
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ	ГОСТ
СТАНДАРТ	31735–
	2012

МАТЕРИАЛЫ БИТУМИНОЗНЫЕ
Определение содержания битума

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2013

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС), Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса» на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 51-П от 1 октября 2012 г.)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004–97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Российская Федерация	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 4–86(2010) Standard test methods for bitumen content (Стандартный метод определения содержания битума).

Стандарт разработан подкомитетом D08.03 по облицовочным и битумным ма-

териалам для мембранной гидроизоляции и мастичной кровли технического комитета D08 по кровле и гидроизоляции Американского общества по испытаниям и материалам (ASTM).

Официальные экземпляры стандарта ASTM, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, стандарты ASTM, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5–2001 (подраздел 3.6).

В разделе «Нормативные ссылки» ссылки на стандарты ASTM актуализированы.

Перевод с английского языка (en).

Степень соответствия – идентичная (IDT).

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 ноября 2012 г. № 889-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31735–2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2014 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта публикуется в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты».

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты»

© Стандартиформ, 2013

В Российской Федерации 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

МАТЕРИАЛЫ БИТУМИНОЗНЫЕ**Определение содержания битума**

Bituminous materials. Determination of bitumen content

Дата введения – 2014–07–01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания битума в битуминозных материалах при его содержании не менее 25 %. Содержание битума можно быстро и точно определить, применяя метод 1, приведенный в разделе 7. Однако некоторые битуминозные материалы, содержащие тонкоизмельченные минеральные вещества, могут засорять фильтр или может оказаться затруднительным задержать минеральный остаток. В таких случаях следует применять метод 2, приведенный в разделе 8.

1.2 Значения, выраженные в единицах СИ, следует считать стандартными. В настоящий стандарт не включены другие единицы измерения.

1.3 Настоящий стандарт не рассматривает всех проблем безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за обеспечение соблюдения техники безопасности, охрану здоровья и определение границ применимости стандарта до начала его применения. Особые меры предосторожности приведены в разделе 4.

2 Нормативные ссылки

2.1 Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные стандарты¹⁾. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения).

ASTM D370–2002 Practice for dehydration of foil-type preservatives
(Руководство по обезвоживанию нефтежных консервантов)

¹⁾Ссылки на стандарты ASTM можно уточнить на сайте ASTM website, www.astm.org или в службе поддержки клиентов ASTMservice@astm.org, а также в информационном томе ежегодного сборника стандартов ASTM (Website standard's Document Summary).

ASTME177–2010PracticeforuseofthetermsprecisionandbiasinASTMtestmethods
(Руководство по применению понятий «прецизионность» и «отклонение» в методах испытания ASTM)

3 Аппаратура, реактивы и материалы

3.1 Фильтровальный тигель, фарфоровый, высокий, вместимостью от 25 до 40 см³ с мелкопористым дном, максимальным размером пор 7 мкм.

Примечание 1—Фильтры Selaskласса 01, размер FC 30 или FC 40, или эквивалентные, имеются у поставщиков лабораторного оборудования.

3.2 Аналитический вспомогательный фильтрующий материал цеолит (CAFA). Высушивают до постоянной массы при 105°С и хранят в плотно закупоренной таре.

Примечание 2 – Используют цеолит 211 или цеолит 505.

3.3 Стаканы Гриффина, низкие, вместимостью 30 см³ и 150 см³.

3.4 Дисульфид углерода химически чистый.

Примечание 3 – Для асфальтовых материалов, содержащих наполнитель, вместо дисульфида углерода можно применять трихлорэтилен. Однако при арбитражных испытаниях должен применяться дисульфид углерода.

3.5 Фильтровальная колба сдержателем для тигля.

3.6 Сушильный шкаф.

3.7 Горелка Бунзена или муфельная печь.

3.8 Вакуумный насос.

3.9 Аналитические весы.

3.10 Эксикатор.

3.11 Чашка для выпаривания.

3.12 Часовые стекла.

4 Меры предосторожности

4.1 Дисульфид углерода является легковоспламеняющейся жидкостью. Пары могут самопроизвольно воспламениться при контакте с горячей поверхностью, например, с нагревательной плитой, сушильным шкафом или радиатором. При использовании данного растворителя фильтрацию проводят в вытяжном шкафу на большом расстоянии от пламени или других источников тепла. До помещения тиглей или других сосудов в сушильный шкаф даже незначительные количества дисульфида углерода должны быть удалены (на что указывает отсутствие запаха). В противном случае может произойти воспламенение паров. Следует избегать прямого контакта с дисульфидом углерода, так как он оказывает сильно раздражающее действие на кожные покровы.

5 Подготовка пробы

5.1 Проба должна быть представительной. Если проба содержит более 2 % воды, ее обезвоживают согласно ASTM D370. Твердый хрупкий материал измельчают до порошкообразного состояния и высушивают при температуре ниже температуры плавления материала.

6 Подготовка тиглей

6.1 Если тигель после тщательной очистки (см. 6.2) использовался менее чем для шести определений, его очищают следующим образом: удаляют слой цеолита, моют тигель дистиллированной водой, высушивают и прокаливают в муфельной печи в течение 1 ч при температуре около 800 °С. Тигель медленно охлаждают, помещая его в сушильный шкаф на 1 ч после извлечения из муфельной печи, для предотвращения растрескивания и в теплом состоянии помещают в эксикатор.

6.2 После использования тигля для проведения шести определений удаляют остаточную золу из пор в зоне фильтрования путем кипячения в разбавленной (1:1) соляной кислоте (добавляют равный объем концентрированной соляной кислоты к дистиллированной воде). Затем тигель кипятят в дистиллированной воде, тщательно промывают обратным потоком дистиллированной воды, сушат и прокаливают согласно 6.1.

7 Метод 1

7.1 Взвешивают около 2 г пробы (проба должна содержать от 0,1 до 0,3 г нерастворимого вещества) в предварительно взвешенном стакане вместимостью 150 см³ и добавляют 100 см³ дисульфида углерода небольшими порциями при постоянном помешивании, до тех пор пока все частички пробы не растворятся и не будут прилипать к стенкам стакана. Накрывают стакан часовым стеклом и оставляют на 15 мин.

7.2 Помещают от 0,45 до 0,55 г сухого САФА в чистый, сухой, фильтровальный тигель. Равномерно распределяют цеолит по дну. Сразу взвешивают и записывают массу тигля с цеолитом.

7.3 Осторожно фильтруют раствор дисульфида углерода через слой САФА (предварительно смоченный дисульфидом углерода) в подготовленный тигель, применяя или не применяя, в зависимости от ситуации, небольшое разрежение (вакуум), удерживая как можно больше осадка в стакане до тех пор, пока раствор не пройдет через слой цеолита. Промывают стакан небольшим количеством дисульфида углерода, перенося весь осадок из стакана на слой цеолита. Не дают слою цеоли-

тавысыхать до тех пор, пока фильтрование полностью не будет завершено. Промывают содержимое тигля с цеолитомдисульфидом углерода до тех пор, пока фильтрат не станет практически бесцветным, затем применяют вакуумный насос для удаления оставшегося дисульфида углерода. Вынимают тигель из держателя, смывают весь битум со дна и помещают тигель на верхнюю полку сушильного шкафа для удаления паров дисульфида углерода. (**Предупреждение**—см.4.1). В сушильном шкафу при температуре $(110 \pm 10)^\circ\text{C}$ стакан выдерживают не менее 20 мин. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

7.4 Если нерастворимое вещество прилипло к стенкам стакана, стакан сушат в сушильном шкафу при температуре 110°C и взвешивают. Массу прилипшего остатка приравнивают (как поправку) к массе нерастворимого остатка в тигле.

7.5 Если требуется определение минерального остатка, прокаливают тигель (7.3), пока он не накалится до бледно-красного цвета. Выдерживают при этой температуре до тех пор, пока не сгорит углерод; затем повышают температуру до появления ярко-красного цвета тигля. После охлаждения к остатку добавляют насыщенный раствор карбоната аммония в количестве, в пять раз превышающем массу нерастворимого остатка, и дают ему разложиться в течение 1 ч при комнатной температуре накрытом стакане; затем сушат в сушильном шкафу при температуре 105°C – 110°C до постоянной массы (см. примечание 4). Вводят поправки, при необходимости, согласно 7.4 или 7.6 к массе минерального остатка в тигле.

Примечание 4 –Если присутствуют водорастворимые соли, нерастворимые в дисульфиде углерода, количество таких солей можно определить в соответствии с методикой, описанной в Протоколе Комитета D04 по материалам для дорожного покрытия, 1937 г²⁾.

7.6 Если есть вероятность того, что какое-то количество минерального вещества могло пройти через фильтр, поправка может быть определена согласно 8.5.

8 Метод 2

8.1 Взвешивают около 2 г пробыв предварительно взвешенном стакане вместимостью 50 см^3 . Добавляют в стакан около 0,5 г, взвешенного с точностью до 0,001 г свежесушенного САФА. Прибавляют около 25 см^3 дисульфида углерода и перемешивают вспомогательный фильтрующий материал в жидкости. Дают отстояться, накрыв часовым стеклом, не менее 1 ч, периодически перемешивая, чтобы полностью растворить пробу.

²⁾ Издания научного общества, ASTM, том 37, часть I, 1937, стр.395.

8.2 Помещают от 0,45 до 0,55 г сухого цеолита САФА в чистый, сухой, фильтровальный тигель. Распределяют цеолит равномерно по дну. Сразу взвешивают и записывают массу тигля с цеолитом.

8.3 Перед началом процесса фильтрации перемешивают цеолит с жидкостью. Смачивают слой цеолита САФА в тигле дисульфидом углерода. Выливают раствор из стакана на слой цеолита, наполняя тигель доверху. Применяют небольшое разрежение (вакуум) в процессе фильтрации жидкости, вливают оставшееся содержимое стакана вместимостью 50 см³ в тигель. Промывают стакан небольшим количеством дисульфида углерода, переносят весь осадок из стакана на слой цеолита. Не дают слою цеолита высохнуть до завершения фильтрации. Промывают содержимое тигля дисульфидом углерода до тех пор, пока фильтрат не станет практически бесцветным, затем применяют сильное разрежение (вакуум), чтобы удалить оставшийся дисульфид углерода. Вынимают тигель из держателя, смывают весь битум со дна и помещают тигель на верхнюю полку сушильного шкафа, пока не испарится весь дисульфид углерода. В сушильном шкафу при температуре $(110 \pm 10)^\circ\text{C}$ тигель выдерживают не менее 20 мин. Охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

8.4 Если нерастворимый остаток прилип к стенкам стакана, стакан сушат в сушильном шкафу при температуре 110°C и взвешивают. Массу прилипшего остатка прибавляют (как поправку) к массе нерастворимого остатка в тигле.

8.5 Прокаливают чашку для выпаривания до бледно-красного цвета, охлаждают в эксикаторе и взвешивают. Выливают фильтрат из фильтровальной колбы в чашку и тщательно промывают колбу дисульфидом углерода, также выливая этот раствор в чашку. Сжигают фильтрат в вытяжном шкафу и прокаливают остаток, пока не останутся черных или раскаленных докрасна пятен. Особую осторожность следует проявлять в ходе прокаливания, чтобы предотвратить выброс легкого минерального остатка из чашки. Охлаждают в эксикаторе и сразу взвешивают. Полученную массу прибавляют (как поправку) к массе нерастворимого остатка в тигле.

8.6 Если требуется определение минерального остатка, нагревают тигель (8.3) с содержимым до бледно-красного цвета. Выдерживают эту температуру до тех пор, пока весь углерод не сгорит; затем повышают температуру до появления ярко-красного цвета тигля. После охлаждения добавляют к остатку насыщенный раствор карбоната аммония в количестве, в пять раз превышающем массу остатка, и дают ему разложиться в течение 1 ч при комнатной температуре в закрытом стакане; затем сушат в сушильном шкафу при температуре $105^\circ\text{C} - 110^\circ\text{C}$ до постоянной массы

ГОСТ 31735–2012

(см. примечание 4). Вводят поправки согласно 8.4 и 8.5 к массе минерального остатка в тигле.

8.7 Массу вспомогательного фильтрующего материала следует вычитать из общей массы нерастворимого остатка, а также из общей массы минерального остатка в тигле, чтобы получить массу нетто.

9 Расчеты

9.1 Рассчитывают содержание битума по формуле

$$\% \text{ битума (\% растворимого в дисульфиде углерода вещества)} = 100 - \left(\frac{A}{B} 100 \right), (1)$$

где A – общая масса нерастворимого материала, г;

B – общая масса используемой обезвоженной пробы, г.

9.1.1 Результат определения содержания битума записывают в протокол испытания с округлением до 0,1 %.

10 Прецизионность

10.1 Оценочные показатели стандартных отклонений (σ_p) и критерии приемлемости результатов (доверительный интервал 95 %) приведены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 – Оценочные показатели стандартных отклонений

	Внутрилабораторная прецизионность ^{A)}		Межлабораторная прецизионность ^{A)}	
	Среднеквадратическое отклонение σ_p ^{B)}	Повторяемость ^{C)}	Среднеквадратическое отклонение σ_p ^{B)}	Воспроизводимость ^{D)}
Смолы жидкие (при использовании дисульфида углерода)	0,11	0,31	0,22	0,61
Смолы полутвердые (при использовании дисульфида углерода)	0,17	0,48	0,83	2,34
			Жидкие смолы	Полутвердые смолы
Материалы			1	1
Число повторений			3	3

Продолжение таблицы 1

	Внутрилабораторная прецизионность ^{A)}		Межлабораторная прецизионность ^{A)}	
	Среднеквадратическое отклонение $\sigma_p^{B)}$	Повторяемость ^{C)}	Среднеквадратическое отклонение $\sigma_p^{B)}$	Воспроизводимость ^{D)}
Растворители			1	1
Лаборатории			8	8
Число степеней свободы:				
Внутрилабораторная прецизионность			14	15
Межлабораторная прецизионность			6	7
Стандартное отклонение S:				
Внутрилабораторная прецизионность			0,103	0,167
Межлабораторная прецизионность			0,208	0,798

^{A)} Определения терминов и рекомендуемое использование показателей приведены в ASTM E177. Оценочные показатели стандартного отклонения основываются на следующем:

^{B)} Приведенные значения стандартных отклонений σ_p' характеризуют оценочное стандартное отклонение процесса измерения при заданных условиях. Данные значения рассчитывают путем умножения стандартных отклонений приемлемых данных на коэффициент $1 + \frac{1}{4(N-1)}$, где N – количество испытаний.

^{C)} Два результата, полученные оператором на одной и той же пробе, следует считать недостоверными, если расхождением между ними превышает установленное стандартное отклонение. Согласно ASTM E177 это предельное отклонение, соответствующие двум среднеквадратическим отклонениям результатов, полученных в одной лаборатории одним оператором на одном оборудовании в течение нескольких дней.

Окончание таблицы 1

	Внутрилабораторная прецизионность ^{A)}		Межлабораторная прецизионность ^{A)}	
	Среднеквадратическое отклонение $\sigma_p'^B$	Повторяемость ^{C)}	Среднеквадратическое отклонение $\sigma_p'^B$	Воспроизводимость ^{D)}
^{D)} Два результата, полученные операторами в разных лабораториях, следует считать недостоверными, если расхождение между ними превышает установленное стандартное отклонение. Согласно ASTM E177, это предельное отклонение, соответствующие двум среднеквадратическим отклонениям результатов, полученных в разных лабораториях разными операторами на разном оборудовании в течение нескольких дней.				

УДК 665.6.033:006.354

МКС 75.140

IDT

Ключевые слова: битуминозные материалы, содержание битума
