

БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГЛУБИНЫ ПРОНИКАНИЯ ИГЛЫ

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ

Метод определения глубины
проникания иглыГОСТ
11501—78Petroleum bitumens. Method for
determination of depth of needle penetrationМКС 75.140
ОКСТУ 0209Дата введения 01.01.80

Настоящий стандарт распространяется на нефтяные битумы и устанавливает метод определения глубины проникания иглы (пенетрации).

Сущность метода заключается в измерении глубины, на которую погружаются иглы пенетromетра в испытуемый образец битума при заданной нагрузке, температуре и времени и выражается в единицах, соответствующих десятым долям миллиметра (0,1 мм).

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

1.1. Пенетрометр с иглой по ГОСТ 1440 или полуавтоматический пенетрометр типа «ИГЛА», или любой другой, основные размеры рабочей части которого (размеры и масса иглы, держателя, плунжера, груза) соответствуют требованиям ГОСТ 1440. Пенетрометр должен быть снабжен дополнительным грузом массой (50,00±0,05), (100,00±0,05) или (150,00±0,05) г.

Чашка металлическая (пенетрационная) цилиндрическая с плоским дном, внутренним диаметром (55±1) мм и внутренней высотой:

(35±2) мм — для битумов с глубиной проникания иглы до 250;

(60±1) мм — для битумов с глубиной проникания иглы более 250.

Баня водяная вместимостью не менее 10 дм³ (для термостатирования), допускаемая погрешность температуры воды в бане не более ± 0,1 °С. В бане должна быть полка с отверстиями на расстоянии не менее 50 мм от дна и не менее 100 мм ниже уровня жидкости. При определении глубины проникания иглы при 0 °С допускается применять баню меньшей вместимости.

Термометр жидкостной стеклянный по ГОСТ 28498 с ценой деления шкалы 0,1 °С, 1 и 2-го классов точности. Допускается применять другие термометры с ценой деления шкалы 0,1 °С, не ниже 2-го класса точности.

Термометр ртутный стеклянный по ГОСТ 400 с диапазоном измерения 0—360 °С, ценой деления 1 °С. Допускается применять другие термометры со шкалой измерения 0—200 °С, 0—360 °С, ценой деления 1 °С.

Чашка кристаллизационная ЧКЦ по ГОСТ 25336 или сосуд металлический плоскодонный вместимостью не менее 0,5 дм³.

Сосуд должен быть снабжен полкой с отверстиями, которая расположена на расстоянии 2—4 мм от дна сосуда. Высота сосуда должна быть не менее чем на 15 мм больше высоты пенетрационной чашки.

Сито с металлической сеткой № 07 по ГОСТ 6613.

Чашка фарфоровая или металлическая.

Палочка стеклянная.

С. 2 ГОСТ 11501—78

Секундомер.

Соль поваренная пищевая по ГОСТ 13830*.

Кислота олеиновая по ГОСТ 7580.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3, 4).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Испытуемый образец битума нагревают до подвижного состояния, при наличии влаги его обезвоживают путем нагрева до температуры на 90 °С выше температуры размягчения, но не выше 180 °С (для дорожных битумов — не выше 160 °С) при осторожном перемешивании, избегая местных перегревов. Время нагревания битума при указанных условиях не должно превышать 30 мин.

Обезвоженный и расплавленный до подвижного состояния битум процеживают через металлическое сито и наливают в две пенетрационные чашки так, чтобы поверхность битума была не более чем на 5 мм ниже верхнего края чашки, и тщательно перемешивают до полного удаления пузырьков воздуха.

2.2. Чашку с битумом охлаждают на воздухе при 18—30 °С, предохраняя образец от пыли. Продолжительность охлаждения 60—90 мин при испытании битума с глубиной проникания иглы до 250 и 90—120 мин — с глубиной проникания иглы более 250.

Затем чашки с битумом помещают в баню для термостатирования при заданной температуре испытания.

Время выдерживания чашек в бане высотой 35 мм — 60—90 мин, а чашек высотой 60 мм — 90—120 мин.

2.1, 2.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2.3. Пенетромтр устанавливают горизонтально по уровню или отвесу, затем проверяют точность показаний пенетромтра. Для этого вынимают иглу, произвольно опускают плунжер пенетромтра. Между плунжером и нижним концом рейки кремальеры вставляют тарировочный стержень высотой (40,00±0,05), (50,00±0,05) и (63,00±0,05) мм, устанавливают стрелку на нуль, вынимают тарировочный стержень и опускают рейку кремальеры до касания с верхним концом плунжера. Показание пенетромтра должно соответствовать высоте тарировочного стержня.

Для пенетромтров, снабженных автоматическим реле времени, необходимо проверить выключение их через (5,0±0,1) с и (60,00±0,15) с.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Температура и условия испытания глубины проникания иглы приведены в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

Температура испытания, °С	Общая масса стержня иглы и дополнительного груза, г	Время опускания иглы, с
0,0 ± 0,1	200,00 ± 0,20	60
4,0 ± 0,1	200,00 ± 0,20	60
25,0 ± 0,1	100,00 ± 0,15	5
50,0 ± 0,1	50,00 ± 0,10	5

П р и м е ч а н и е. Допускается в НТД на битумы устанавливать другие условия проведения испытания.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

3.2. Если в НТД на битумы не предусмотрены условия испытания, то глубину проникания иглы определяют при температуре 25 °С, нагрузке 100 г в течение 5 с.

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51574—2000.

3.3. По истечении заданного времени выдерживания чашку с образцом битума вынимают из бани для термостатирования и помещают в плоскодонный сосуд вместимостью не менее 0,5 дм³, наполненный водой так, чтобы высота жидкости над поверхностью битума была не менее 10 мм, температура воды в сосуде должна соответствовать температуре испытания.

Сосуд устанавливают на столбик пенетрометра и подводят острие иглы к поверхности битума так, чтобы игла слегка касалась ее.

Правильность подведения иглы к поверхности битума проверяют с помощью зеркала при освещении поверхности образца источником направленного холодного света.

Допускается применять другие устройства, обеспечивающие проверку правильности подведения конца острия иглы к поверхности битума.

При разногласиях, возникших в оценке качества битума, правильность подведения иглы к поверхности битума проверяют с помощью зеркала.

Доводят кремальеру до верхней площадки плунжера, несущего иглу, и устанавливают стрелку на нуль или отмечают ее положение, после чего одновременно включают секундомер и нажимают кнопку пенетрометра, давая игле свободно войти в испытуемый образец в течение 5 с, по истечении которых отпускают кнопку. После этого доводят кремальеру вновь до верхней площадки плунжера с иглой и отмечают показание пенетрометра.

Если пенетрометр полуавтоматический, то устанавливают шкалу или стрелку на 0 и приводят в действие механизм, который по истечении 5 с выключается сам.

Определение повторяют не менее трех раз в различных точках на поверхности образца битума, отстоящих от краев чашки и друг от друга не менее чем на 10 мм. После каждого погружения иглу вынимают из гнезда, отмывают ее толуолом, бензином или другим растворителем и насухо вытирают в направлении острия.

Для отдельных марок битумов, если результаты имеют разброс, перед проведением испытания иглы погружают на 5 мин в раствор олеиновой кислоты в толуоле с массовой долей 1 %, затем насухо вытирают.

Если глубина проникания иглы образца выше 200 единиц, применяют не менее трех игл, оставляя каждую в образце до завершения трех определений.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).

3.4. **(Исключен, Изм. № 1).**

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. За результат испытания при 25 °С принимают среднее арифметическое результатов не менее трех определений, расхождение между наибольшим и наименьшим определением не должно превышать значений, указанных в табл. 2.

Если расхождения результатов определений превышают значения, указанные в табл. 2, то испытания повторяют на другом параллельно подготовленном образце. Если разница между тремя значениями вновь превысит значения, указанные в табл. 2, то испытание повторяют.

Результаты испытания округляют до целого числа.

Т а б л и ц а 2

Глубина проникания иглы (пенетрация) при 25 °С, 0,1 мм	Допускаемые расхождения между наибольшим и наименьшим определением, 0,1 мм
До 50	2
Св. 50 » 150	4
» 150 » 250	6
» 250	3 % среднего арифметического значения

Если испытания проводят при другой температуре, то расхождения между полученными результатами могут отличаться от указанных в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).

5. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

Сходимость

Два результата испытания, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения, указанного в табл. 3 и 4.

Воспроизводимость

Два результата испытания, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения, указанного в табл. 3 и 4.

Т а б л и ц а 3

Пенетрация при 25 °С, 0,1 мм	Сходимость, 0,1 мм	Воспроизводимость, 0,1 мм
До 50 Св. 50	1 3 % среднего арифметического	4 8 % среднего арифметического

Т а б л и ц а 4

Пенетрация при 0 °С, 0,1 мм	Сходимость, 0,1 мм	Воспроизводимость, 0,1 мм
До 20 Св. 20	2 10 % среднего арифметического	7 20 среднего арифметического

Раздел 5. (Введен дополнительно, Изм. № 4).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством нефтеперерабатывающей и нефтехимической промышленности СССР
2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного Комитета СССР по стандартам от 06.09.78 № 2457
3. ВЗАМЕН ГОСТ 11501—73
4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 400—80	1.1
ГОСТ 1440—78	1.1
ГОСТ 6613—86	1.1
ГОСТ 7580—91	1.1
ГОСТ 13830—97	1.1
ГОСТ 25336—82	1.1
ГОСТ 28498—90	1.1

5. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 12.02.92 № 141
6. ИЗДАНИЕ (сентябрь 2005 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в мае 1983 г., апреле 1984 г., ноябре 1988 г., феврале 1992 г. (ИУС 8—83, 8—84, 2—89, 5—92)

Переиздание (по состоянию на апрель 2008 г.)