ГОСТ 28967—91

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ

РЕНТГЕНОФАЗОВЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПАРАФИНОВ

Издание официальное

БЗ 3—2004

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.637.8:543:006.354 Группа Б49

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ

Рентгенофазовый метод определения парафинов

ГОСТ 28967—91

Petroleum bitumens.
X-ray phase method for determination of paraffins

МКС 75.140
ОКСТУ 0209

Дата введения 01.07.92

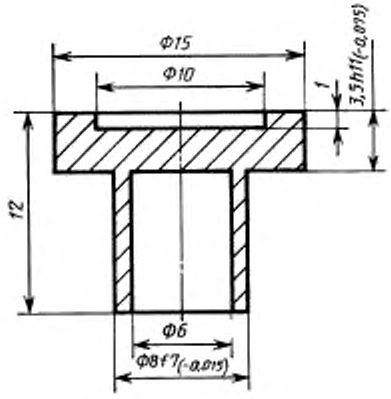
Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли парафинов в нефтяных битумах.

Сущность метода заключается в измерении интенсивности линии парафинов на дифрактограмме битума и определении массовой доли парафинов по градуировочному графику.

1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ

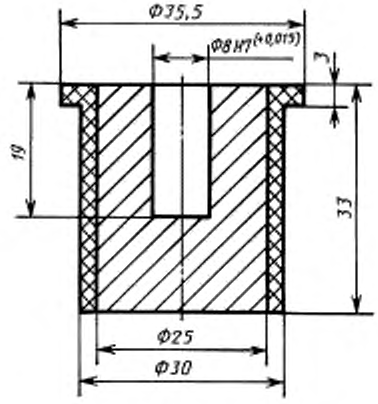
Дифрактометр рентгеновский общего назначения типа ДРОН.
Шкаф сушильный, обеспечивающий нагрев до 200 °С с погрешностью не более 5 °С.
Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с пределом взвешивания 200 г.
Эксикатор по ГОСТ 25336.
Стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ-34/12 по ГОСТ 25336.
Кюветы медные или латунные для образцов (черт. 1).
Вставка из латуни и фторопласта (черт. 2).

Кювета



Черт. 1

Вставка



Черт. 2

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1991
© ИПК Издательство стандартов, 2004

Пинцет.

Нож для срезания битума.

Палочки стеклянные длиной около 100 мм с оплавленными концами.

Асфальт пропановой деасфальтизации с температурой размягчения по кольцу и шару (по ГОСТ 11506) не ниже 30 °С.

Парафины марки Т по ГОСТ 23683.

Линейка измерительная по ГОСТ 427.

2. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 2517.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Подготовка контрольных образцов

3.1.1. Готовят контрольные образцы добавлением парафина в асфальт пропановой деасфальтизации.

Взвешивают стаканчики (бюксы) с погрешностью не более 0,0002 г.

Асфальт разогревают в сушильном шкафу, перемешивают стеклянной палочкой и разливают во взвешенные стаканчики примерно до половины объема (масса около 10 г).

Стаканчики с содержимым охлаждают до комнатной температуры и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

3.1.2. Берут навеску парафина с погрешностью до 0,0002 г и добавляют в стаканчики с асфальтом в таком количестве, чтобы получить контрольные образцы с массовой долей парафина 2, 4, 6, 8 и 12 %.

Стаканчики с асфальтом и парафином разогревают в сушильном шкафу при температуре (100±5) °С, содержимое тщательно перемешивают стеклянными палочками и охлаждают до комнатной температуры.

3.1.3. Стаканчики с контрольными образцами закрывают крышками и ставят в эксикатор. Перед использованием разогревают в сушильном шкафу при температуре (100±5) °С и перемешивают стеклянной палочкой.

3.2. Подготовка кювет с контрольным образцом

С помощью стеклянной палочки заполняют 2—3 каплями разогретого контрольного образца три кюветы, предварительно подогретые в сушильном шкафу при температуре (100±5) °С.

Кюветы с контрольным образцом охлаждают при комнатной температуре в течение 5—10 мин до загустения. Допускается охлаждать в бане со льдом в течение 2—3 мин до загустения. Излишки контрольного образца убирают подогретым ножом.

Кюветы с контрольным образцом разогревают в сушильном шкафу при температуре (100±5) °С, выдерживают в течение 2—3 мин до получения зеркально ровной поверхности образца и охлаждают при комнатной температуре в течение 40—50 мин. Допускается охлаждать в бане со льдом в течение 5—10 мин.

Кювету с контрольным образцом с помощью пинцета переносят к дифрактометру, устанавливают в центре вставки, укрепленной на столике гониометра с помощью специального кольца.

3.3. Подготовка дифрактометра

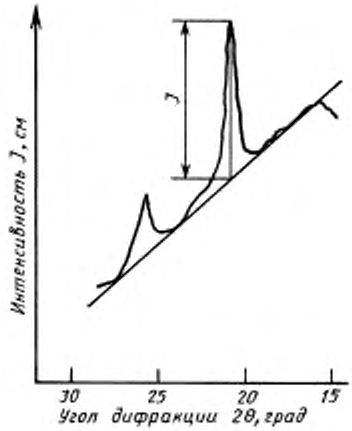
Подбирают условия записи дифрактограмм в соответствии с инструкцией к дифрактометру и рентгеновской трубке с медным анодом и никелевым фильтром. Настраивают аппаратуру так, чтобы высота линии парафинов на дифрактограмме контрольного образца с массовой долей парафинов 8 % составляла 6—7 см. Запись дифрактограммы проводят в области 2θ 6—28° со скоростью развертки 2°/мин.

Аналогично записывают дифрактограммы всех контрольных образцов.

3.4. Построение градуировочного графика

3.4.1. На дифрактограмме контрольных образцов проводят базовую прямую через основание линии парафинов с угловым положением 20—21° (черт. 3). Измеряют в сантиметрах высоту (интенсивность) линии. Для каждого контрольного образца находят среднеарифметическое значение результатов трех параллельных измерений интенсивности.

Интенсивность линии парафина на дифрактограмме битума



Черт. 3

3.4.2. Строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массовую долю парафинов в контрольных образцах, на оси ординат — соответствующее ей среднеарифметическое значение интенсивности линии парафинов.

Градуировочный график проверяют один раз в месяц с использованием двух-трех контрольных образцов.

3.5. Подготовка образцов битумов

Битумы разогревают в сушильном шкафу при температуре на 30—40 °С выше температуры размягчения и тщательно перемешивают стеклянной палочкой. Подготовку кювет с образцами битумов проводят по п. 3.2.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

Записывают дифрактограммы образцов битумов, измеряют интенсивности линии парафинов и находят среднеарифметическое значение трех параллельных измерений, как и при построении градуировочного графика по пп. 3.3 и 3.4.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю парафинов в битумах определяют по градуировочному графику.

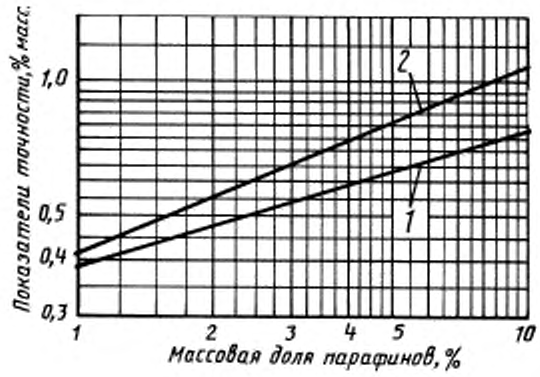
За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух последовательных определений, округленное до первого десятичного знака.

6. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА

6.1. Сходимость

Два результата определения, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения сходимости для большего результата, приведенного на черт. 4.

Зависимость показателей точности от массовой доли парафинов



1 — сходимость; *2* — воспроизводимость

Черт. 4

6.2. Воспроизводимость

Два результата испытания, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значения воспроизводимости для большего результата, приведенного на черт. 4.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством химической и нефтеперерабатывающей промышленности СССР**

РАЗРАБОТЧИКИ

В.В. Фрязинов, канд. техн. наук; **И.И. Шерышева; В.И. Соколова,** канд. хим. наук; **Т.Г. Биктимирова,** канд. хим. наук; **С.Л. Александрова,** канд. хим. наук; **Т.П. Камалова; О.А. Седова**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 09.04.91 № 467**

3. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела
ГОСТ 427—75	1
ГОСТ 2517—85	2
ГОСТ 11506—73	1
ГОСТ 23683—89	1
ГОСТ 25336—82	1

5. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Сентябрь 2004 г.**

Редактор *Л.В. Коретникова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *А.С. Черноусова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 23.09.2004. Подписано в печать 06.10.2004. Усл. печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,45.
Тираж 65 экз. С 4130. Зак. 870.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru