

Кафедра химии

## **ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА БИТУМОВ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГЛУБИНЫ ПРОНИКАНИЯ ИГЛЫ**

Методические указания к выполнению лабораторных работ по химии

Нижегород  
ННГАСУ  
2010

Битумы нефтяные. Метод определения глубины проникновения иглы. Методические указания к выполнению лабораторной работы. Нижний Новгород. Издание ННГАСУ, 2010.

Приведено понятие пенетрации применительно к нефтяным битумам. Описана взаимосвязь технических свойств битумных материалов на примере пенетрации и ряда других физико-механических параметров, отраженных в нормативных требованиях ГОСТ.

Приведена номограмма, позволяющая определить индекс пенетрации битума в зависимости от его пенетрации и температуры размягчения. Дано описание лабораторной работы и методические указания для определения пенетрации нефтебитума с использованием механического пенетрометра.

Составители:	доцент, к.х.н.	Колмаков Г.А.
	преподаватель	Кочеткова М.А.
	ст. преподаватель	Шубников И.А.

Редактор	профессор, д.х.н.	Яблоков В.А.
----------	-------------------	--------------

Подписано к печати «\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2010 г.

Бумага газетная. Печать офсетная.

Усл.печ.л. \_\_\_\_\_ Уч.-изд. печ.л. \_\_\_\_\_

Формат 60x90 1/16

Тираж 150 экз. Заказ № \_\_\_\_\_

Нижегородский государственный архитектурно-строительный университет  
603000, Н.Новгород, ул. Ильинская, 65.

Полиграфический центр Нижегородского государственного архитектурно-строительного университета, 603000, Н.Новгород, ул. Ильинская, 65.

© Нижегородский государственный архитектурно-строительный университет, 2010

## Теоретическая часть

Нефтяные битумы начали использовать в промышленности задолго до того, как были разработаны теоретически обоснованные методы анализа и исследования. Это обстоятельство объясняет применение традиционных (условных) методов анализа для оценки так называемых технических свойств. Показатели таких свойств используют для маркировки, а также при решении ряда вопросов производства и применения битумов. Распространенность условных методов анализа объясняется и их простотой, возможностью проводить сопоставление качества получаемой продукции с ранее накопленной информацией. В национальные стандарты включены разные условные характеристики битума и методы их определения, но на практике повсеместно используют несколько, одним из которых является *пенетрация* [1].

**Пенетрация** (от англ. термина *penetration* - проникновение). Для характеристики вязкости, точнее величины обратной вязкости, т.е. текучести битумов, принимается условный показатель – глубина проникания иглы в битум (пенетрация). Глубину проникания иглы в битум определяют на приборе – *пенетрометре* (рис. 3) при действии на иглу груза массой 100 г в течение 5 с при температуре 25°C или груза массой 200 г при 0°C в течение 60 с [1].

Пенетрация твердых или вязких битумов выражается в условных единицах (градусах), равных 0,1 мм проникания иглы в битум. Чем больше вязкость, тем меньше проникание иглы в битум.

Изначально для измерения пенетрации нефтебитумов применялись механические (или ручные) пенетрометры, в которых оператор устанавливал предварительно

термостатированный образец битума, подводил конец пенетрационной иглы к его поверхности и обнулял показания циферблата прибора. После этого, одновременно нажимая на кнопку секундомера и кнопку фиксатора штока иглы пенетрометра, оператор удерживал последнюю в течение 5 с (в случае измерений при 25°C). Определенная таким образом глубина погружения конца иглы в битум принималась за значение его пенетрации. Однако данная методика измерения содержала в себе ряд случайных погрешностей, как например: неодновременное начало отсчета времени и нажатия кнопки фиксатора (запаздывание), погрешность во времени измерения пенетрации, температурный фактор (остывание более чем на 0.5°C в процессе проведения измерений) и др. [1,2].

В настоящее время оснащенные лаборатории нефтеперерабатывающих предприятий используют полуавтоматические (рис. 1), либо автоматические пенетрометры, резко упрощающие работу экспериментаторов и повышающие точность измерений.



Рис. 1. Пенетрометр ПБА-1Ф полуавтоматический ГОСТ 11501-78 [3].

### Взаимосвязь технических свойств битумов.

О качестве битумов судят, сопоставляя разные показатели их технических характеристик. Основным классификационным показателем нефтяных битумов принята пенетрация при 25°C. Остальные показатели представляют в виде зависимостей от пенетрации, поскольку они меняются именно с изменением последней. Характер изменения ряда показателей, как правило, одинаков. Так, увеличение пенетрации при 25°C приводит к снижению температуры размягчения; при этом температура хрупкости также снижается (рис. 2) [1].

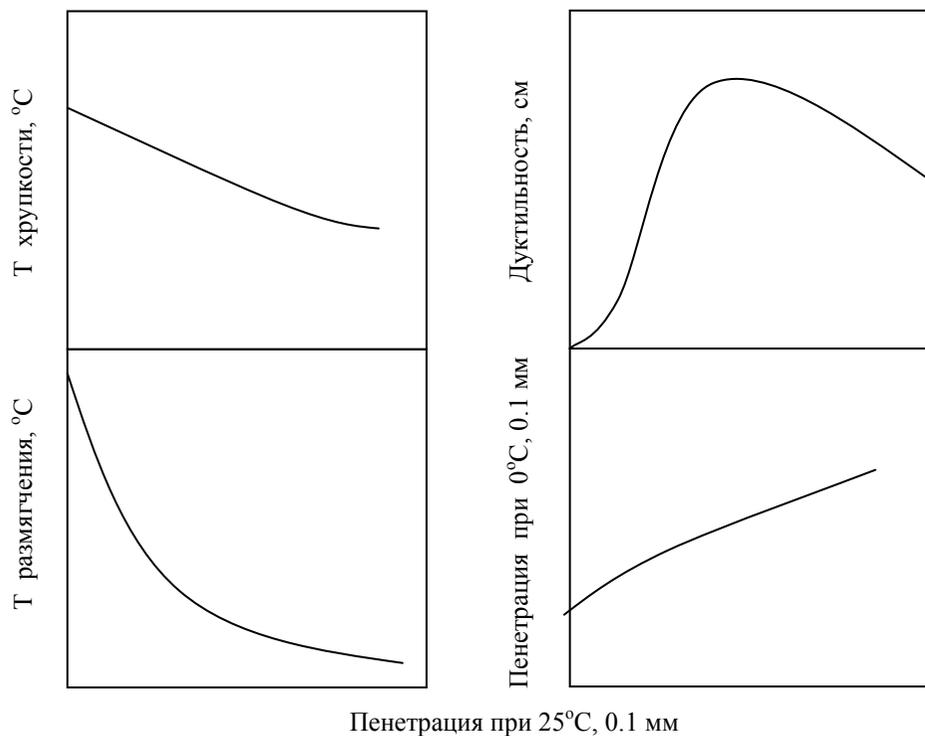


Рис. 2. Характер взаимосвязей технических свойств битумов [1].

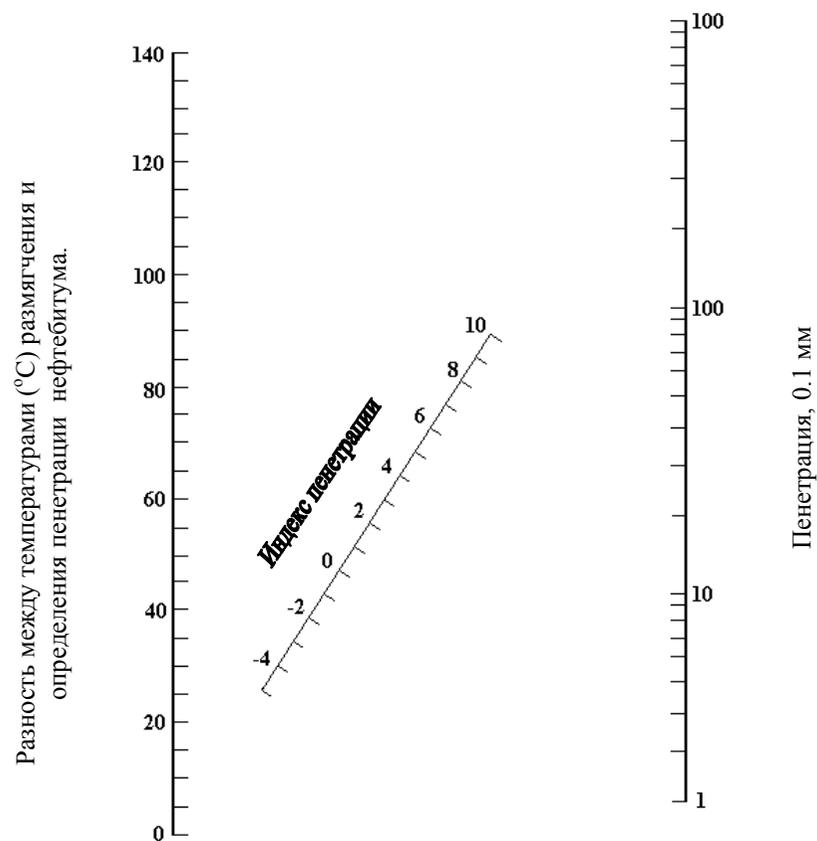


Рис. 3 Номограмма для определения индекса пенетрации [1].

Как видно, при равной пенетрации индекс пенетрации тем выше, чем выше температура размягчения. Во избежание получения битумов с низкой дуктильностью верхнее значение индекса пенетрации ограничивают. Конкретные пределы изменения индекса пенетрации устанавливают в зависимости от условий применения битумов.

## Лабораторная работа

### «Определение глубины проникания иглы»

Целью настоящей работы является определение глубины проникания иглы (пенетрации) в испытуемый образец нефтяного битума при температуре 25°C.

Определение пенетрации проводят на механическом пенетрометре Ричардсона-Фореста (рис. 4).

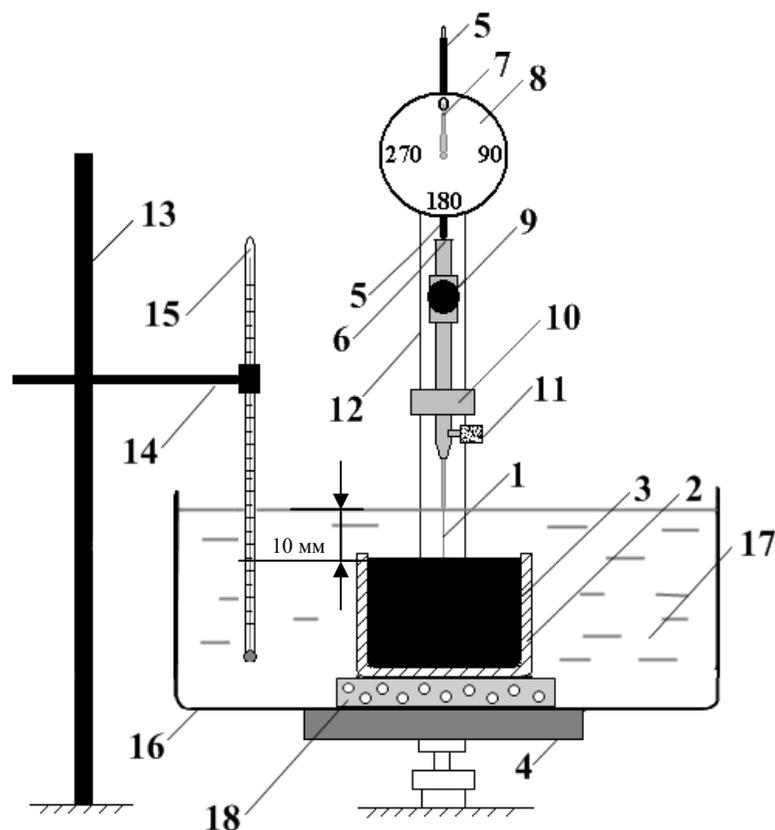


Рис. 4. Пенетрометр механический Ричардсона-Фореста.

1. Пенетрационная игла;
2. Пенетрационная чашка;
3. Образец нефтебитума;

4. Столик пенетрометра;
5. Кремальера;
6. Плунжер;
7. Стрелка указателя;
8. Циферблат;
9. Кнопка-пускатель;
10. Груз;
11. Фиксатор пенетрационной иглы;
12. Корпус прибора;
13. Штатив;
14. Лапка штатива;
15. Термометр лабораторный;
16. Термостатированная ванна пенетрометра;
17. Дистиллированная вода
18. Полка пенетрометра с отверстиями.

### 1. Оборудование и реактивы

1.1. Пенетрометр с иглой по ГОСТ 1440-78 [4]. Пенетрометр должен быть снабжен дополнительным грузом - шайбой массой (50,00±0,05), (100,00±0,05) или (150,00±0,05) г.

1.2. 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.

1.3. Баня водяная вместимостью не менее 10 дм<sup>3</sup> (для термостатирования), допускаемая погрешность температуры воды в бане не более ±0,1°C. 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°C допускается применять баню меньшей вместимости.

1.4. Термометр жидкостный стеклянный по ГОСТ 28498-90 [5] с ценой деления шкалы 0,1°C, 1-го и 2-го

классов точности. Допускается применять другие термометры с ценой деления шкалы 0,1°C не ниже 2-го класса точности.

1.5. Термометр ртутный стеклянный по ГОСТ 400-80 [6], с диапазоном измерения 0-360°C, с ценой деления 1°C. Допускается применять другие термометры с диапазоном измерения 0-200°C, 0-360°C, с ценой деления 1°C.

1.6. Чашка кристаллизационная ЧКЦ по ГОСТ 25336-82 [7] или сосуд металлический плоскодонный вместимостью не менее 0,5 дм<sup>3</sup>.

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.

1.7. Сито с металлической сеткой № 07 по ГОСТ 6613-86 [8].

1.8. Чашка фарфоровая или металлическая.

1.9. Палочка стеклянная.

1.10. Секундомер по ГОСТ 5072-79 [9].

1.11. Толуол по ГОСТ 14710-78 [10] или по ГОСТ 9880-76 [11] или другой растворитель.

1.12. Соль поваренная пищевая по ГОСТ 13830-84 [12].

1.13. Кислота олеиновая по ГОСТ 7580-55 [13].

## 2. Подготовка к испытанию

2.1. Испытуемый образец битума нагревают до подвижного состояния, при наличии влаги его обезвоживают путем нагрева до температуры на 90°C выше температуры размягчения, но не выше 180°C (для дорожных битумов - не выше 160°C) 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°C, 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 термостатирования при заданной температуре испытания.

Время выдерживания чашек в бане высотой 35 мм - 60-90 мин, а чашек высотой 60 мм - 90-120 мин.

2.3. Пенетрометр устанавливают горизонтально по уровню или отвесу, после этого проверяют точность показаний пенетрометра. Для этого вынимают иглу, произвольно опускают плунжер пенетрометра. Затем 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.

## 3. Проведение испытания

3.1. Глубину проникания иглы (1) (рис. 4) определяют при температуре 25°C, нагрузке 100 г в течение 5 с.

3.2. По истечении заданного времени выдерживания пенетрационную чашку (2) с образцом битума (3) вынимают из бани для термостатирования и помещают в плоскодонный сосуд вместимостью не менее 0,5 дм<sup>3</sup>,

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 столик (4) 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.

При разногласиях, возникших в оценке качества битума, правильность подведения иглы к поверхности битума проверяют с помощью зеркальца.

Кремальера (5) представляет собой стальной шток, свободно перемещающийся в вертикальном положении и приводящий в движение стрелку (7) указателя за счет шестеренчатого зацепления в тыльной части прибора. Верхняя часть кремальеры (5) имеет выборку и нанесенные крест-накрест насечки для удобства подвода стрелки (7) к плунжеру (6).

Плунжер (6) – металлический стержень, непосредственно связанный с пенетрационной иглой (1) и являющийся промежуточным звеном между кремальерой (5) и пенетрационной иглой (1).

После подведения пенетрационной иглы к поверхности испытуемого материала экспериментатор вручную опускает кремальеру (5) на верхнюю площадку плунжера (6), после чего обнуляет показания циферблата (8), подводя стрелку (7) указателя на нулевое значение.

Циферблат (8) откалиброван таким образом, что каждое деление его шкалы соответствует 1 условной единице пенетрации испытуемого материала, т.е. 0,1 мм глубины проникания пенетрационной иглы (1) в образец.

После этого одновременно включают секундомер и нажимают кнопку (9) пенетрометра, давая игле (1) свободно входить в испытуемый образец в течение 5 с, по истечении которых отпускают кнопку. После этого доводят кремальеру (5) вновь до верхней площадки плунжера с иглой и отмечают показания циферблата (8) пенетрометра.

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.

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. 1.

Т а б л и ц а 1

<b>Глубина проникания иглы (пенетрация) при 25°С, 0.1 мм</b>	<b>Допускаемые расхождения между наибольшим и наименьшим определением, 0.1 мм</b>
менее 50	2
от 50 до 150	4
от 150 до 250	6
свыше 250	3% от среднего арифметического значения

Если расхождения результатов определений превышают значения, указанные в табл. 1, то испытания повторяют на другом параллельно подготовленном образце. Если разница между тремя значениями вновь превысит значения, указанные в табл. 1, то испытание повторяют.

Результаты испытания округляют до целого числа.

Если испытания проводят при другой температуре, то расхождения между полученными результатами могут отличаться от указанных в табл. 1.

#### 4. Точность метода

##### 4.1. Сходимость

Два результата, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения, указанного в табл. 2 и 3.

Т а б л и ц а 2

Пенетрация при 25°С, 0.1 мм	Сходимость, 0.1 мм	Воспроизводимость, 0.1 мм
менее 50	1	4
свыше 50	3% от среднего арифметического значения	8% от среднего арифметического значения

Т а б л и ц а 3

Пенетрация при 25°С, 0.1 мм	Сходимость, 0.1 мм	Воспроизводимость, 0.1 мм
менее 20	2	7
свыше 20	10% от среднего арифметического значения	20% от среднего арифметического значения

##### 4.2. 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. 2 и 3.

#### Литература:

1. Грудников И.Б. Производство нефтяных битумов. – М.: Химия, 1983. – С. 12-14.
2. Гун Р.Б. Нефтяные битумы. – М.: Химия, 1973, 432 с.
3. ГОСТ 11501-78 Битумы нефтяные. Метод определения глубины проникания иглы.
4. ГОСТ 1440-78 Приборы для определения пенетрации нефтепродуктов.
5. ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний.
6. ГОСТ 400-80 Термометры стеклянные для испытаний нефтепродуктов. Технические условия.
7. ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.
8. ГОСТ 6613-86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия.
9. ГОСТ 5072-79 Государственная система обеспечения единства измерений. Секундомеры механические. Методы и средства поверки.
10. ГОСТ 14710-78 Толуол нефтяной. Технические условия.
11. ГОСТ 9880-76 Толуол каменноугольный и сланцевый. Технические условия.
12. ГОСТ 13830-84 Соль поваренная пищевая.
13. ГОСТ 7580-55 Кислота олеиновая техническая. Технические условия.

Колмаков Георгий Александрович  
Кочеткова Марина Александровна  
Шубников Игорь Александрович

Физико-химические свойства битумов. Метод определения глубины проникания иглы. Методические указания к выполнению лабораторной работы. Нижний Новгород. Издание ННГАСУ, 2010.

Подписано к печати « \_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2010 г.

Бумага газетная. Печать офсетная.

Усл.печ.л. \_\_\_\_\_ Уч.-изд. печ.л. \_\_\_\_\_

Формат 60x90 1/16

Тираж 150 экз. Заказ № \_\_\_\_\_

Нижегородский государственный архитектурно-строительный университет  
603000, Н.Новгород, ул. Ильинская, 65.

Полиграфический центр Нижегородского государственного  
архитектурно-строительного университета, 603000, Н.Новгород, ул.  
Ильинская, 65.