготовка образцов для испытания.....	6
8 Проведение испытания.....	6
9 Выражение результатов	7
10 Точность метода.....	8
11 Протокол испытания.....	8
Приложение А (обязательное) Технические требования к термометрам.....	9
Библиография.....	10
Приложение Д.А (справочное) Сведения о соответствии государственного стандарта ссылочному европейскому стандарту.....	11

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ

**Битум и битумные вяжущие
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ РАЗМЯГЧЕНИЯ ПО КОЛЬЦУ И ШАРУ****Бітум і бітумныя вяжучыя
МЕТАД ВYZНАЧЭННЯ ТЭМПЕРАТУРЫ РАЗМЯКЧЭННЯ ПА КОЛЬЦЫ І ШАРЫ****Bitumen and bituminous binders
Method for determination of softening point by ring and ball**

Дата введения 2010-01-01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения температуры размягчения битумов и битумных вяжущих в диапазоне значений от 28 °С до 150 °С.

Примечание – Метод, установленный в настоящем стандарте, также может применяться для испытания битумных вяжущих, извлеченных (например, экстракцией) из асфальтовых смесей.

Предупреждение – При проведении испытания по методу настоящего стандарта могут использоваться опасные вещества, операции и оборудование. Настоящий стандарт не предусматривает рассмотрение всех проблем безопасности, связанных с его применением. Ответственность за выявление и установление мер по обеспечению техники безопасности и охраны здоровья, а также определение ограничений по применению стандарта несет пользователь настоящего стандарта.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения).

EN 58:2004 Битум и битумные вяжущие. Отбор проб битумных вяжущих

EN 12594:2007 Битум и битумные вяжущие. Подготовка проб для испытания

EN 12597:2000 Битум и битумные вяжущие. Терминология

EN ISO 3696:1995 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применяют термины и определения, установленные в EN 12597, а также следующий термин с соответствующим определением:

3.1 температура размягчения (softening point): Температура, при которой продукт при стандартных условиях испытания приобретает определенную консистенцию.

4 Сущность метода

Два горизонтальных диска битумного вяжущего, отлитых в ступенчатых латунных кольцах, каждый из которых удерживает стальной шарик, нагревают с контролируемой скоростью в жидкостной бане. За температуру размягчения, указываемую в протоколе испытания, принимают среднеарифметическое значение температур, при которых оба диска размягчатся в достаточной степени для опускания каждого шарика, охваченного битумным вяжущим, на расстояние $(25,0 \pm 0,4)$ мм.

5 Реактивы и материалы**5.1 Общие указания**

Если не указано иное, используют только реактивы с известной аналитической степенью чистоты и воду со степенью чистоты 3 по EN ISO 3696:1995.

5.2 Жидкость для бани

5.2.1 Свежевскипяченная дистиллированная вода или деионизированная вода

Использование свежевскипяченной дистиллированной воды или деионизированной воды необходимо для предотвращения образования на поверхности испытуемой пробы пузырьков воздуха, которые могут повлиять на результаты испытания.

5.2.2 Глицерин с плотностью $(1250 \pm 10) \text{ кг/м}^3$ при 20°C и массовой долей основного вещества не менее 99 %.

Предупреждение – Температура вспышки глицерина, определенная в соответствии с EN ISO 2592, составляет 160°C . Глицерин, обладающий гигроскопическими свойствами, может содержать воду. Наличие в глицерине воды при температурах выше 100°C может привести к его попаданию в результате разбрызгивания на нагревательные элементы и воспламенению.

5.3 Разделительный состав, смесь глицерина с декстрином или тальком или любой другой разделительный состав, имеющийся в продаже.

Для предотвращения прилипания битумного вяжущего к пластинке во время отливки дисков поверхность металлической пластинки непосредственно перед ее использованием следует покрыть тонким слоем разделительного состава.

Примечание 1 – Нанесение разделительного состава облегчается при нагревании пластинки приблизительно до 40°C .

Примечание 2 – Вместо разделительного средства допускается использовать другие материалы, например бумагу для выпечки.

6 Аппаратура

6.1 Аппарат «Кольцо и шар»

Примечание – Допускается использовать ручные, полуавтоматические и автоматические аппараты, в комплект которых входят элементы, приведенные в 6.1.1 – 6.1.9.

6.1.1 Кольца, 2 шт., ступенчатые латунные с размерами, соответствующими приведенным на рисунке 1.

Размеры в миллиметрах

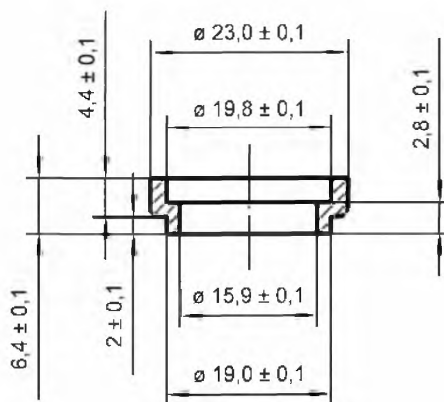


Рисунок 1 – Кольцо

6.1.2 Пластинка плоская полированная металлическая размером приблизительно $50 \times 75 \text{ мм}$, толщиной от 1,5 до 2,0 мм, с загнутыми вниз краями (см. рисунок 2) или керамическая плитка толщиной от 5 до 6 мм.

6.1.5 Пластика для удержания колец и корпус аппарата из нержавеющей стали или латуни. Пластика (А) для удержания колец в горизонтальном положении должна иметь форму и размеры, указанные на рисунке 4, и крепиться в корпусе аппарата, показанном на рисунке 5. Нижняя поверхность ступенчатых колец должна быть расположена на $(25,0 \pm 0,4)$ мм выше верхней поверхности нижней пластики (В) (см. рисунок 6). Уровень жидкости в бане над поверхностью колец должен составлять (50 ± 3) мм.

6.1.6 Баня, стеклянный стакан, поддерживающий нагревание, внутренним диаметром не менее 85 мм и высотой от дна сосуда не менее 120 мм (см. рисунок 5).

Примечание – Допускается использовать низкий лабораторный стакан вместимостью 600 мл.

Размеры в миллиметрах

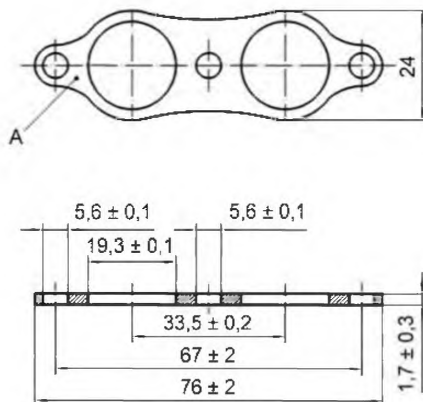


Рисунок 4 – Пластика для удерживания колец

Размеры в миллиметрах

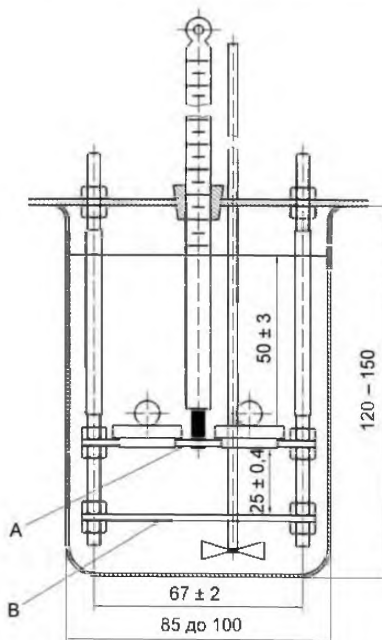


Рисунок 5 – Корпус аппарата с двумя кольцами

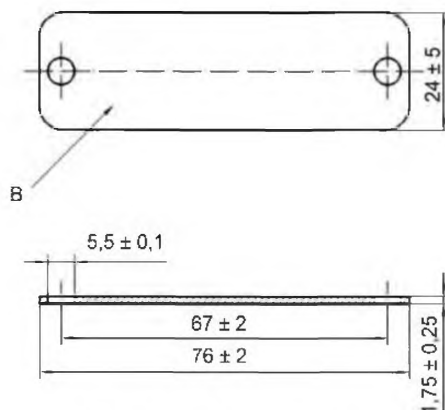


Рисунок 6 – Нижняя пластинка

6.1.7 Термометры

6.1.7.1 Калиброванные термометры, технические характеристики которых приведены в приложении А.

6.1.7.2 Соответствующий термометр устанавливают в корпус аппарата (см. рисунок 5) таким образом, чтобы нижняя точка его резервуара была на одном уровне с нижней поверхностью колец и была удалена от них не более чем на 13 мм, но термометр при этом не касался колец или пластинки для удержания колец.

Вместо ртутных капиллярных термометров допускается использовать другие средства измерения температуры, однако ртутный капиллярный термометр является образцовым средством измерения. Поэтому используемые альтернативные средства измерения должны быть откалиброваны таким образом, чтобы их показания были такими же, как и показания ртутного капиллярного термометра, т. е. время отклика на изменение температуры должно быть таким же, как и у ртутного термометра.

Примечание – Для настоящего метода, в соответствии с которым во время испытания снимают показания повышающейся температуры, предварительно устанавливают значения поправок и применяют их к наблюдаемым показаниям.

6.1.8 Мешалка

Используют пропеллерную мешалку с равномерной скоростью перемешивания или магнитную мешалку/нагревательную плитку с якорем, имеющим соответствующее покрытие, длиной приблизительно 40 мм и диаметром 8 мм, необходимую для равномерного распределения тепла по всему объему бани и предотвращения образования в ней турбулентного потока. Мешалка должна быть установлена таким образом, чтобы при проведении определения она не оказывала воздействия на пробы.

Скорость вращения якоря мешалки должна составлять приблизительно 100 об/мин.

Примечание – Лопасть пропеллерной мешалки рекомендуется располагать между нижней пластинкой в корпусе аппарата и дном стакана (см. рисунок 5).

Предупреждение – Если используется электрическая пропеллерная мешалка, она должна быть заземлена.

6.1.9 Полуавтоматическое и автоматическое оборудование

Вместо аппаратуры, которая описана в 6.1.1 – 6.1.8, допускается также использовать полуавтоматическое или автоматическое оборудование (после проведения их калибровки). Результаты испытания, проводимого с применением данного оборудования, должны быть такими же, как и результаты ручного метода испытания, и должны отвечать требованиям к точности ручного метода. При использовании автоматического оборудования необходимо регулярно проводить его калибровку, но не реже одного раза в год. При возникновении разногласий арбитражным является ручной метод испытания с применением аппарата, показанного на рисунке 5.

Примечание – При использовании автоматического оборудования вместо касания нижней пластинки шарик может вызывать прерывание луча света на расстоянии $(25,0 \pm 0,4)$ мм от нижней поверхности кольца.

7 Отбор лабораторной пробы и подготовка образцов для испытания

Лабораторную пробу отбирают в соответствии с EN 58, соблюдая все меры предосторожности, необходимые для обеспечения безопасности, и следя за тем, чтобы испытуемая проба была представительной частью лабораторной пробы, из которой ее отобрали. Испытуемую пробу подготавливают в соответствии с EN 12594.

Для модифицированных битумов пробу отбирают в количестве, необходимом для заполнения четырех колец, на случай, если потребуются проведение повторного испытания (см. 8.6, перечисление а).

Нагревают два латунных кольца (но не пластинку) до температуры, которая приблизительно на 90 °C выше предполагаемой температуры размягчения, и помещают их на пластинку, покрытую разделительным составом (см. примечание 1 к 5.3).

Не следует использовать слишком много разделительного состава для предотвращения образования в жидкостной бане его частиц, которые могут стать препятствием для луча света в случае его использования.

Наливают с небольшим избытком подогретое битумное вяжущее в каждое кольцо, затем дают ему охладиться на воздухе в течение не менее 30 мин. Испытуемые продукты, которые при комнатной температуре являются мягкими, охлаждают на воздухе в течение не менее 30 мин при температуре, которая не менее чем на 10 °C ниже предполагаемой температуры размягчения. От заполнения колец испытуемыми пробами до завершения испытания должно пройти не более 4 ч.

После охлаждения испытуемых проб избыток битумного вяжущего гладко срезают подогретым ножом или лезвием таким образом, чтобы поверхность каждого образца находилась на одном уровне с верхним краем своего кольца.

8 Проведение испытания

8.1 Выбирают соответствующие жидкость для бани и термометр в зависимости от предполагаемой температуры размягчения следующим образом:

а) для битумов с температурой размягчения от 28 °C до 80 °C включительно используют свежеевскипяченную дистиллированную воду или деионизированную воду. Используют термометр с ценой малого деления шкалы 0,2 °C. Начальная температура бани должна составлять (5 ± 1) °C;

б) для битумов с температурой размягчения свыше 80 °C до 150 °C включительно используют глицерин и термометр с ценой малого деления шкалы 0,5 °C. Начальная температура бани должна составлять (30 ± 1) °C.

Для арбитражных целей температуры размягчения, не превышающие 80 °C, следует определять в водяной бане. Температуры размягчения свыше 80 °C до 150 °C следует определять в глицериновой бане.

8.2 Собирают аппарат, устанавливая кольца для испытуемых проб, направляющие накладки для центрирования шариков и термометр, и заполняют баню таким образом, чтобы уровень жидкости был на (50 ± 3) мм выше поверхности колец. Используя пинцет, помещают два стальных шарика в баню или в отдельный сосуд при температуре 5 °C или 30 °C (в зависимости от предполагаемой температуры размягчения).

Следят за тем, чтобы температура шариков была такой же, как и температура всего остального аппарата, а также за тем, чтобы жидкость в бане не была загрязнена веществами, которые могут повлиять на результаты испытания.

8.3 Помещают баню в холодную воду или термостат для ее охлаждения до (5 ± 1) °C (если в качестве жидкости для бани используется вода) или осторожно нагревают до (30 ± 1) °C (если в качестве жидкости для бани используется глицерин) до достижения требуемой начальной температуры бани. Баню с установленным в нее аппаратом выдерживают при данной температуре в течение 15 мин.

8.4 Используя пинцет, помещают шарики в каждую направляющую насадку для центрирования шарика.

8.5 Перемешивают жидкость в бане и нагревают снизу таким образом, чтобы ее температура повышалась с постоянной скоростью 5 °C/мин (см. выше). При необходимости баню защищают от движения воздуха с помощью экрана. Не допускается усреднять скорость повышения температуры за весь период испытания. Максимальное отклонение в течение каждой последующей минуты после истечения первых трех должно составлять $\pm 0,6$ °C. В течение всего периода испытания отклонение температуры должно быть менее ± 1 °C. Результаты испытания не учитывают, если скорость повышения температуры не отвечает указанным требованиям.

Строгое соблюдение заданной скорости нагревания необходимо для обеспечения воспроизводимости результатов испытания. Для нагревания допускается использовать газовую горелку или электрическое нагревательное устройство. При использовании газовой горелки она должна быть защищена от движения воздуха с помощью экрана. Для поддержания указанной скорости нагревания электрическое нагревательное устройство должно быть регулируемого типа с небольшим временем запаздывания регулирующего воздействия.

После истечения первых 3 мин повышение температуры в течение каждой отдельной минуты должно составлять от 4,4 °C до 5,6 °C.

После истечения первых 3 мин суммарное повышение температуры на момент окончания испытания не должно отличаться более чем на 1 °C от значения, равного количеству минут, умноженному на 5 °C.

8.6 Для каждого кольца и шарика записывают показание термометра в момент касания шариком, охваченным битумным вяжущим, нижней пластинки (при применении ручного метода) или в момент прерывания луча света (при использовании полуавтоматического или автоматического оборудования). Поправку к показанию термометра на выступающий столбик ртути не применяют.

Если расхождение между двумя значениями температуры превышает 1 °C для температур размягчения ниже 80 °C или 2 °C для температур размягчения выше 80 °C, испытание повторяют.

Испытание модифицированных битумов повторяют, если:

- a) расхождение между двумя значениями температуры превышает 2 °C;
- b) шарик продавливает охватывающую его пленку до касания нижней пластинки (или прерывания луча света) или при обнаружении частичного отслоения битума от шарика.

8.7 Результаты (среднеарифметическое значение результатов определения)

8.7.1 Общие сведения

Температура размягчения битума, определенная в водяной бане, приблизительно на 4 °C ниже температуры размягчения этого же битума, определенной в глицериновой бане. Поэтому замена воды на глицерин при определении температур размягчения выше 80 °C может вызвать резкое изменение определяемого значения и привести к погрешности результатов испытания. Например, если температура размягчения битума при определении в воде составляет 78 °C, то можно ожидать, что температура размягчения данного битума при определении в глицерине составит 82 °C. Поэтому для испытаний, значения результатов которых находятся около 80 °C, рекомендуется установить правила записи в протоколы арбитражных испытаний. Данные правила записи результатов в протоколы испытания приведены в 8.7.2 – 8.7.5. В указанных подразделах термин «результаты температуры размягчения» означает среднеарифметическое значение или скорректированное среднеарифметическое значение двух температур, определенных в соответствии с 8.6.

8.7.2 Результаты температуры размягчения при определении в водяной бане – от 28 °C до 80 °C. В протокол испытания записывают полученный результат.

8.7.3 Результаты температуры размягчения при определении в водяной бане – выше 80 °C. Результат испытания не учитывают, считая его недействительным, и проводят повторное испытание в глицерине.

8.7.4 Результаты температуры размягчения при определении в глицериновой бане – 84 °C и ниже. Проводят испытание повторно в водяной бане. Если результат определения в водяной бане 80 °C и ниже, в протокол испытания записывают данный результат, в противном случае – результат определения в глицериновой бане.

8.7.5 Результаты температуры размягчения при определении в глицериновой бане – более 84 °C. В протокол испытания записывают полученный результат.

9 Выражение результатов

Для битумов с температурой размягчения, не превышающей 80 °C, за результат определения принимают среднеарифметическое двух значений температуры, зарегистрированных в соответствии с 8.6, с округлением до 0,2 °C.

Для битумов с температурой размягчения, превышающей 80 °C, за результат определения принимают среднеарифметическое двух значений температуры, зарегистрированных в соответствии с 8.6, с округлением до 0,5 °C.

Примечание – Следует отметить, что результаты испытания, полученные при проведении определения методом, установленным в настоящем стандарте, могут быть до 1,5 °C занижены относительно результатов испытания, полученных при проведении определения альтернативным методом без использования мешалки, например методом по ASTM D 36.

10 Точность метода

10.1 Повторяемость

Расхождение между двумя результатами испытания, полученными одним и тем же оператором при работе на одном и том же оборудовании при одинаковых условиях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного промежутка времени при правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значения, приведенные в таблице 1.

10.2 Воспроизводимость

Расхождение между двумя отдельными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом продукте в течение длительного промежутка времени при правильном выполнении метода, только в одном случае из двадцати может превысить значения, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Точность метода

Жидкость для бани	Тип битума	Повторяемость r , °C	Воспроизводимость R , °C
Вода	Немодифицированный	1,0	2,0
Вода	Полимер-модифицированный	1,5	3,5
Глицерин	Окисленные	1,5	5,5

Примечание 1 – Приведенные показатели точности для немодифицированных и модифицированных битумов получены в результате выполнения программы межлабораторного сличения данных, проводимой рабочими группами CEN. Показатели точности для окисленных битумов получены в результате выполнения программы межлабораторного сличения данных, проводимой Институтом энергии Великобритании, и адаптированы рабочей группой CEN/TC 19/SC 1/WG 1. Показатели точности для немодифицированных и модифицированных битумов с температурой размягчения выше 80 °C и окисленных битумов с температурой размягчения ниже 80 °C отсутствуют. Проведение межлабораторного сличения данных для указанных материалов невозможно, поскольку данные материалы используются редко. Приведенные показатели точности в зависимости от используемой среды в бане могут применяться для подобных материалов только в качестве справочных.

Примечание 2 – В результате датского межлабораторного сличения данных установлены значения повторяемости и воспроизводимости для пяти полимер-модифицированных битумов с температурой размягчения выше 80 °C, которые составляют 2,2 °C и 6,3 °C соответственно.

11 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать следующую информацию:

- тип испытуемого продукта и информацию для его полной идентификации;
- ссылку на настоящий стандарт;
- тип используемого аппарата;
- используемую жидкость для бани;
- результат испытания (см. раздел 9);
- любое отклонение, по соглашению или иное, от установленного метода;
- дату испытания.

Приложение А
(обязательное)

Технические требования к термометрам

Характеристика	Единица измерения	Температура размягчения ≤ 80 °C	Температура размягчения > 80 °C
Температурный диапазон			
отметки шкалы:	°C	От – 2 до 80	От 30 до 200
– малые деления	°C	0,2	0,5
– длинные штрихи через каждые	°C	1	1
– числовые отметки через каждые	°C	2	5
– максимальная погрешность шкалы	°C	0,2	0,3
Погружение		Полное	Полное
Расширительная камера позволяет проводить нагревание до	°C	130	250
Общая длина	мм	От 390 до 400	От 390 до 400
Наружный диаметр капиллярной трубки	мм	От 6,0 до 8,0	От 6,0 до 8,0
Длина резервуара	мм	От 9 до 14	От 9 до 14
Наружный диаметр резервуара	мм	От 4,5 до 5,5	От 4,5 до 5,5
Расположение шкалы:			
Отметка шкалы	°C	0	30
– расстояние от указанной выше отметки шкалы до дна резервуара	мм	От 75 до 90	От 75 до 90
– длина шкалы измерения	мм	От 245 до 280	От 245 до 280
Примечание – Установлено, что термометры ASTM 15C/IP 60C могут применяться для определения температуры размягчения, не превышающей 80 °C, термометры ASTM 16C/IP 61C – для определения температуры размягчения, превышающей 80 °C.			

Вместо ртутных термометров допускается использовать термопары при условии их калибровки для получения аналогичных результатов определения.

Библиография

- [1] EN ISO 2592:2001 Determination of flash and fire points – Cleveland open cup method (ISO 2592:2000)
(Определение температур вспышки и воспламенения. Метод с применением прибора Кливленда с открытым тиглем (ISO 2592:2000))

- [2] ASTM D36-95 Standard test method for softening point of bitumen (Ring-and-Ball Apparatus)
(Стандартный метод определения температуры размягчения битумов (аппарат «Кольцо и шар»))

Приложение Д.А
(справочное)

**Сведения о соответствии государственного стандарта
ссылочному европейскому стандарту**

Таблица Д.А.1

Обозначение и наименование европейского стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование государственного стандарта
EN 12594:2007 Битум и битумные вяжущие. Подготовка проб для испытания	IDT	СТБ EN 12594-2009 Битум и битумные вяжущие. Подготовка проб для испытания (EN 12594:2007, IDT)

Ответственный за выпуск *В. Л. Гуревич*

Сдано в набор 06.10.2009. Подписано в печать 04.11.2009. Формат бумаги 60×84/8. Бумага офсетная.
Гарнитура Arial. Печать ризографическая. Усл. печ. л. 1,97 Уч.- изд. л. 1,21 Тираж экз. Заказ

Издатель и полиграфическое исполнение:
Научно-производственное республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС)
ЛИ № 02330/0549409 от 08.04.2009.
ул. Мележа, 3, 220113, Минск.