



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ДСТУ: _____

Бітум та бітумні в'язучі
ВИЗНАЧЕННЯ ТЕМПЕРАТУРИ СПАЛАХУ ТА ЗАЙМАННЯ
(Проект, перша редакція)

Київ
ДП «УкрНДНЦ»
201_

ПЕРЕДМОВА

- 1 РОЗРОБЛЕНО: Державне підприємство «Державний дорожній науково-дослідний інститут імені М. П. Шульгіна» (ДП «ДерждорНДІ»), Технічний комітет стандартизації «Автомобільні дороги і транспортні споруди» (ТК 307)
- 2 ПРИЙНЯТО ТА НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Державного підприємства «Український науково-дослідний і навчальний центр проблем стандартизації, сертифікації та якості» від «___» _____ 20__ р. № _____ з 201X—XX—XX
- 3 Цей стандарт розроблено згідно з правилами, установленими в національній стандартизації України
- 4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

**Право власності на цей національний стандарт належить державі.
Заборонено повністю чи частково видавати, відтворювати
задля розповсюдження і розповсюджувати як офіційне видання
цей національний стандарт або його частини на будь-яких носіях інформації
без дозволу ДП «УкрНДНЦ» чи уповноваженої ним особи**

ДП «УкрНДНЦ», 201_

ЗМІСТ

	С.
1 Сфера застосування.....	1
2 Нормативні посилання.....	1
3 Терміни та визначення понять.....	2
4 Апаратура та матеріали.....	2
4.1 Апарат для визначення температури спалаху.....	2
4.2 Тигель (відкрита чашка Клівленда).....	3
4.3 Нагрівальна пластина.....	4
4.4 Запалювальний пристрій.....	4
4.5 Термометр.....	5
4.6 Тримач термометра.....	5
4.7 Пристрій для гасіння полум'я.....	5
4.8 Ніж.....	5
4.9 Трьохсторонній екран.....	5
4.10 Вимірювач часу.....	5
4.11 Барометр.....	5
4.12 Розчинник.....	5
4.13 Вода.....	5
5 Відбирання проб і готування зразків до випробування.....	6
6 Підготовка апаратури.....	7
7 Проведення випробування.....	7
8 Опрацювання результатів.....	9
9 Точність методу.....	10
9.1 Збіжність.....	10
9.2 Відтворюваність.....	10
10 Протокол випробування.....	11
11 Вимоги щодо безпеки.....	11
Додаток А (обов'язковий) Технічні характеристики термометра...	13
Додаток Б (довідковий) Бібліографія.....	14

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

Бітум та бітумні в'язучі
ВИЗНАЧЕННЯ ТЕМПЕРАТУРИ СПАЛАХУ ТА ЗАЙМАННЯ

Bitumen and bituminous binders
DETERMINATION OF THE FLASH AND FIRE POINT

Чинний від 201X—XX—XX**1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ**

Цей стандарт установлює метод визначення температури спалаху та займання бітумів та бітумних в'язучих (далі бітумів) за методом Клівленда з використанням приладів типу ТВО (ТВ-2) та АТВО (АТВ-2) (далі апарат для визначення температури спалаху).

Суть методу полягає у нагріванні проби бітуму у відкритому тиглі з заданою швидкістю до тих пір, поки не відбудеться спалах парів (температура спалаху) бітуму над його поверхнею від запалювального пристрою та поки під час подальшого нагрівання не відбудеться займання бітуму (температура займання) з тривалістю горіння не менше ніж 5 с.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті наведено посилання на такі національні стандарти:

ДСТУ 4297:2004 Пожежна техніка. Технічне обслуговування вогнегасників. Загальні технічні вимоги

ДСТУ 4488:2005 Нафта і нафтопродукти. Методи відбирання проб

ДСТУ ISO 3696:2003 Вода для застосовування в лабораторіях.
Вимоги та методи перевіряння (ISO 3696:1987, IDT)

ДСТУ ISO 6309:2007 Протипожежний захист. Знаки безпеки. Форма та колір (ISO 6309:1987, IDT)

ГОСТ 12.1.018-93 Система стандартів безпеки труда.
Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие
требования

Примітка. Чинність стандартів, на які є посилання в цьому стандарті, перевіряють згідно з офіційними виданнями національного органу стандартизації – каталогом національних нормативних документів і щомісячними інформаційними покажчиками національних стандартів.

Якщо стандарт, на який є посилання, замінено новим або до нього внесено зміни, треба застосовувати новий стандарт, охоплюючи всі внесені зміни до нього.

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

У цьому стандарті використано терміни та визначення понять, наведені в EN 12597 [11] — бітум, бітумне в'язуче.

Нижче подано терміни, додатково вжиті в цьому стандарті, та визначення позначеного ними поняття.

3.1 температура спалаху (*flash point*)

Мінімальна температура за якої пари бітуму, який нагрівають в певних умовах, утворюють з навколишнім повітрям суміш, що спалахує при піднесенні до неї відкритого полум'я

3.2 температура займання (*fire point*)

Мінімальна температура за якої пари бітуму, який нагрівають в певних умовах, утворюють з навколишнім повітрям суміш, що займається при піднесенні до неї відкритого полум'я.

4 АПАРАТУРА ТА МАТЕРІАЛИ

Нижче наведені апаратура і матеріали, які використовують під час проведення випробування.

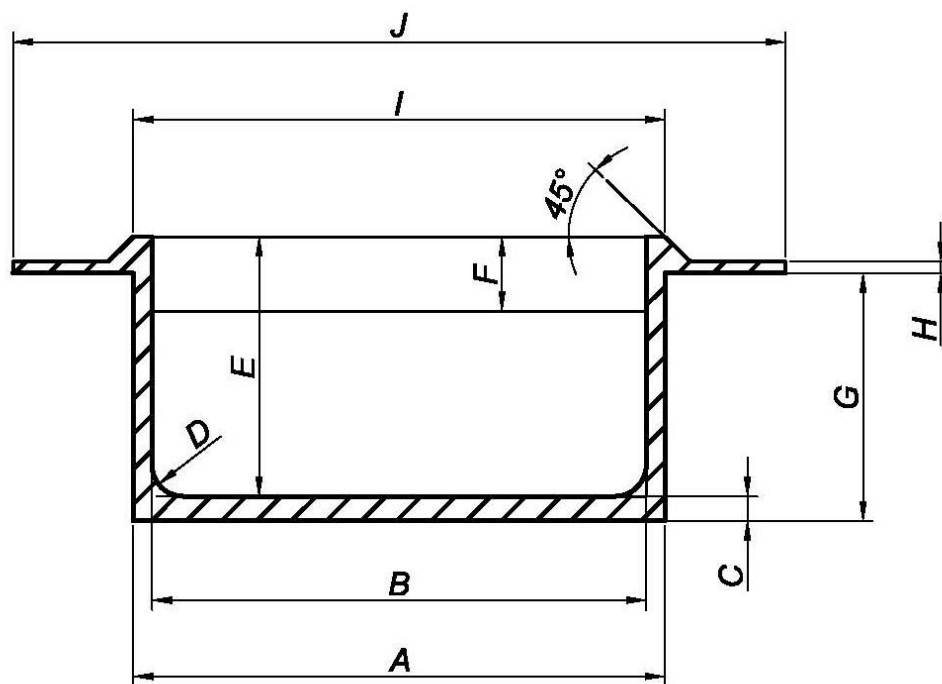
4.1 Апарат для визначення температури спалаху

Необхідно використовувати апарат для визначення температури спалаху згідно з специфікаціями виробника. Апарат для визначення

температури спалаху використовують за умови його атестації згідно з ПМА 858-36 [12].

4.2 Тигель (відкрита чашка Клівленда)

Тигель має бути виготовлений з латуні або іншого нержавіючого металу з еквівалентною теплопровідністю, та мати розміри згідно з рисунком 1. Тигель може бути обладнаний ручкою.



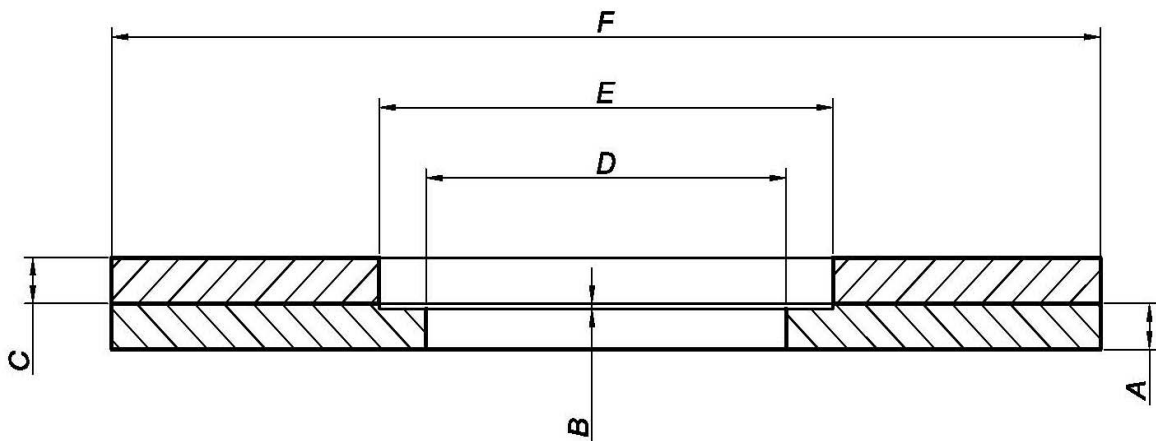
Умовні позначки:

Позначення	Розмір, мм
<i>A</i> (діаметр)	від 67,5 до 69,0
<i>B</i> (діаметр)	від 63,0 до 64,0
<i>C</i>	від 2,8 до 3,5
<i>D</i> (радіус)	4,0
<i>E</i>	від 32,5 до 34,0
<i>F</i>	від 9,0 до 10,0
<i>G</i>	від 31,0 до 32,5
<i>H</i>	від 2,8 до 3,5
<i>I</i> (діаметр)	від 67,0 до 70,0
<i>J</i> (діаметр)	від 97,0 до 100,0

Рисунок 1 – Тигель

4.3 Нагрівальна пластина

Нагрівальна пластина повинна мати достатні розміри для розміщення на ній тигля, та має бути вироблена з матеріалів, що забезпечують нагрівання тільки дна тигля. Приклад нагрівальної пластини наведено на рисунку 2.



Умовні позначки:

Позначення	Розмір, мм
A	від 6,0 до 7,0
B	від 0,5 до 1,0
C	від 6,0 до 7,0
D (діаметр)	від 55,0 до 56,0
E (діаметр)	від 69,5 до 70,5
F (діаметр)	від 146,0 до 159,0

Рисунок 2 – Нагрівальна пластина

4.4 Запалювальний пристрій

Дозволяється використовувати запалювальний пристрій різних типів. Кінець запалювального пристрою повинен мати діаметр $(1,6 \pm 0,05)$ мм, діаметр отвору повинен становити $(0,8 \pm 0,05)$ мм. Запалювальний пристрій установлюють таким чином, щоб забезпечити переміщення полум'я в обох напрямках за заданою траєкторією. Радіус траєкторії повинен бути не менше ніж 150 мм, а центр полум'я повинен переміщатися на відстані не більшій ніж 2 мм від краю тигля.

Рекомендується встановлювати шаблон у вигляді кульки діаметром від 3,2 мм до 4,8 мм для можливості порівняння з ним розміру полум'я.

4.5 Термометр

Необхідно використовувати термометр часткового занурення згідно з додатком А.

4.6 Тримач термометра

Тримач термометра повинен фіксувати термометр в заданому положенні під час випробування та забезпечувати його легке видалення з тигля після завершення випробування.

4.7 Пристрій для гасіння полум'я

Пристрій для гасіння полум'я має бути виготовлений з латуні або іншого нержавіючого металу. Приклад пристрою для гасіння полум'я наведено на рисунку 3.

4.8 Ніж

Необхідно використовувати ніж з прямим лезом довжиною не менше ніж 40 мм.

4.9 Трьохсторонній екран

Трьохсторонній екран має бути виготовлений з листової покрівельної сталі, мати секції шириною (46 ± 1) мм і висотою (60 ± 5) см. З внутрішньої сторони трьохсторонній екран має бути окрашений чорною фарбою.

4.10 Вимірювач часу

Необхідно використовувати вимірювач часу з діапазоном вимірювання від 0 с до 60 с та точністю не менше ніж 0,1 с.

4.11 Барометр

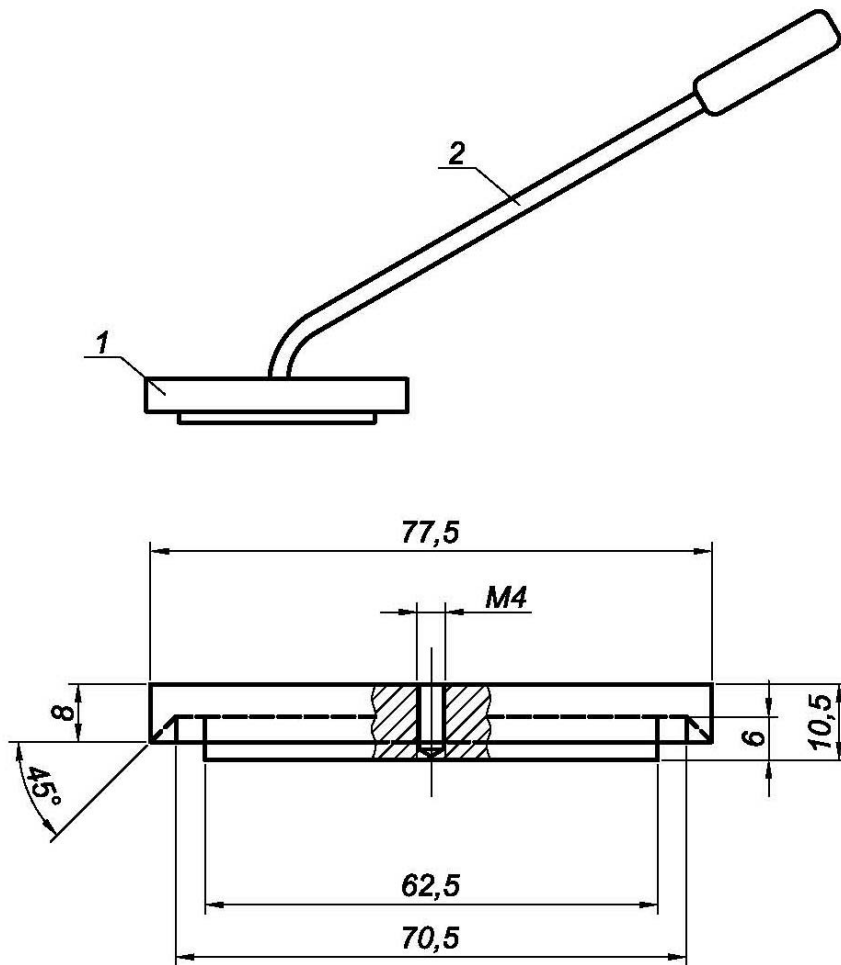
Необхідно використовувати барометр ртутний або барометр-анероїд з похибкою вимірювання не більше ніж 0,1 кПа.

4.12 Розчинник

Як розчинник необхідно використовувати ацетон або толуол.

4.13 Вода

Необхідно використовувати воду згідно з ДСТУ ISO 3696.



Умовні позначки: 1 — кришка з металу або іншого вогнестійкого матеріалу; 2 — ручка.

Рисунок 3 – Приклад пристрою для гасіння полум'я

5 ВІДБИРАННЯ ПРОБ І ГОТУВАННЯ ЗРАЗКІВ ДО ВИПРОБУВАННЯ

Відбирання проби бітуму необхідно виконувати згідно з ДСТУ 4488 або згідно з EN 58 [9], дотримуючи усіх запобіжних заходів, необхідних для забезпечення безпеки. Проба бітумного в'язучого має бути однорідною і незабрудненою. Згідно з EN 12594 [10] із проби відбирають не менше ніж 200 г бітуму, використовуючи за необхідності підігрітий ніж, і поміщають його у відповідну ємність. При цьому, необхідно стежити за тим, щоб досліджуваний зразок бітуму був репрезентативною частиною лабораторної проби, з якої його відібрали.

6 ПІДГОТОВКА АПАРАТУРИ

6.1 Апарат для визначення температури спалаху встановлюють на рівній стійкій поверхні та огорожують трьохстороннім екраном. Для забезпечення можливості фіксації температури спалаху, верхню частину апарату захищають будь-якими засобами від впливу яркого світла.

6.2 Тигель, який використовують під час проведення випробування, повинен бути чистим та сухим. В разі необхідності тигель промивають розчинником або водою та висушують над відкритим полум'ям або гарячою електроплитою. Перед використанням тигель має бути охолоджений до температури, що не менше ніж на $56\text{ }^{\circ}\text{C}$ нижче очікуваної температури спалаху.

6.3 Тигель кладуть на нагрівальну плиту та розміщують в ньому термометр строго у вертикальному положенні таким чином, щоб нижній кінець термометра знаходився на відстані $(6,4 \pm 0,1)$ мм від дна тигля і на однаковій відстані від центра та стінки тигля, по діаметру, перпендикулярному дузі (або лінії) траєкторії руху полум'я, на стороні, протилежній запалювальному пристрою.

7 ПРОВЕДЕННЯ ВИПРОБУВАННЯ

7.1 Бітум підігрівають до необхідної температури, тобто до температури, яка перевищує передбачувану температуру розм'якшеності не більше ніж на $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ та є нижчою очікуваної температури спалаху не менше ніж на $56\text{ }^{\circ}\text{C}$, і рівномірно заповнюють ним тигель до відмітки наповнення, запобігаючи утворенню повітряних бульбашок. Після чого, бітум охолоджують впродовж (60 ± 5) хв.

Для бітумів, модифікованих полімерами, слід дотримуватися процедури, визначеної постачальником. Якщо постачальник не надав інших вказівок щодо бітумів, модифікованих полімерами, то температура

прДСТУ

має бути в межах від 160 °C до 200 °C та нижчою очікуваної температури спалаху не менше ніж на 56 °C.

7.2 У разі заповнення тигля вище відмітки наповнення, зайвий бітум видаляють скляною паличкою або шпателем. Необхідно уникати потрапляння бітуму на стінки тигля. Якщо бітум потрапив на стінки тигля, то його очищують від бітуму, промивають розчинником, осушують та повторно заповнюють бітумом.

7.3 Реєструють барометричний тиск безпосередньо біля приладу.

7.4 Запалюють полум'я та регулюють таким чином, щоб його діаметр становив від 3,2 мм до 4,8 мм. Полум'я порівнюють з кулькою-шаблоном (за її наявності).

7.5 Впродовж всього випробування бітум нагрівають зі швидкістю $(5,5 \pm 0,5)$ °C/хв.

7.6 Починаючи з температури, що не менше ніж на (23 ± 5) °C нижче очікуваної температури спалаху, при кожному підвищенні температури бітуму на 2 °C, плавним, безперервним рухом впродовж приблизно 1 с проводять полум'ям по прямій лінії або дузі радіусом не менше ніж 150 мм в одному напрямку через центр тигля перпендикулярно діаметру, який проходить через термометр. Центр полум'я необхідно переміщувати в горизонтальній площині на відстані не більше ніж 2 мм від краю тигля. В подальшому запалювальний пристрій переміщують у зворотному напрямку.

Примітка. У разі утворення на поверхні бітуму «плівки окиснення», перед використанням запалювального пристрою її необхідно шпателем змити до однієї з сторін тигля.

7.7 За температуру спалаху приймають температуру, за якої проведення полум'я призводить до спалаху парів бітуму та поширення полум'я по його поверхні. За температуру спалаху не варто приймати блакитний вінець навколо полум'я запалювального пристрою.

7.8 Якщо визначена температура спалаху менше ніж на 18 °C відрізняється від температури за якої вперше проводили полум'я, то

результат визнають не дійсним. Випробування повторюють з використанням нового зразка бітуму, регулюючи температуру першого застосування запалювального пристрою до отримання результату, за якого температура спалаху буде вище температури першого проведення полум'я не менше ніж на 18 °С.

7.9 Для визначення температури займання, нагрівання бітуму продовжують з тією ж швидкістю. Полум'я проводять через кожні 2 °С до займання парів бітуму та стійкого горіння впродовж не менше ніж 5 с. Температуру, за якої проведення полум'я призводить до займання парів бітуму та стійкого горіння впродовж не менше ніж 5 с, приймають за температуру займання.

7.10 Якщо полум'я горить більше ніж 5 с, то його гасять з використанням пристрою для гасіння полум'я.

7.11 У випадку випробування бітуму очікувана температура спалаху якого є невідомою, перше проведення полум'я виконують за температури наповнення бітумом тигля та повторюють через кожні 2 °С згідно з 7.6. В даному випадку отримане значення температури спалаху є орієнтовним і в подальшому може бути використане під час випробування нового зразка бітуму як очікувана температура спалаху.

8 ОПРАЦЮВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

Якщо під час випробування барометричний тиск відрізняється від нормального атмосферного тиску (101,3 кПа або 760 мм рт. ст.), то виконують коригування температури спалаху або температури займання за формулою:

$$T_c = T_0 + 0,25 \times (101,3 - p), \quad (1)$$

де T_c — скоригована температура спалаху або температура займання;

прДСТУ

T_0 — визначена температура спалаху або температура займання;

p — барометричний тиск під час проведення випробування.

За результат приймають середньоарифметичне двох отриманих значень температури спалаху або температури займання, °C, округлене до цілого числа.

9 ТОЧНІСТЬ МЕТОДУ

9.1 Збіжність

Результати випробування, отримані одним і тим же оператором під час роботи на одному і тому ж обладнанні, за однакових умов, на ідентичному досліджуваному в'язучому, з тієї ж проби, впродовж тривалого проміжку часу, в разі правильного виконання методу, тільки в одному випадку з двадцяти може перевищити значення зазначені в таблиці 1.

9.2 Відтворюваність

Два незалежні результати визначення, отримані різними операторами, в різних лабораторіях, на ідентичному досліджуваному в'язучому, з тієї ж проби, впродовж тривалого проміжку часу, в разі правильного виконання методу, вважають достовірними, тільки в одному випадку з двадцяти може перевищити значення зазначені в таблиці 1.

Таблиця 1 - Точність

Найменування показника	Збіжність, r	Відтворюваність, R
Температура спалаху	5 °C	16 °C
Температура займання	8 °C	14 °C
Примітка 1. Ці дані точності прийняті на основі даних точності згідно з ГОСТ 4333 [8]. Примітка 2. У разі потреби ці дані точності можуть бути уточнені в період до виконання перегляду цього стандарту.		

10 ПРОТОКОЛ ВИПРОБУВАННЯ

Протокол випробування повинен щонайменше містити наступну інформацію:

- а) тип досліджуваного бітуму та інформацію для його повної ідентифікації;
- б) посилання на цей стандарт;
- в) результат випробування;
- г) будь-яке узгоджене відхилення від установленого методу тощо;
- д) дату проведення випробування.

11 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

11.1 Бітуми є помірно небезпечними речовинами, мають слабку кумулятивну дію.

11.2 Під час нагрівання бітумів до температури вище ніж 180 °С у складі летких виділень присутні насичені та ненасичені вуглеводні, ароматичні вуглеводні, етилакрилат, етанол, алкілбензол та аліфатичні аміни.

11.3 Концентрація шкідливих та небезпечних речовин у повітрі робочої зони не повинна перевищувати гранично допустиму концентрацію для аліфатичних амінів — 1,0 мг/м³, вуглеводнів аліфатичних насичених C₁-C₁₀ (у перерахунку на карбон) — 300 мг/м³, парів толуолу — 50 мг/м³, парів ксилолу — 50 мг/м³, парів фенолу — 0,3 мг/м³, парів бензолу — 15/5 мг/м³ (максимальна/середньозмінна) та етилакрилату — 5,0 мг/м³.

11.4 Бітуми — горюча речовина. Температура займання бітумів становить від 300 °С до 351 °С.

11.5 Приміщення, в яких виконують випробування, за пожежною безпекою повинні відповідати вимогам НАПБ А.01.001 [2] та СНиП 2.09.02 [7] та повинні бути обладнані автоматичними установками пожежогасіння і пожежної сигналізації відповідно до ДБН В.2.5-56 [6].

прДСТУ

11.6 На обладнанні, яке являє небезпеку займання, згідно з НАПБ А.01.001 [2] вивішують знаки, що забороняють застосування відкритого вогню, а також знаки, які попереджують про наявність пожежонебезпечних речовин згідно з ДСТУ ISO 6309.

11.7 Обладнання у лабораторних приміщеннях повинно бути заземлене та захищене від статичної електрики згідно з вимогами ГОСТ 12.1.018 та НАПБ А.01.001 [2].

11.8 До роботи з бітумами та їх складовими допускають осіб за умови проходження попередніх і періодичних медичних оглядів згідно з [1].

11.9 При попаданні на шкіру гарячого бітуму, який може викликати опіки, його треба швидко охолодити, розчинити нафтовими олівами або провареною соняшниковою олією та обережно зняти бинтом або ватою. При попаданні в очі — бітум треба швидко охолодити і терміново звернутися до медичного закладу за відповідною допомогою.

11.10 Приміщення, в яких виконують випробування, забезпечують первинними засобами пожежогасіння згідно з НАПБ А.01.001 [2] і НАПБ В.01.048 [3]. Експлуатацію вогнегасників здійснюють із дотриманням вимог НАПБ А.01.001 [2], а їх технічне обслуговування повинно відповідати вимогам ДСТУ 4297.

11.11 Ефективна сумарна питома активність природних радіонуклідів в бітумах згідно з вимогами ДГН 6.6.1-6.5.001 [5] не повинна перевищувати $740 \text{ Бк} \cdot \text{кг}^{-1}$. Контроль ефективної сумарної питомої активності природних радіонуклідів здійснюють згідно з «Основними санітарними правилами забезпечення радіаційної безпеки України» [4].

Додаток А
(обов'язковий)

ТЕХНІЧНІ ХАРАКТЕРИСТИКИ ТЕРМОМЕТРА

Таблиця А.1 — Технічні характеристики термометра

Температурний діапазон	від мінус 6 до 400
Занурення	25 мм
Позначки шкали: — мала поділлка — довгі штрихи через кожні — числові позначки через кожні	2 °C 10 °C 20 °C
Похибка шкали, не більше	2 °C до 260 °C, включно 4 °C вище ніж 260 °C
Розширювальна камера дозволяє проводити нагрівання до	400 °C
Загальна довжина	від 305 мм до 315 мм
Зовнішній діаметр капілярної трубки	» 6,0 мм » 8,0 мм
Довжина резервуару	» 4,5 мм » 6,0 мм
Зовнішній діаметр резервуару	не більше ніж капілярної трубки
Розташування шкали: — відстань від нижньої частини резервуару до позначки 0 °C — довжина шкали вимірювання	від 45 мм до 55 мм » 210 мм » 240 мм

Додаток Б
(довідковий)
БІБЛІОГРАФІЯ

1 Наказ МОЗ України від 21.05.2007 № 246 про затвердження «Порядку проведення медичних оглядів працівників певних категорій», зареєстрований в Міністерстві юстиції України 23.07.2007 за № 846/14113

2 НАПБ А.01.001-2014 Правила пожежної безпеки в Україні, затверджені наказом Міністерства внутрішніх справ України від 30.12.2014 № 1417, зареєстрованим в Міністерстві юстиції України 05.03.2015 за № 252/26697

3 НАПБ В.01.048-95/510 Правила пожежної безпеки для підприємств і організацій дорожнього господарства, затверджені наказом Міністерства транспорту України від 20.12.1995

4 Державні санітарні правила «Основні санітарні правила забезпечення радіаційної безпеки України», затверджені наказом Міністерства охорони здоров'я України від 02.02.2005 № 54, зареєстрованим в Міністерстві юстиції України 20.05.2005 за № 552/10832

5 ДГН 6.6.1-6.5.001-98 Державні гігієнічні нормативи «Норми радіаційної безпеки України (НРБУ-97)», затверджені наказом Міністерства охорони здоров'я України від 14.07.97 № 208

6 ДБН В.2.5-56:2014 Системи протипожежного захисту, затверджені наказом Міністерства регіонального розвитку, будівництва та житлово-комунального господарства України від 13.11.2014 р. № 312

7 СНиП 2.09.02-85 Производственные здания, затверджені постановою Центрального науково-дослідного і проектно-експериментального інституту промислових будівель і споруд від 30.12.1985 № 287

8 ГОСТ 4333-74 Нефтепродукты. Методы определения температур вспышки и воспламенения в открытом тигле

9 EN 58:2012 Bitumen and bituminous binders — Sampling bituminous binders

10 EN 12594:2014 Bitumen and bituminous binders — Preparation of test samples

11 EN 12597:2014 Bitumen and bituminous binders — Terminology

12 ПМА 858-36-09 Апарати для визначення температури спалаху нафтопродуктів. Програма і методика атестації

Код УКНД: 91.100.50; 93.080.20

Ключові слова: бітум, бітумне в'язуче, дорожньо-будівельні матеріали, сполучальні речовини, температура займання, температура спалаху.
