

БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГЛУБИНЫ ПРОНИКАНИЯ ИГЛЫ

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2000

БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ

Метод определения глубины проникания иглы

ГОСТ
11501-78

Petroleum bitumens. Method for determination of depth of needle penetration

МКС 75.140
ОКСТУ 0209

Дата 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 пенетрометра 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 $(50,00 \pm 0,05)$, $(100,00 \pm 0,05)$ или $(150,00 \pm 0,05)$ 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 dm^3 (для термостатирования), допускаемая погрешность температуры воды в бане не более $\pm 0,1$ °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 $0,5 \text{ dm}^3$.

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 терmostатирования 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. Пенетрометр устанавливают горизонтально по уровню или отвесу, затем проверяют точность показаний пенетрометра. Для этого вынимают иглу, произвольно опускают плунжер пенетрометра. 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 пенетрометра должно соответствовать высоте тарировочного стержня.

Для пенетрометров, 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.

Таблица 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 зеркальца 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 зеркальца.

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 входить 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.

Таблица 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.

Таблица 3

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

Таблица 4

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

Редактор *Р.Г. Гонердовская*
Технический редактор *Н.С. Гришакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Подписано в печать 21.05.2008. Формат 60x84¹/₂. Бумага офсетная. Гарнитура Таймс. Печать офсетная. Усл.печ.л. 0,93.
Уч.-изд.л. 0,50. Тираж 49 экз. Зак. 566.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru

Набрано по ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.