ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ПАРАФИНА

ГОСТ 17789—72

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 665.521.8:543.869:006.354 Группа Б49

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ

Метод определения содержания парафина

Petroleum bitumens.
Method for determination of paraffin content

ГОСТ 17789—72*

ОКСТУ 0209

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 14 июня 1972 г. № 1191 срок введения установлен

с 01.01.74

Проверен в 1986 г. Постановлением Госстандарта от 04.03.86 № 467 срок действия продлен

до 01.01.93

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на нефтяные битумы и устанавливает метод определения содержания парафина в них.

Метод заключается в предварительном осаждении петролейным эфиром асфальтенов из растворенного в бензоле битума, адсорбции смолистых веществ окисью алюминия и выделении парафинов из десорбированной фракции вымораживанием.

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

1.1. При определении содержания парафина применяются:

колонка адсорбционная (высота (700±10) мм, внутренний диаметр (30±2) мм, в верхней части колонки — шаровой резервуар с внутренним диаметром (80±2) мм, в нижней части колонки — кран);

колбы — Кн-1—250 или Кн-2—250, Кн-1—500, или Кн-2—500 по ГОСТ 25336—82, стаканы Н-1—250 по ГОСТ 25336—82;

цилиндры измерительные по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100 и 500 см^3;

аллонж АИ по ГОСТ 25336—82;

чаши фарфоровые выпарительные по ГОСТ 9147—80;

насос водоструйный по ГОСТ 25336—82;

термометр стеклянный, типа ТН-6, по ГОСТ 400—80;

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

** Переиздание (май 1987 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в январе 1983 г. и марте 1986 г. (ИУС 5—83, 6—86)*

дефлегматор и холодильник ХПТ по ГОСТ 25336—82;
эксикатор 2—250 по ГОСТ 25336—82;
стеклянная палочка;
стеклянная пластинка;
баня водяная;
баня для охлаждения пробы битума и ацетон-толуольной смеси;
воронки В-75 или В-100 по ГОСТ 25336—82;
воронка фильтрующая ВФ-1—32-ПОР 40 или ВФ-1—40-ПОР 40 по ГОСТ 25336—82, помещенная в баню для охлаждения;
плитка электрическая с закрытой спиралью;
шкаф сушильный;
весы лабораторные аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г и наибольшим пределом взвешивания 200 г;
печь муфельная;
сито металлическое с сеткой № 07 по ГОСТ 3584—73*;
газ инертный;
толуол по ГОСТ 5789—78;
эфир петролейный марки 70—100;
ацетон-толуольная смесь 1:2; ацетон по ГОСТ 2603—79 (обезвоженный хлористым кальцием) и толуол по ГОСТ 5789—78;
окись алюминия для хроматографии;
фильтры беззольные марки «белая лента» диаметром 150—180 мм;
вата медицинская гигроскопическая;
бумага фильтровальная лабораторная;
охлаждающая смесь: соль поваренная пищевая по ГОСТ 13830—84 и лед мелкоистолченный (или снег);
спирт этиловый сырец по ГОСТ 131—67, или спирт этиловый технический по ГОСТ 17299—78, или спирт этиловый синтетический и твердая углекислота;
весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0.01 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Окись алюминия прокаливают в муфельной печи в фарфоровых выпарительных чашах 12 ч при 500—600°С. Прокаленную окись алюминия хранят в эксикаторе. Отработанная окись алюминия повторно не используется из-за сложности регенерации.

2.2. В нижнюю часть адсорбционной колонки помещают тампон из гигроскопической ваты и небольшими порциями насыпают

* С 01.01.88 вводится в действие ГОСТ 6613—86.

(150±1,0) г окиси алюминия, прокаленной и охлажденной до комнатной температуры.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Пробу битума обезвоживают осторожным нагреванием без перегрева (до температуры на 75—100°С выше температуры размягчения битума, но не выше 180°С) при помешивании стеклянной палочкой.

2.4. Обезвоженный и расплавленный до подвижного состояния битум процеживают через металлическое сито и тщательно перемешивают для полного удаления пузырьков воздуха.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. В предварительно взвешенный стакан вместимостью 250 см³ помещают 5—6 г подготовленной пробы битума, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г.

Навеску испытуемого битума растворяют в 5—10 см³ толуола при подогреве на водяной бане и перемешивании стеклянной палочкой.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Для осаждения асфальтенов к навеске битума прибавляют 40-кратное количество петролейного эфира (взятое по объему к навеске битума), и, накрыв стеклянной пластинкой, помещают стакан в темное место на 24 ч.

Отстоявшийся раствор осторожно, без перемешивания фильтруют через двойной фильтр «белая лента». Осадок переносят на фильтр, ополаскивая колбу, в которой проводилось осаждение асфальтенов, небольшим количеством петролейного эфира в несколько приемов. Асфальтены на фильтре промывают подогретым до ~50°С петролейным эфиром до полного исчезновения масляного пятна на фильтровальной бумаге после испарения эфира.

Из колбы с фильтратом на водяной бане отгоняют большую часть растворителя до получения 20—30 см³ концентрата (остатка) в колбе. При этом используют холодильник, дефлегматор и инертный газ.

3.3. В адсорбционную колонку, заполненную окисью алюминия, наливают 100—120 см³ петролейного эфира для смачивания адсорбента. Когда окись алюминия полностью впитает петролейный эфир, в колонку помещают концентрат фильтрата. Колбу, в которой находился фильтрат, промывают 2—3 раза по 10—15 см³ петролейного эфира, который также наливают в колонку. Когда адсорбент впитает весь фильтрат, в колонку наливают 500 см³ петролейного эфира, включая петролейный эфир, израсходованный на промывку колбы из-под фильтрата.

Скорость истечения раствора поддерживают краном в нижней части колонки в пределах 1,5—3 см³/мин.

От полученного десорбированного раствора из колбы на водяной бане отгоняют петролейный эфир, используя холодильник, дефлегматор и инертный газ.

3.4. Остаток в колбе растворяют в 50 см³ ацетон-толуольной смеси при нагревании до ~50°С на водяной бане. Полученный раствор охлаждают до комнатной температуры, а затем колбу с раствором помещают на 1 ч в предварительно охлажденную до минус 20°С баню.

В этой же бане охлаждают 50 см³ ацетон-толуольной смеси. Одновременно в другой бане при минус 20°С охлаждают в течение 10 мин воронку с фильтром из пористой стеклянной пластинки.

По истечении 1 ч охлажденный раствор продукта фильтруют при минус 20°С через пористый стеклянный фильтр при помощи водоструйного насоса. Парафин со стенок колбы смывают на фильтр в несколько приемов охлажденной ацетон-толуольной смесью. Парафин на фильтре промывают 50 см³ охлажденной смеси.

После окончания фильтрования парафин с фильтра смывают толуолом, нагретым примерно до 60°С, в предварительно взвешенную коническую колбу вместимостью 250 см³. Толуол от парафина отгоняют на водяной бане.

Колбу с парафином доводят до постоянной массы в сушильном шкафу при 105—110°С и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Работу с толуолом и ацетон-толуольной смесью необходимо проводить в вытяжном шкафу.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Содержание парафина (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{G_3},$$

где m_1 — масса колбы с парафином, г;

m_2 — масса колбы без парафина, г;

G_3 — количество битума, взятое на анализ, г.

4.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое двух определений.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА ИСПЫТАНИЙ

5.1. Сходимость метода

Два результата определения, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,5%.

5.2. Воспроизводимость метода

Два результата определения, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 1,6%.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

Группа Б49

Изменение № 3 ГОСТ 17789—72 Битумы нефтяные. Метод определения содержания парафина

Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 15 от 28.05.99)

Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 3327

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан

(Продолжение см. с. 22)

(Продолжение изменения № 3 к ГОСТ 17789—72)

Продолжение

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт

Вводная часть. Второй абзац. Заменить слова: «петролейным эфиром» на «изооктаном или гептаном».

Пункт 1.1. Исключить абзац: «эфир петролейный марки 70—100»;

заменить ссылку: ГОСТ 13830—84 на ГОСТ 13830—91;

(Продолжение см. с. 23)

дополнить абзацами:

«изооктан эталонный по ГОСТ 12433—83;

гептан нормальный эталонный по ГОСТ 25828—83».

Пункт 3.2. Первый абзац. Заменить слова: «петролейного эфира» на «растворителя — изооктана или гептана»;

второй абзац. Заменить слова: «петролейный эфир» (2 раза) и «эфир» на «растворитель».

Пункт 3.3. Первый, третий абзацы. Заменить слова: «петролейный эфир» на «растворитель» (6 раз).

(ИУС № 11 1999 г.)

Редактор *Р. С. Федорова*
Технический редактор *М. И. Максимова*
Корректор *Е. И. Морозова*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 25.05.87 Подп. в печ. 25.05.87 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,29 уч.-изд. л. Тираж 10000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 330