



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

**ДСТУ EN 12606-2:201_
(EN 12606-2:1999, IDT)**

**Бітум та бітумні в'язучі
ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ПАРАФІНОВИХ ВОСКІВ
Частина 2. Метод екстракції
(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 Національний стандарт відповідає EN 12606-2:1999 «Bitumen and bituminous binders - Determination of the paraffin wax content - Part 2: Method by extraction» (Бітум та бітумні в'язучі. Визначення вмісту парафінових восків. Частина 2. Метод екстракції) і внесений з дозволу CEN. Усі права щодо використання європейських стандартів у будь-якій формі й будь-яким способом залишаються за CEN

Метод прийняття — перевидання (переклад)

Ступінь відповідності — ідентичний (IDT)

Переклад з англійської (en)
- 4 Цей стандарт розроблено згідно з правилами, установленими в національній стандартизації України
- 5 НА ЗАМІНУ ГОСТ 17789-72

**Право власності на цей національний стандарт належить державі.
Заборонено повністю чи частково видавати, відтворювати
здля 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.
Національний вступ.....	IV
1 Сфера застосування.....	1
2 Нормативні посилання.....	1
3 Терміни та визначення понять.....	2
4 Суть методу.....	3
5 Реактиви та матеріали.....	3
6 Апаратура та обладнання.....	4
6.1 Колба Ерленмеєра.....	4
6.2 Фільтрувальний тигль.....	4
6.3 Вакуумна колба.....	4
6.4 Відокремлювальна воронка.....	4
6.5 Кристалізатор.....	4
6.6 Ваги.....	4
6.7 Ізольована посудина.....	4
6.8 Водяна баня.....	4
6.9 Термокамера.....	4
6.10 Термометри.....	4
7 Відбирання проб та підготовка зразків до випробування.....	5
8 Проведення випробування.....	5
9 Обчислення.....	7
10 Вираження результатів.....	8
11 Точність.....	8
11.1 Збіжність.....	8
11.2 Відтворюваність.....	8
12 Протокол випробування.....	9
Додаток НА (довідковий) Перелік національних стандартів України, ідентичних і/або модифікованих з міжнародними стандартами, посилання на які є в цьому стандарті.....	10

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей національний стандарт ДСТУ EN 12606-2:201_ (EN 12606-2:1999, IDT) «Бітум та бітумні в'язучі. Визначення вмісту парафінових восків. Частина 2. Метод екстракції», прийнятий методом перевидання (перекладу), — ідентичний щодо EN 12606-2:1999 (версія en) «Bitumen and bituminous binders — Determination of the paraffin wax content — Part 2: Method by extraction».

Технічний комітет стандартизації, відповідальний за цей стандарт в Україні, — ТК 38 «Стандартизація продуктів нафтопереробки і нафтохімії».

Цей стандарт розроблено відповідно до чинного законодавства України.

Цей стандарт розроблено на заміну ГОСТ 17789-72 «Битумы нефтяные. Метод определения содержания парафина», який технічно застарів і не відповідає сучасним міжнародним вимогам.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

— слова «цей європейський стандарт» замінено на «цей стандарт»;

— вилучено «Передмову» до EN 12606-2:1999 як таку, що безпосередньо не стосується технічного змісту цього стандарту;

— структурні елементи стандарту: «Титульний аркуш», «Передмову», «Зміст», «Національний вступ», першу сторінку, «Терміни та визначення понять» та «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації України;

— у розділі 2 «Нормативні посилання» наведено «Національне пояснення», виділене рамкою;

— у таблиці 1, розділу 11 надано назву першого стовпчика;

— долучено національний додаток НА (Перелік національних стандартів України, ідентичних і/або модифікованих з міжнародними стандартами, посилання на які є в цьому стандарті).

Позначки одиниць фізичних величин відповідають комплексу стандартів ДСТУ ISO 80000.

Копії нормативних документів, на які є посилання в цьому стандарті, можна отримати в Національному фонді нормативних документів.

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

Бітум та бітумні в'язучі
ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ПАРАФІНОВИХ ВОСКІВ
Частина 2. Метод екстракції
Bitumen and bituminous binders
DETERMINATION OF THE PARAFFIN WAX CONTENT
Part 2. Method by extraction

Чинний від 201X—XX—XX

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює метод визначення вмісту парафінових восків у бітумі та бітумних в'язучих за методом AFNOR.

Попередження. Під час проведення випробування за цим стандартом, можливе використання небезпечних речовин, операцій та обладнання. Цей стандарт не передбачає розгляду всіх небезпечних ситуацій, пов'язаних з його застосуванням. Відповідальність за їх виявлення і встановлення заходів щодо забезпечення техніки безпеки та охорони здоров'я, а також визначення обмежень щодо застосування цього стандарту несе його користувач.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті зазначено положення з інших стандартів через датовані й недатовані посилання. Ці нормативні посилання наведено у відповідних місцях тексту, а перелік нормативних документів подано нижче. У разі датованих посилань пізніші зміни до

прДСТУ EN 12606-2:201_

будь-якого з цих видань або перегляд їх стосуються цього стандарту тільки тоді, коли їх уведено внаслідок змін чи перегляду. У разі недатованих посилань потрібно користуватись останнім виданням наведених нормативних документів.

EN 58 Bitumen and bituminous binders — Sampling bituminous binders

EN 12594 Bitumen and bituminous binders — Preparation of test samples

EN ISO 3696, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (ISO 3696:1987)

ISO 4793 Laboratory sintered (fritted) filters — Porosity grading, classification and designation

ISO 5272 Toluene for industrial use — Specifications

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

EN 58 Бітум та бітумні в'язучі — Відбирання проб бітумних в'язучих

EN 12594 Бітум та бітумні в'язучі — Підготовка проб для випробування

EN ISO 3696 Вода для застосування в лабораторіях — Вимоги та методи перевіряння (ISO 3696:1987)

ISO 4793 Фільтри лабораторні спечені (пористі) — Клас пористості, класифікація і позначення

ISO 5272 Толуол для промислового використання — Технічні вимоги

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

Нижче подано термін, вжитий у цьому стандарті, та визначення позначеного ним поняття.

3.1 парафіновий віск (*paraffin wax*)

Вуглеводні, отримані зазначеним способом, що кристалізуються в суміші з 50 % етанолу та етеру (за об'ємом) за температури до мінус 20 °С та мають діапазон плавлення вище ніж 25 °С.

4 СУТЬ МЕТОДУ

Вміст парафінового воску у бітумі, визначають після екстракції асфальтенів нафтовим спиртом та екстракції більшості ароматичних компонентів олеумом. Екстрагований зразок розчиняють у суміші етанолу та етеру об'ємом достатнім для всіх масляних компонентів та утворення залишку, у розчині, що охолоджують для кристалізації парафінового воску. Розчин охолоджують до мінус (20 ± 0,5) °С, після чого кристалізований парафіновий віск відфільтровують і збирають у фільтруючому тиглі, охолодженому до мінус (20 ± 0,5) °С. Кристали парафінових восків повторно розчиняють у теплому толуолі, який в подальшому випаровують, а залишок парафінових восків зважують.

5 РЕАКТИВИ ТА МАТЕРІАЛИ

Використовують тільки реактиви визнаних аналітичних марок та воду класу 3 згідно з EN ISO 3696.

5.1 Толуол відповідно до ISO 5272.

5.2 Сірчана кислота концентрацією 96 % (густина за температури 20 °С становить 1835 кг/м³).

5.3 Олеум, з вмістом SO₃ у H₂SO₄ — 60 % за об'ємом.

5.4 Етанол, 99 % за об'ємом.

5.5 Етоксиетан (діетиловий етер), безводний.

5.6 Гідроксид натрію, гранули.

5.7 Фенолфталеїн, 1 % розчин фенолфталеїну в 99 % етанолі;

5.8 Нафтовий спирт густиною близько 645 кг/м^3 за температури $15 \text{ }^\circ\text{C}$ і діапазоном дистиляції від $30 \text{ }^\circ\text{C}$ до $75 \text{ }^\circ\text{C}$.

Примітка. Придатним є продукт під назвою петролейний етер.

6 АПАРАТУРА ТА ОБЛАДНАННЯ

Нижче наведені апаратура і обладнання, які зазвичай використовують для лабораторних випробувань.

6.1 Колба Ерленмеєра, об'ємом 150 см^3 , з пробкою.

6.2 Фільтрувальний тигель з обпаленою скляною пластиною, що має пористість P16 (див. ISO 4793).

6.3 Вакуумна колба, об'ємом 500 см^3 , з насосною системою.

6.4 Розділююча лійка, об'ємом 500 см^3 .

6.5 Кристалізатор (діаметром близько 50 мм).

6.6 Ваги з точністю до 2 мг та зчитуванням до $0,1 \text{ мг}$.

6.7 Ізольована посудина, що містить охолоджуючу рідину, з відповідним пристроєм що підтримує температуру мінус $20 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$.

6.8 Водяна баня для випаровування розчинів з регулюванням температури від $30 \text{ }^\circ\text{C}$ до $40 \text{ }^\circ\text{C}$.

6.9 Термокамера, що забезпечує температуру від до $100 \text{ }^\circ\text{C}$ до $110 \text{ }^\circ\text{C}$.

6.10 Термометри, відображені в цьому стандарті як:

6.10.1 Термометр для зразків — суцільний стрижневий термометр з діапазоном вимірювання від мінус $38 \text{ }^\circ\text{C}$ до $50 \text{ }^\circ\text{C}$ і з позначками через кожні $1 \text{ }^\circ\text{C}$, загальною довжиною $(360 \pm 5) \text{ мм}$, зануренням $(180 \pm 5) \text{ мм}$, зовнішнім діаметром стрижня $(10 \pm 0,5) \text{ мм}$.

6.10.2 Термометр для бані — суцільний стрижневий термометр з діапазоном вимірювання від мінус $30 \text{ }^\circ\text{C}$ до $50 \text{ }^\circ\text{C}$, з позначками через

кожні 0,5 °С, загальною довжиною (220 ± 5) мм, зануренням (50 ± 5) мм, зовнішнім діаметром стрижня (8 ± 0,5) мм.

Замість ртутних стрижневих термометрів можна використовувати інші вимірювачі температури. Однак, ртутний стрижневий термометр є еталонним пристроєм. Тому, під час використання будь-якого альтернативного пристрою, його потрібно відкалібрувати, для забезпечення тих самих показників, які були б отримані під час використання ртутного стрижневого термометра, з врахуванням зміни характеристик теплопередачі в порівнянні з ртутним термометром.

Примітка. Під час вимірювання та контролю номінально постійних температур (для даного методу випробувань) альтернативні пристрої, в порівнянні з ртутними термометрами, можуть вказувати на більш високі циклічні відхилення, що залежать від нагрівального циклу та потужності контрольованого теплового входу.

7 ВІДБИРАННЯ ПРОБ ТА ПІДГОТОВКА ЗРАЗКІВ ДО ВИПРОБУВАННЯ

Лабораторні проби відбирають відповідно до EN 58. Будь-які національні вимоги щодо відбирання проб повинні бути детально викладені або вказані в національному додатку до цього стандарту. Підготування зразка виконують відповідно до EN 12594.

8 ПРОВЕДЕННЯ ВИПРОБУВАННЯ

У кожну висушену та попередньо зважену з пробкою колбу Ерленмеєра (6.1) поміщають приблизно 1 г проби бітуму, зваженого на вагах (6.6) з точністю не більше ніж 1 мг, для отримання маси m_1 і m'_1 для двох зразків відповідно.

До кожного зразка бітуму додають (70 ± 2) см³ нафтового спирту (5.8) та перемішують до повного розчинення.

Закупорені колби розміщують у похилому положенні в темному місці та залишають на 48 год.

За допомогою тигля (6.2) суміш відфільтровують під вакуумом, та промивають осад (що містить асфальтени) нафтовим спиртом до отримання практично безбарвного фільтрату об'ємом (70 ± 2) см³.

Розчин нафтового спирту (що містить мальтени та парафін) наливають у розділюючу лійку (6.4).

Додають (30 ± 2) см³ кислотної суміші, що складається з 2/3 сірчаної кислоти (5.2) та 1/3 олеуму (5.3).

Повільно струшують для запобігання швидкої реакції та утворення стійкої емульсії, після чого струшують інтенсивно, намагаючись утримувати лійку під кутом, для можливості відкриття крану з метою випуску парів нафтового спирту, що утворюються в результаті екзотермічної реакції.

Після осідання впродовж (12 ± 4) год зливають кислотний шар. Додають (30 ± 2) см³ сірчаної кислоти (5.2), струшують, як вказано вище, і знову зливають через (4 ± 2) год. Якщо кислотний шар забарвлений, то повторюють обробку сірчаною кислотою.

Розчин з розділюючої лійки спочатку промивають водою, потім спиртовим розчином 5 % гідроксиду натрію ((50 ± 2) см³ води, (50 ± 2) см³ етанолу (5.4) та $(5 \pm 0,1)$ г гідроксиду натрію (5.6)) та знову водою, до тих пір доки не припиниться лужна реакція шару води на індикатор фенолфталеїну (5.7).

Розчин виливають у колбу Ерленмеєра та випаровують нафтовий спирт (5.8).

Залишок розчиняють у (50 ± 2) см³ етоксиетану (5.5), після чого додають (50 ± 2) см³ етанолу (5.4).

Залишають впродовж 1 год за температури мінус $(20 \pm 0,5)$ °С в ізолюваній посудині (6.7).

Одночасно охолоджують колбу Ерленмеєра, що містить (60 ± 2) см³ суміші етанолу та етоксietану (в рівних кількостях).

Використовуючи фільтрувальний тигель, охолоджений до мінус $(20 \pm 0,5)$ °С, фільтрують суміш під вакуумом впродовж менше ніж 5 хв. Якщо впродовж цього часу розчин не відфільтрувати, то парафіновий віск, який кристалізується за температури мінус $(20 \pm 0,5)$ °С, буде повторно розчинятися і випробування буде визнано недійсним. Промивають три рази сумішшю етанолу та етоксietану об'ємом (20 ± 2) см³, охолодженою до мінус $(20 \pm 0,5)$ °С, до видалення масляних компонентів.

Фільтрувальний тигель витримують впродовж приблизно 1 год у термокамері, розігрітій до $(100 - 110)$ °С, потім кладуть в ексікатор.

Використовуючи якомога менше теплого толуолу, розчиняють парафіновий віск і збирають розчин у зваженому кристалізаторі.

Розчинник випаровують і парафіновий віск зважують з точністю до 1,0 мг. Таким чином отримують маси m_2 і m'_2 для двох зразків, відповідно.

9 РОЗРАХУНОК

Вміст парафінового воску розраховують в двох зразках (C_p , C'_p) у відсотках за масою, використовуючи формули:

$$C_p = 100 \times m_2 / m_1 \quad (1)$$

$$C'_p = 100 \times m'_2 / m'_1 \quad (2)$$

10 ВИРАЖЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

Вміст парафінових восків виражають у відсотках за масою, з округленням до 0,5 %; два результати вважають дійсними, якщо вони відрізняються не більше ніж на 1 %.

11 ТОЧНІСТЬ

11.1 Збіжність

Різниця між двома результатами випробування, отриманими 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, при правильному виконанні методу, тільки в одному випадку з двадцяти може перевищити значення наведені в таблиці 1.

11.2 Відтворюваність

Різниця між двома окремими і незалежними результатами випробувань, отриманими різними операторами, в різних лабораторіях, на ідентичному досліджуваному в'язучому, з тієї ж проби, впродовж тривалого проміжку часу, при правильному виконанні методу, тільки в одному випадку з двадцяти може перевищити значення, наведені в таблиці 1

Таблиця 1 – Точність

Найменування показника	Збіжність, <i>r</i>	Відтворюваність, <i>R</i>
Відсотковий вміст парафінового воску (в абсолютних відсотках)	1	2

Примітка. Ці дані точності не обов'язково застосовують за інших умов, а також для модифікованих та промислових бітумів. Для модифікованих бітумів їх слід використовувати тільки для ознайомлення до отримання відповідних даних.

12 ПРОТОКОЛ ВИПРОБУВАННЯ

Протокол випробування щонайменше повинен містити таку інформацію:

- a) тип досліджуваного в'язучого та інформацію для його повної ідентифікації;
- b) посилання на цей стандарт;
- c) результат випробування (див. розділ 10);
- d) будь-яке узгоджене відхилення від установленого методу тощо;
- e) дату проведення випробування.

ДОДАТОК НА
(довідковий)
**ПЕРЕЛІК НАЦІОНАЛЬНИХ СТАНДАРТІВ УКРАЇНИ, ІДЕНТИЧНИХ
І/АБО МОДИФІКОВАНИХ З МІЖНАРОДНИМИ СТАНДАРТАМИ,
ПОСИЛАННЯ НА ЯКІ Є В ЦЬОМУ СТАНДАРТІ**

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

Код УКНД: 75.140; 91.100.50; 93.080.20

Ключові слова: бітум, бітумне в'язуче, бітумінозні матеріали, дорожньо-будівельні матеріали, парафіновий віск, сполучальні речовини.
