

Практическая работа № 3

«Контроль качества нефтяных битумов. Контроль физико-механических характеристик нефтяных битумов»

Цель работы: выполнить контроль качества вязких нефтяных битумов путем определения глубины проникания иглы.

Оборудование, материалы: пенетрометр с иглой (рис. 3.1) или полуавтоматический пенетрометр типа «Игла», или любой другой, основные размеры рабочей части которого (размеры и масса иглы, держателя, плунжера, груза) соответствуют требованиям ГОСТ 1440 - 78. Пенетрометр должен быть снабжен дополнительным грузом - шайбой массой $(100,00 \pm 0,5)$ или $(150,0(Ш),05)$ г. 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. Баня водяная вместимостью не менее 10 дм³ (для термостатирования), допускаемая погрешность температуры воды в бане не более $\pm 0,1$ °С. В бане должна быть полка с отверстиями на расстоянии не менее 50мм от дна и не менее 100мм ниже уровня жидкости. При определении глубины проникания иглы при 0°С допускается применять баню меньшей вместимости. Термометр ртутный стеклянный с диапазоном измерения 0 - 55°С, с ценой деления 0,1°С. Допускается применять другие термометры с ценой деления 0,1 °С. Чашка кристаллизационная ЧКЦ или сосуд металлический плоскодонный вместимостью не менее 0,5 дм³. 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 15мм больше высоты пенетрационной чашки. Сито с металлической сеткой № 7. Чашка фарфоровая или металлическая. Палочка стеклянная. Секундомер. Толуол, бензин или другой растворитель. Соль поваренная пищевая. Кислота олеиновая.

Ход работы

1. Отбор проб органических вяжущих веществ и подготовка их для испытаний.
2. Подготовка аппаратуры, приспособлений и реактивов к испытанию.
3. Подготовка к испытанию.
4. Проведение испытания глубины проникания иглы.
5. Обработка результатов.

Опорный конспект по данной теме

Глубина проникания стандартной иглы условно характеризует вязкость битумов и выражает величину, обратную вязкости, т. е. текучесть. Сущность метода заключается в измерении глубины проникания стандартной иглы при действии на нее груза в течение 5с при температуре 25°С или 200г в течение 60 с при 0°С.

Подготовка к испытанию.

Испытуемый образец битума нагревают до подвижного состояния, при наличии влаги его обезвоживают путем нагрева до температуры на 90°С выше температуры размягчения, но не выше 180°С (для дорожных битумов - не выше 160°С) 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 5мм ниже верхнего края чашки, и тщательно перемешивают до полного удаления пузырьков воздуха.

Чашку с битумом охлаждают на воздухе при 18 - 30°С, 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 35мм — 60 - 90 мин, а чашек высотой 60мм - 90 - 120 мин.

Пенетрометр устанавливают горизонтально по уровню или отвесу, после этого проверяют точность его показаний. Для этого вынимают иглу, произвольно опускают плунжер прибора. Затем между плунжером и нижним концом рейки кремальеры вставляют тарированный стержень высотой $(50 \pm 0,05)$ мм, устанавливают стрелку на ноль, вынимают тарировочный стержень и опускают рейку кремальеры до касания с верхним концом плунжера. Показание пенетрометра должно соответствовать высоте тарировочного стержня.

Для пенетрометров, снабженных автоматическим реле времени, необходимо проверить их выключение через $(5,0 \pm 0,1)$ с и $(60,0 \pm 0,6)$ с.

Проведение испытания.

Температура и условия испытания глубины проникания иглы приведены в табл. 3.1.

Таблица 3.1 - Условия испытания глубины проникания иглы при различных температурах

Температура испытания, °С	Общая масса стержня иглы и дополнительного груза, г	Время опускания иглы, с
$0,0 \pm 0,1$	$200,00 \pm 0,20$	60
$4,0 \pm 0,1$	$200,00 \pm 0,20$	60
$25,0 \pm 0,1$	$100,00 \pm 0,15$	5
$50,0 \pm 0,1$	$50,00 \pm 0,10$	5

Примечание. Допускается в нормативно - технической документации на битумы устанавливать другие условия проведения испытания.

Если нормативно - технической документацией на битумы не предусмотрены условия испытания, то глубину проникания иглы определяют при температуре 25°С, нагрузке 100г в течение 5 с.

По истечении заданного времени выдерживания, чашку с образцом битума вынимают из бани для термостатирования и помещают в плоскодонный сосуд

вместимостью не менее $0,5 \text{ дм}^3$, наполненный водой так, чтобы высота жидкости над поверхностью битума была не менее 10мм, температура воды в сосуде должна соответствовать температуре испытания.

Сосуд устанавливают на столик прибора и подводят острие иглы к поверхности битума так, чтобы игла слегка касалась ее.

Правильность подведения иглы к поверхности битума проверяют с помощью зеркала при освещении поверхности образца источником направленного холодного света

Допускается применять другие устройства, обеспечивающие проверку правильности подведения конца острия иглы к поверхности битума.

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

Доводят кремальеру до верхней площадки плунжера, несущего иглу, и устанавливают стрелку на ноль или отмечают ее положение, после чего одновременно включают секундомер и нажимают кнопку прибора, давая игле свободно входить в испытуемый образец в течение 5 с, по истечении которых отпускают кнопку. После этого доводят кремальеру вновь до верхней площадки плунжера с иглой и отмечают показания прибора

Если прибор полуавтоматический, то устанавливают шкалу или стрелку на 0 и приводят в действие механизм, который по истечении 5 с выключится сам.

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 10мм.

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 олеоновой 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.

Обработка результатов.

За результат испытания при 25°C принимают среднее арифметическое значение результатов не менее трех определений, расхождения между наибольшим и наименьшим определением не должны превышать значений, указанных в табл. 3.2. Если результаты определений превышают указанные значения, то испытания повторяют на другом параллельно подготовленном образце. Если разница между тремя значениями вновь превысит значения, указанные в табл. 3.2, то испытание повторяют.

Таблица 3.2 - Значения допустимых расхождений результатов определения глубины проникания иглы

Глубина проникания иглы (пенетрация) при 25°C; 0,1мм	Допускаемые расхождения между наибольшим и наименьшим определением, 0,1мм
До 50	2
Св. 50 до 150	4
Св. 150 до 250	6
Св, 250	3% от среднего арифметического значения

Результаты испытаний округляют до целого числа.

Если испытания проводят при другой температуре, то расхождения между полученными результатами могут отличаться от указанных в табл. 3.2.

Сходимость

Два результата испытания, полученных одним исполнителем, признаются достоверными (с 95% - ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения, указанного в табл. 3.3 и 3.4.

Воспроизводимость

Два результата испытания, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (95% - ной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышает значения, указанного в табл. 3.3 и 3.4.

Таблица 3.3 - Допустимые расхождения в результатах испытаний пенетрации битумов при 25°С

Пенетрация при 25°С; 0,1мм	Сходимость, 0,1 мм	Воспроизводимость, 0,1мм
До 50 Св. 50	1 3% от среднего арифметического	4 8% от среднего арифметического

Таблица 3.4 - Допустимые расхождения в результатах испытаний пенетрации битумов при 0°С

Пенетрация при 25°С; 0,1мм	Сходимость, 0,1 мм	Воспроизводимость, 0,1мм
До 20 Св. 20	2 10% от среднего арифметического	4 20% от среднего арифметического

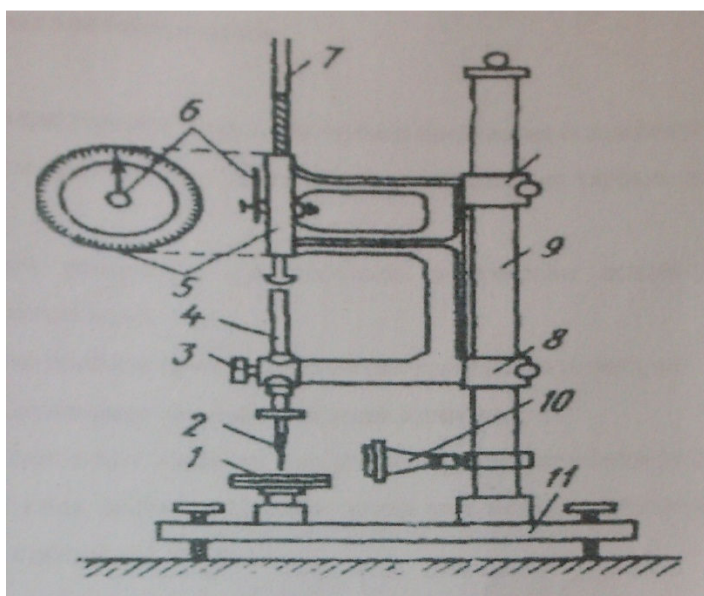


Рисунок 3.1 - Пенетрометр

Условные обозначения:

- 1 – столик;
- 2 – игла;
- 3 – зажимное устройство;
- 4 – стержень иглодержателя;
- 5 – циферблат;
- 6 – стрелка;
- 7 – штанга;

8 – кронштейн;

9 – штатив;

10 – зеркало;

11 – подставка.

Выводы: в ходе выполнения практической работы студенты ознакомились с методом испытания глубины проникания иглы.

Вопросы для самоконтроля:

1. Что характеризует и выражает глубина проникания стандартной иглы?
2. В чем заключается сущность метода определения глубины проникания иглы?
3. Какие аппаратура, приспособления и реактивы используются при проведении испытания?
4. Кратко опишите процесс подготовки к проведению испытания.
5. Кратко опишите порядок проведения испытания.
6. Как выполняют обработку полученных во время испытания результатов?
7. Для каких нефтяных битумов используют метод определения глубины проникания стандартной иглы?