Издание официальное

СССР — Государственный комитет стандартов, мер и измерительных приборов СССР	ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ Битумы нефтяные ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ПОКАЗАТЕЛЯ СЦЕПЛЕНИЯ БИТУМА С ПОВЕРХНОСТЬЮ МРАМОРА МЕТОДОМ КРАСИТЕЛЕЙ Petroleum bitumen. Method for determination of quantitive index of adhesion between bitumen and marble by the pigment technique	**ГОСТ 11509—65** Группа Б49

Настоящий стандарт устанавливает метод определения количественного показателя сцепления битума с поверхностью мрамора методом красителей.

Метод заключается в отслаивании битумной пленки от поверхности мраморного щебня под воздействием воды и определении величины покрытой битумом поверхности мрамора по адсорбции красителя метиленового голубого, обладающего способностью избирательно адсорбироваться на поверхности мрамора, не покрытого битумной пленкой, не адсорбируясь на битуме.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях на нефтяные битумы.

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

1. 1. При определении количественного показателя сцепления битума с поверхностью мрамора методом красителей применяют:

чашки фарфоровые № 4 по ГОСТ 9147—59;

стаканы химические типа ТУ по ГОСТ 10394—63 вместимостью 250 *мл*;

сетку металлическую № 07 по ГОСТ 3584—53;

сита металлические с отверстиями размером 2×2 и 0,071××0,071 *мм*;

сетку металлическую диаметром на 5—10 *мм* меньше диаметра стакана; сетку подвешивают внутри стакана на проволочных дужках, припаянных к окантовке сетки;

ложку металлическую;

колориметр типа КМ-1;

аппарат для встряхивания пробирок и колб;

центрифугу;

колбы конические по ГОСТ 10394—63 вместимостью 250 *мл*;

пипетки по ГОСТ 1770—64 вместимостью 100 и 15 *мл*;

Внесен Государственным комитетом по транспортному строительству СССР	Утвержден Государственным комитетом стандартов, мер и измерительных приборов СССР 7/IX 1965 г.	Срок введения 1/I 1966 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону. Перепечатка воспрещена

стаканчики для взвешивания по ГОСТ 7148—54 вместимостью 50 *мл*;

мрамор белый Прохор-Баландинского или Коэлгинского месторождения; мрамор должен соответствовать следующим требованиям: содержание CaO — не менее 55%; MgO — не более 0,2%; нерастворимого осадка — не более 0,3%;

краситель метиленовый голубой, водный раствор, концентрации 0,01 *мг/мл*;

воду дистиллированную;

спирт этиловый гидролизный ректификованный высшей очистки;

соль поваренную пищевую по ГОСТ 153—57.

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2. 1. Перед испытанием образец битума обезвоживают: вязкие битумы — осторожным нагреванием без перегрева при помешивании стеклянной палочкой; жидкие битумы — фильтрацией нагретого до 60° С битума через слой крупнокристаллической свежепрокаленной поваренной соли. Обезвоженный и расплавленный до подвижного состояния битум процеживают через металлическое сито с сеткой № 07 и тщательно перемешивают для полного удаления пузырьков воздуха.

2. 2. Образец мрамора, предварительно промытый водой и высушенный в течение 5 *ч* при температуре 105° С, измельчают, затем пропускают через сито с отверстиями размером 2 *мм*. Мрамор, прошедший через это сито, пропускают через сито с отверстиями размером 0,071 *мм*. Составляют смесь из 20% частиц, прошедших через сито с отверстиями размером 0,071 *мм* и 80% частиц, не прошедших через это сито, но прошедших через сито с отверстиями 2 *мм*.

2. 3. Для приготовления битумо-минеральной смеси в фарфоровую чашку отвешивают 50 *г* мрамора с точностью до 0,02 *г*, подготовленного по п. 2. 2, и 4,5 *г* битума, подготовленного по п. 2. 1. Чашку помещают в термостат на 20 *мин*. Температура нагрева термостата устанавливается при испытании вязких битумов в зависимости от температуры размягчения (табл. 1), а при испытании жидких битумов — в зависимости от вязкости (табл. 2).

Таблица 1

Температура размягчения битума в °С	Температура нагрева термостата в °С
35—40	100—120
40—45	120—130
45—48	130—150
Выше 48	150—160

Таблица 2

Условная вязкость битума при 60° С в *сек* (определенная по ГОСТ 11503—65)	Температура нагрева термостата в °С
25—40	60—70
40—100	70—80
100—200	80—100

По окончании нагревания чашку со смесью битума с мраморным щебнем вынимают из термостата. Смесь в чашке в течение 5 *мин* перемешивают металлической ложечкой и затем выдерживают 20 *мин* при комнатной температуре.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3. 1. Битумо-минеральную смесь порциями по 15—20 *г* помещают на сетку и опускают в стакан с кипящей дистиллированной водой.

При испытании вязких битумов сетку с испытуемым образцом выдерживают в течение 30 *мин* в кипящей воде, при испытании жидких битумов — 3 *мин*. Кипение воды не должно быть бурным. В процессе кипячения битум, отделившийся от смеси и всплывший на поверхность воды, снимают фильтровальной бумагой.

После этого смесь выкладывают на фильтровальную бумагу, распределяют ее тонким слоем и просушивают на воздухе в течение одних суток.

При оседании мелких частиц на дно стакана после выдерживания в кипящей воде их присоединяют к основной смеси.

Высушенную на воздухе смесь просеивают через сито (не растирая) с отверстиями размером 2 *мм*.

3. 2. Величину адсорбции метиленового голубого определяют по изменению концентрации его раствора после взаимодействия последнего с навеской смеси. Одновременно с определением адсорбции красителя на битумо-минеральной смеси каждый раз проводят такое же определение на исходном мраморе той же крупности, не покрытом битумом.

8,5 ± 0,01 *г* битумо-минеральной смеси или 8 ± 0,01 *г* мраморного щебня, взвешенных с точностью до 0,0002 *г*, помещают в коническую колбу, в эту же колбу приливают пипеткой 100 *мл* раствора метиленового голубого.

Колбу устанавливают в прибор для встряхивания и взбалтывают содержимое ее в течение 30 *мин*.

Раствор красителя отделяют от смеси сливанием. Если раствор помутнел, то его центрифугируют в течение 30 *мин*.

Определение проводят на трех параллельных образцах смеси, а также на трех образцах исходного мраморного щебня.

3. 3. Концентрацию раствора метиленового голубого после адсорбции определяют при помощи колориметра КМ-1 следующим образом: в правую кювету пипеткой наливают 15 *мл* раствора метиленового голубого исходной концентрации C_1, в левую кювету — такое же количество раствора метиленового голубого после адсорбции концентрации C_2.

Установив кюветы в приборе, подбирают такое их положение, при котором интенсивность окраски обеих половин смотрового поля будет одинаковой, и снимают отсчеты делений шкал колориметра.

4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ ИСПЫТАНИЯ

4. 1. Концентрацию раствора красителя после адсорбции (C_2) в *мг/мл* вычисляют по формуле:

$$C_2 = \frac{C_1 H_1}{H_2},$$

где:

C_1 — начальная концентрация красителя в *мг/мл*;

H_1 — отсчет делений правой шкалы;

H_2 — отсчет делений левой шкалы.

За величину концентрации данного раствора принимают среднее арифметическое из трех колориметрических определений.

4. 2. Величину адсорбции красителя (q) в *мг/г* вычисляют по формуле:

$$q = \frac{(C_1 - C_2) \cdot V}{G},$$

где:

V — объем раствора красителя, взятый для адсорбции, в *мл*;

G — навеска битумо-минеральной смеси (или исходного мрамора) в *г*.

Расчет адсорбции красителя ведут с точностью до 0,00001 *мг/г*.

Расхождения между определениями адсорбции для параллельных образцов не должны превышать 5% от среднего арифметического.

4. 3. Величину поверхности мраморного щебня, не покрытой битумом, (S_0) в процентах, вычисляют по формуле:

$$S_0 = \frac{q_п}{q_0} \cdot 100,$$

где:

$q_п$ — величина адсорбции красителя на поверхности битумо-минеральной смеси в *мг/г*;

q_0 — величина адсорбции красителя на поверхности мраморного щебня в *мг/г*.

4. 4. Сцепление битума с поверхностью мраморного щебня методом красителей (S_n) в процентах вычисляют по формуле:

$$S_n = 100 - S_0.$$

Пример. Определить величину адсорбции красителя на необработанной поверхности мраморного щебня.

Начальная концентрация красителя $C_1 = 0{,}01$ *мг/мл*.

Навеска мрамора $G = 8$ *г*.

Объем раствора красителя $V = 100$ *мл*.

При $H_1 = 0{,}3$

$$H_2' = 0{,}56;$$

$$H_2'' = 0{,}54;$$

$$H_2''' = 0{,}53;$$

$$H_{2ср} = \frac{0{,}56 + 0{,}54 + 0{,}53}{3} = 0{,}54;$$

$$C_2' = \frac{0{,}01 \cdot 0{,}3}{0{,}54} = 0{,}0056.$$

При $H_1 = 0{,}5$

$$H_2' = 0{,}86;$$

$$H_2'' = 0{,}86;$$

$$H_2''' = 0{,}87;$$

$$H_{2ср} = \frac{0{,}86 + 0{,}86 + 0{,}87}{3} = 0{,}86;$$

$$C_2'' = \frac{0{,}01 \cdot 0{,}5}{0{,}86} = 0{,}0058.$$

При $H_1 = 0{,}8$

$$H_2' = 1{,}33;$$

$$H_2'' = 1{,}32;$$

$$H_2''' = 1{,}36;$$

$$H_{2ср} = \frac{1{,}33 + 1{,}32 + 1{,}36}{3} = 1{,}34;$$

$$C_2''' = \frac{0{.}01 \cdot 0{,}8}{1{,}34} = 0{,}0060.$$

$$C_{2ср} = \frac{0{,}0056 + 0{,}0058 + 0{,}0060}{3} = 0{,}0058.$$

$$q_0 = \frac{(0{,}01 - 0{,}0058) \cdot 100}{8} = 0{,}0525 \text{ мг/г}.$$

Величина адсорбции красителя на обработанной битумом поверхности мраморного щебня, измеренная и рассчитанная аналогичным образом,

$$q_п = 0{,}00988 \text{ мг/г};$$

$$S_0 = \frac{0{,}00988}{0{,}0525} \cdot 100 = 18{,}8\%;$$

$$S_п = 100 - 18{,}8 = 81{,}2\%.$$