



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

**ДСТУ EN 1431:201_
(EN 1431:2009, IDT)**

**Бітум та бітумні в'язучі
ВИЗНАЧАННЯ ЗАЛИШКОВОГО В'ЯЖУЧОГО ТА НАФТОВОГО
ЗАЛИШКУ З БІТУМНИХ ЕМУЛЬСІЙ МЕТОДОМ ДИСТИЛЯЦІЇ
(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 1431:2009 «Bitumen and bituminous binders — Determination of residual binder and oil distillate from bitumen emulsions by distillation» (Бітум та бітумні в'язучі. Визначання залишкового в'язучого та нафтового залишку із бітумних емульсій методом дистиляції) і внесений з дозволу CEN, rue de Stassart 36, B-1050 Brussels. Усі права щодо використання європейських стандартів у будь-якій формі й будь-яким способом залишаються за CEN
- Ступінь відповідності — ідентичний (IDT)
- Переклад з англійської (en)
- 4 Цей стандарт розроблено згідно з правилами, установленими в національній стандартизації України
 - 5 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**

ЗМІСТ

С.

Національний вступ.....	V
1 Сфера застосування.....	1
2 Нормативні посилання.....	2
3 Терміни та визначення понять.....	3
4 Суть методу.....	3
5 Реактиви та матеріали.....	3
6 Апаратура.....	3
7 Відбирання проб та підготовка зразків.....	7
8 Проведення випробування.....	7
9 Розрахунок.....	9
10 Вираження результатів.....	10
11 Точність.....	10
12 Протокол випробування.....	11
Додаток А (обов'язковий) Технічні характеристики термометрів.....	12
Додаток В (довідковий) Бібліографія.....	13
Додаток НА (довідковий) Перелік національних стандартів України, ідентичних і/або модифікованих з міжнародними стандартами, посилання на які є в цьому стандарті.....	14

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей національний стандарт ДСТУ EN 1431:201_ (EN 1431:2009, IDT) «Бітум та бітумні в'яжучі. Визначання залишкового в'яжучого та нафтового залишку із бітумних емульсій методом дистиляції», прийнятий методом перекладу, — ідентичний щодо EN 1431:2009 (версія en) «Bitumen and bituminous binders — Determination of residual binder and oil distillate from bitumen emulsions by distillation».

Технічний комітет стандартизації, відповідальний за цей стандарт в Україні, — ТК 307 «Автомобільні дороги і транспортні споруди».

Цей стандарт розроблено відповідно до чинного законодавства України.

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

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

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

— вилучено «Передмову» до EN 1431:2009 як таку, що безпосередньо не стосуються технічного змісту цього стандарту;

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

— 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

ВИЗНАЧАННЯ ЗАЛИШКОВОГО В'ЯЖУЧОГО ТА НАФТОВОГО
ЗАЛИШКУ ІЗ БІТУМНИХ ЕМУЛЬСІЙ МЕТОДОМ ДИСТИЛЯЦІЇ

Bitumen and bituminous binders

DETERMINATION OF RESIDUAL BINDER AND OIL DISTILLATE
FROM BITUMEN EMULSIONS BY DISTILLATION

Чинний від 201X—XX—XX

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт установлює метод кількісного визначання залишкового в'язучого та нафтового залишку із бітумних емульсій методом дистиляції.

Метод також може бути використаний для отримання залишкового в'язучого та нафтового дистиляту для подальших випробувань.

Примітка. Властивості матеріалу, відновленого під час випробування, не обов'язково повинні співпадати з властивостями вихідних матеріалів, з яких було виготовлено емульсію, головним чином це стосується бітумів, модифікованих полімером.

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 виявлення небезпеки 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

Наведені нижче нормативні документи необхідні для застосування цього стандарту. У разі датованих посилань застосовують тільки наведені видання. У разі недатованих посилань потрібно користуватись останнім виданням нормативних документів (разом зі змінами).

EN 58 Bitumen and bituminous binders — Sampling bituminous binders

EN 573-3 Aluminium and aluminium alloys — Chemical composition and form of wrought products — Part 3: Chemical composition and form of products

EN 1425 Bitumen and bituminous binders — Characterization of perceptible properties

EN 12594 Bitumen and bituminous binders — Preparation of test samples

ISO 565 Test sieves — Metal wire cloth, perforated plate and electroformed sheet — Nominal sizes of openings

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

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

EN 573-3 Алюміній та алюмінієві сплави. Хімічний склад та форма кованих виробів. Частина 3. Хімічний склад та форма продукції

EN 1425 Бітум та бітумні в'язучі. Визначення органолептичних властивостей

EN 12594 Бітум та бітумні в'язучі. Підготування проб для випробування

ISO 565 Решета та сита контрольні. Тканини металеві дротяні, перфоровані металеві пластини та листи, вироблені методом гальванопластики. Номінальні розміри отворів

3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

Нижче надано терміни, вжиті в цьому стандарті, та визначення позначених ними понять.

3.1 нафтовий залишок

Вуглеводнева фракція, яку дистилюють та збирають в градуйованому циліндрі за умов згідно з цим методом

3.2 залишкове в'язуче

Залишок із бітумної емульсії після дистиляції води та нафтового дистиляту.

Примітка. Незважаючи на те, що згідно з стандартом щодо технічних вимог EN 13808 цей показник зазначений як «відновлений вміст в'язучого», у даному випадку розглядається залишкове в'язуче, отримане методом дистиляції.

Стандарт щодо технічних вимог EN 13808 установлює «відновлений вміст в'язучого» згідно з EN 1431, хоча більш точною назвою є «залишкове в'язуче після дистиляції». Тому, дуже рекомендуємо врахувати цю поправку під час перегляду EN 13808.

4 СУТЬ МЕТОДУ

Воду і нафтовий залишок відганяють з бітумної емульсії і розділяють в градуйованому циліндрі, утворюючи залишок із залишкового в'язучого.

5 РЕАКТИВИ ТА МАТЕРІАЛИ

5.1 Миючі засоби

Миючі засоби, що зазвичай використовують в лабораторії.

5.2 Розчин гідроксиду натрію 40 г/дм³.

6 АПАРАТУРА

Використовують звичайну лабораторну апаратуру та скляний посуд, а також наведені нижче.

Примітка. Детальну інформацію про монтаж дистиляційного апарату для випробування дивись на рисунку 3.

6.1 Дистилятор з алюмінієвого (див. рис. 1) **або залізного сплаву** висотою (241 ± 5) мм, зовнішнім діаметром (101 ± 1) мм, товщиною стінок $(3,2 \pm 0,2)$ мм і внутрішнім діаметром кільцевого пальника (125 ± 5) мм, з отворами на внутрішній окружності та трьома розпірними кільцями або направляючими штифтами для забезпечення центрування пальника відносно дистилятора (див. рис. 2).

Кришка (див. рис. 1) відповідних розмірів з можливістю вставлення двох термометрів (6.4) через пробку та випускний отвір відповідного діаметра для можливості підключення з'єднувальної трубки також через пробку.

Примітка. Усі допуски в 6.1 та вказані на рисунках 1 і 2, є виробничими допусками для виробництва випробувального обладнання. Калібрування/перевірка відносно цих допусків не застосовується під час контролю якості — окрім термометра.

Кільцевий пальник можна замінити будь-яким альтернативним способом нагрівання за умови досягнення тієї ж заданої температури та режиму дистиляції. У разі виникнення сумніву як нагрівальний пристрій використовують еталонний кільцевий пальник.

6.2 З'єднувальний апарат, що складається зі скляної з'єднувальної трубки діаметром (12 ± 1) мм, олов'яного екрану та стандартної скляної конденсаційної трубки, яка охолоджується водою, з металевим або боросилікатним скляним кожухом (див. рис. 3).

6.3 Градуйований циліндр об'ємом 100 см^3 з інтервалом градування $0,5 \text{ см}^3$ згідно з ISO 4788.

6.4 Термометри, два термометри для дистиляції за низької температури, градуйовані в градусах Цельсія, з діапазоном вимірювання від мінус 2°C до 300°C . Термометри повинні відповідати вимогам, наведеним в додатку А.

Замість ртутних термометрів можна використовувати інші термометри. Однак, еталонним приладом є ртутний термометр. Тому, будь-який альтернативний прилад повинен бути відкалібрований таким

чином, щоб забезпечити ті ж показники, які зчитують за ртутним термометром з урахуванням зміни термічної реакції у порівнянні з ртутним термометром.

Для цього методу випробування повинні бути заздалегідь визначені та задокументовані поправки до зчитуваних показників, які повинні застосовуватись під час випробування при визначанні підвищення температури.

6.5 Ваги з можливістю зважування до 3500 г з точністю до 0,1 г.

6.6 Пальник Бунзена або еквівалентні засоби нагрівання.

6.7 Сито з розміром отворів 300 мкм, що відповідає R 40/3 ISO 565.

7 ВІДБИРАННЯ ТА ПІДГОТУВАННЯ ПРОБ

Лабораторну пробу відбирають згідно з EN 58, а підготування досліджуваних проб виконують згідно з EN 12594. Необхідно переконатись, що лабораторна проба є однорідною та незабрудненою (див. EN 1425).

8 ПРОВЕДЕННЯ ВИПРОБУВАННЯ

8.1 У попередньо відтарований дистилятор (6.1) (включаючи кришку, затискач, термометри та ущільнювач, у випадку його використання) зважують $(200,0 \pm 0,1)$ г зразка емульсії, A_m .

8.2 Між дистилятором та його кришкою розміщують ущільнювач з промасленого паперу або відшліфовують метал на ділянці контакту для забезпечення щільного контакту. Надійно закріплюють кришку на дистиляторі.

8.3 В кожен з двох невеликих отворів, передбачених на кришці, через пробку вставляють термометр (6.4). Відрегульовують термометри таким чином, щоб кінець резервуара одного термометра був на відстані

($6,5 \pm 1,0$) мм від дна дистилятора, а резервуар іншого термометра — на відстані (165 ± 2) мм від дна дистилятора.

8.4 Розміщують кільцевий пальник (6.1) на відстані (152 ± 2) мм від дна дистилятора. Нагрівання здійснюють шляхом запалювання пальника та його регулювання до низького полум'я. Також застосовують достатню кількість тепла від пальника Бунзена (6.6) до з'єднувальної трубки для запобігання конденсації води в цій трубці.

Примітка. Розташування полум'я кільцевого пальника на початку випробування не є постійним. Його можна підняти для зменшення ризику переливання піни або опустити до середнього рівня дистилятора у разі використання емульсії, що не містить розчинник. Різка зміна показань температури верхнього термометра вказує на наявність піни поблизу його резервуара та необхідність припинення нагрівання до припинення піноутворення.

8.5 Час від часу розташування кільцевого пальника регулюють для забезпечення плавної постійної дистиляції впродовж всього випробування. Коли показання нижнього термометра досягнуть $215\text{ }^{\circ}\text{C}$ кільцевий пальник опускають доти, доки показання на термометрі не досягне (260 ± 5) $^{\circ}\text{C}$. Дану температуру підтримують впродовж 15 хв.

Повну дистиляцію закінчують через (60 ± 15) хв з початку нагрівання.

Якщо не потрібно визначати вміст залишкового в'язучого у відсотках за масою (див. розділ 9), тобто дистиляцію виконували тільки для отримання залишкового в'язучого для подальших випробувань, то охолодження та зважування (8.6 та 8.7) не є потрібними. Переходять одразу до 8.8.

8.6 Після закінчення нагрівання дистилятор та його деталі перед зважуванням охолоджують. Зважують дистилятор і його деталі та визначають масу залишку після дистиляції B_m . Повторно нагрівають дистилятор із зразком до температури (260 ± 5) $^{\circ}\text{C}$ з метою подальшої обробки залишку (8.8).

8.7 Фіксують об'єм D нафтового залишку в градуйованому циліндрі (6.3) з точністю до $0,5\text{ см}^3$.

Примітка. Для поліпшення відділення води та нафтового залишку з емульсій бітумних катіонних можна додати 5 см³ розчину гідроксиду натрію (5.2).

8.8 Знімають кришку з дистилятора. Перемішують залишок і негайно виливають його на сито з розміром отворів 300 мкм (6.7), яке перед використанням було нагріте до тієї ж температури. Достатню кількість залишку перемішують у відповідні форми та ємності для проведення будь-яких необхідних додаткових випробувань. Для дослідження залишку форми та ємності позначають згідно з EN 12594 та продовжують випробування згідно з відповідними стандартами на методи випробувань, починаючи з етапів, що виконують після розливання.

За необхідності, нафтовий залишок зберігають з метою ідентифікації.

9 РОЗРАХУНОК

Вміст залишкового в'язучого після дистиляції r , у відсотках за масою, розраховують за формулою:

$$r = \frac{B_m}{A_m} \cdot 100, \quad (1)$$

де A_m — маса зразка емульсії, г (див. 8.1);

B_m — маса залишкового в'язучого після дистиляції, г (див. 8.6).

Вміст нафтового залишку (o), у відсотках за об'ємом, розраховують за формулою:

$$o = \frac{D \cdot \rho}{A_m} \cdot 100, \quad (2)$$

де D — об'єм нафтового залишку, см³ (див. 8.7);

ρ — густина емульсії, г/см³.

Примітка. Вважають, що густина емульсії за температури 15 °C ρ становить 1000 кг/м³ (1 г/см³).

10 ВИРАЖЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

Вміст залишкового в'язучого (див. примітку до 3.2) виражають у відсотках за масою з точністю до 1 %. Вміст нафтового залишку виражають у відсотках за об'ємом з точністю до 0,1 %.

Вміст в'язучого в емульсії, встановлений методом дистиляції згідно з цим методом виражають як суму вмісту залишкового в'язучого і нафтового залишку у відсотках за масою.

Примітка. На основі об'ємного відсотку нафтового залишку, масовий відсоток нафтового залишку, m , може бути виражений шляхом аналізу значного обсягу різних проб після визначення густини згідно з EN ISO 3838. Якщо густину не можна визначити даним методом, то приймають значення 0,850.

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, в разі правильного виконання методу, тільки в одному випадку з двадцяти може перевищити значення, надані 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, в разі правильного виконання методу, тільки в одному випадку з двадцяти може перевищити значення, надані в таблиці 1.

Таблиця 1 – Точність

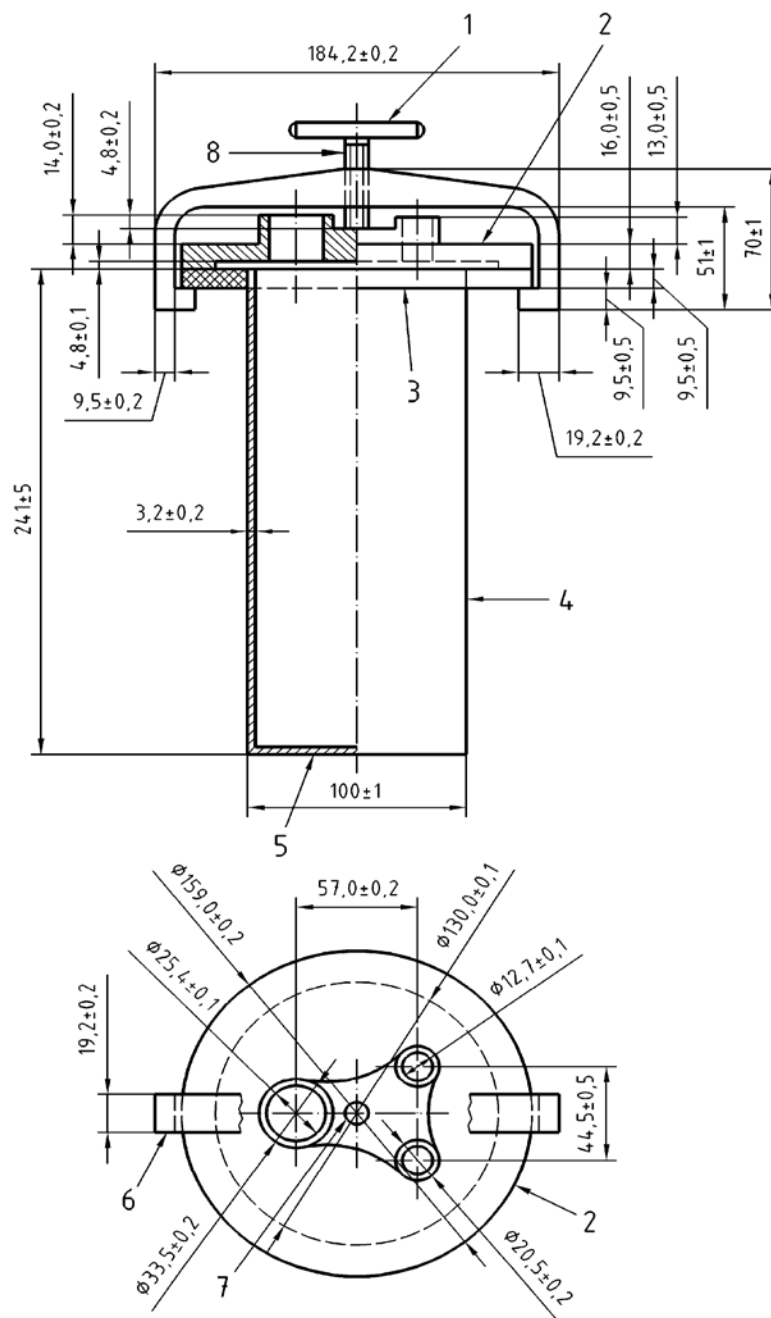
Вміст залишкового в'язучого, % за масою	Збіжність, % за масою	Відтворюваність, % за масою
від 50 до 70	1,0	2,0

12 ПРОТОКОЛ ВИПРОБУВАННЯ

Протокол випробування повинен містити наступну інформацію:

- а) тип досліджуваного в'язучого та інформацію для його повної ідентифікації;
- б) посилання на цей стандарт;
- с) результат випробування (див. розділ 10);
- д) будь-яке узгоджене відхилення від установленого методу тощо;
- е) дату проведення випробування.

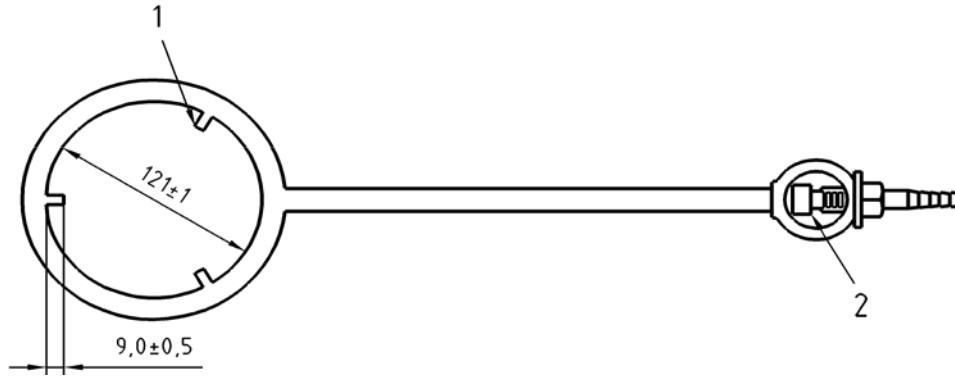
Розміри в міліметрах



Умовні позначки:

- 1 — довгий сталевий стрижень;
- 2 — литий алюміній;
- 3 — алюмінієва пластина товщиною 9,5 мм;
- 4 — алюмінієва трубка діаметром 100 мм зі сплаву EN AW 3003 згідно з EN 573-3;
- 5 — алюмінієва пластина товщиною 3 мм;
- 6 — затискач;
- 7 — центральний отвір діаметром 10 мм;
- 8 — гвинт M10.

Рисунок 1 — Дистиллятор з алюмінієвого сплаву



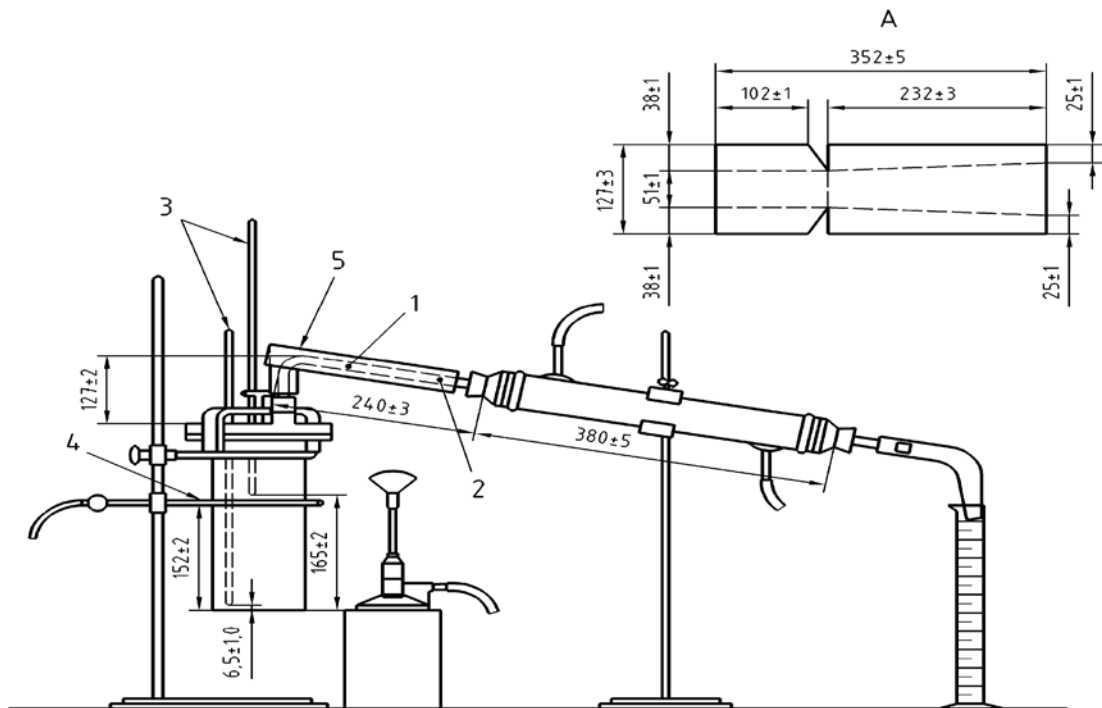
Умовні позначки:

1 — три направляючі для центрування дистиллятора;

2 — газовий інжектор (з отвором, що відповідає типу газу).

Рисунок 2 — Кільце пальника з внутрішнім діаметром 121 мм

Розміри в міліметрах



Умовні позначки:

1 — скляна трубка діаметром 12 мм

2 — з'єднання скло - скло з гумовою трубкою

3 — термометри

4 — кільцевий пальник

5 — олов'яний екран (А)

Рисунок 3 — Зібраний апарат для дистиляції бітумних емульсій

ДОДАТОК А
(обов'язковий)

ТЕХНІЧНІ ХАРАКТЕРИСТИКИ ТЕРМОМЕТРІВ

Температурний діапазон	°C	від мінус 2,0 до + 300
Позначки шкали:		
— мала поділка	°C	1,0
— довгі штрихи через кожні	°C	5,0
— числові позначки через кожні	°C	10
— максимальна ширина лінії	мм	0,15
— максимальна похибка шкали	°C	0,15 до 150 1,0 вище 150
Занурення		повне
Загальна довжина	мм	від 380 до 390
Зовнішній діаметр капілярної трубки	мм	» 6,0 » 8,0
Довжина резервуару	мм	» 10,0 » 15,0
Зовнішній діаметр резервуару	мм	не менше ніж 5,0, але не більше ніж капілярної трубки
Розташування шкали:		
— відстань від нижньої частини резервуару до позначки 0 °C	мм	від 100 до 110
— довжина шкали вимірювання	мм	» 225 » 255
Примітка. Придатними були визнані термометри, що відповідають вимогам DIN 12779-DST 0/360 [1], а також термометри ASTM-7C та IP-5C.		

ДОДАТОК В

(довідковий)

БІБЛІОГРАФІЯ

1 DIN 12779 Laboratory glassware — Laboratory thermometers, quickly indicating (distillation thermometers)

2 ASTM D 244 Standard Test Methods for Emulsified Asphalts (clauses 11 to 15: residue and oil distillate by distillation)

3 EN 13808 Bitumen and bituminous binders — Framework for specifying cationic bituminous emulsions

ДОДАТОК НА

(довідковий)

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

1 ДСТУ ISO 565:2007 Решета та сита контрольні. Тканини металеві дротяні, перфоровані металеві пластини та листи, вироблені методом гальванопластики. Номінальні розміри отворів (ISO 565:1990, IDT)

Код УКНД: 75.140; 91.100.50

Ключові слова: бітум, бітумна емульсія, бітумне в'язуче, бітумінозні матеріали, градуйований циліндр, дистиляція, дорожньо-будівельні матеріали, залишкове в'язуче, нафтовий залишок.
