МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 31736— 2012

МАТЕРИАЛЫ БИТУМИНОЗНЫЕ

Определение веществ, нерастворимых в хинолине

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2019

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС), Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса» на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 1 октября 2012 г. № 51-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 ноября 2012 г. № 890-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31736—2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2014 г.

5 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 2318—98 (2008) «Стандартный метод определения нерастворимого в хинолине содержимого смол и пеков» [«Standard test methods for quinoline-insoluble (QI) content of tar and pitch», IDT].

Стандарт разработан Подкомитетом D02.05 по свойствам топлив, нефтяного кокса и углеродных материалов Технического комитета ASTM D02 по нефтепродуктам и смазочным материалам Американского общества по испытаниям и материалам (ASTM).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

В разделе «Нормативные ссылки» ссылки на стандарты ASTM актуализированы.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

7 ПЕРЕИЗДАНИЕ. Август 2019 г.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© Стандартинформ, оформление, 2013, 2019

В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Сущность метода 2
4 Значение и применение метода 2
5 Аппаратура 2
6 Реактивы и материалы 2
7 Требования безопасности 2
8 Отбор проб 3
9 Обезвоживание пробы 3
10 Приготовление рабочей пробы 3
11 Подготовка тиглей 4
12 Проведение испытания 4
13 Расчеты 5
14 Протокол испытания 5
15 Прецизионность и отклонение метода 5

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

МАТЕРИАЛЫ БИТУМИНОЗНЫЕ

Определение веществ, нерастворимых в хинолине

Bituminous materials. Determination of substances insoluble in quinoline

Дата введения — 2014—07—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания нерастворимых в хинолине веществ (QI) в битуминозных материалах (смолах и пеках).

1.2 Поскольку настоящий метод является эмпирическим, при проведении испытания требуется строгое соблюдение всех процедур, предусмотренных данным методом.

1.3 Значения, выраженные в единицах СИ, следует считать стандартными. Настоящий стандарт не содержит значений, выраженных в других единицах измерения.

1.4 Настоящий стандарт не рассматривает всех проблем безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за обеспечение соблюдения техники безопасности, охрану здоровья и определение границ применимости стандарта до начала его применения. Требования безопасности приведены в разделе 7.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные стандарты[1)]. Для недатированных ссылок применяют последнее издание ссылочного стандарта (включая все его изменения).

ASTM D 71—94 (2009), Test method for relative density of solid pitch and asphalt (Displacement method) [Стандартный метод определения относительной плотности твердых пеков и асфальта (Метод вытеснения)]

ASTM D 95—95 (2010), Test method for water in petroleum products and bituminous materials by distillation (Стандартный метод определения воды в нефтепродуктах и битуминозных материалах дистилляцией)

ASTM D 329—07e1, Specification for acetone (Технические требования к ацетону)

ASTM D 362—00 (2006), Specification for industrial grade toluene[2)] (Технические требования к толуолу для технических целей)

ASTM D 850—11, Test method for distillation of industrial aromatic hydrocarbons and related materials (Стандартный метод дистилляции технических ароматических углеводородов и родственных продуктов)

ASTM D 4296—83 (2009), Practice for sampling pitch (Практическое руководство по отбору проб пеков)

ASTM E 1—2007, Specification for ASTM liquid-in-glass thermometers (Технические требования к стеклянным жидкостным термометрам ASTM)

ASTM E 11—2009e1, Specification for woven wire test sieve cloth and test sieves (Технические требования к проволочной ткани и ситам для испытательных целей)

[1)] Ссылки на стандарты ASTM можно уточнить на сайте ASTM website gost.e-ecolog.ru лужбе поддержки клиентов ASTM gost.e-ecolog.ru аюже в информационном томе ежегодного сборника стандартов ASTM (Website standard's Document Summary).

[2)] Отменен. Информацию о последней редакции можно найти на сайте gost.e-ecolog.ru

Издание официальное

3 Сущность метода

3.1 Пробу растворяют в горячем хинолине и фильтруют. Нерастворимые вещества промывают, высушивают и взвешивают.

4 Значение и применение метода

4.1 Настоящий метод применяют для оценки и описания характеристик смол и пеков, а также в качестве одного из методов, предназначенных для определения однородности партии продукции и источников поставки.

5 Аппаратура

5.1 Высокие фильтровальные фарфоровые тигли вместимостью от 25 до 40 мл, с мелкопористым дном, максимальным размером пор 7 мкм.

5.2 Установка для фильтрования, состоящая из фильтровальной колбы и трубки с держателем для тигля.

5.3 Сита с размером отверстий 600 мкм (№ 30) и 250 мкм (№ 60), соответствующие ASTM E 11.

5.4 Электроплитка или водяная баня, обеспечивающая поддержание температуры (75 ± 5) °С.

6 Реактивы и материалы

6.1 Очищенный хинолин, отвечающий требованиям, приведенным ниже.

6.1.1 Интервал температур кипения, в котором перегоняется от 5 % до 95 % хинолина, должен составлять не более 2 °С и включать значение температуры 237,4 °С после внесения поправок на барометрическое давление и выступающий столбик ртути. Перегонка должна выполняться согласно ASTM D 850 с использованием термометра полного погружения с диапазоном измерения от 195 °С до 305 °С и ценой деления 0,5 °С, отвечающего требованиям ASTM E 1, установленным к термометру 69 С.

6.1.2 Относительная плотность хинолина при определении методом по ASTM D 71 или другим методом, эквивалентным по точности, должна составлять 1,092—1,098 при 15,5/15,5 °С.

6.1.3 Хинолин должен быть прозрачным и светлым и должен содержать менее 0,5 % (по объему) воды при определении методом по ASTM D 95. Если хинолин не соответствует данным требованиям, проводят повторно перегонку в полностью стеклянном аппарате, отбрасывая при этом первые 5 % и собирая следующие 90 %. Если хинолин содержит взвешенные частицы, но при этом остается прозрачным и светлым и содержит менее 0,5 % воды, его фильтруют через тигель, содержащий 5 г вспомогательного фильтрующего материала — цеолита.

6.1.4 Хинолин хранят в плотно укупоренном сосуде из темного стекла.

6.2 Технический толуол, соответствующий требованиям ASTM D 362.

6.3 Ацетон, соответствующий требованиям ASTM D 329.

6.4 Концентрированная соляная кислота.

6.5 Аналитический вспомогательный фильтрующий материал цеолит (CAFA). Высушивают до постоянной массы при 105 °С и хранят в плотно укупоренном контейнере.

6.5.1 Не допускается использование других вспомогательных фильтрующих материалов, поскольку их фильтрующие характеристики могут различаться. Вспомогательный фильтрующий материал цеолит (CAFA) производится только компанией «Manville Co.» и распространяется через компании, занимающиеся поставкой продукции для научных целей.

7 Требования безопасности

7.1 Пары растворителей должны удаляться из всех рабочих зон посредством использования соответствующих вытяжных шкафов. Во всех рабочих зонах не должно быть источников искрообразования или пламени. Не допускается вдыхать пары хинолина, следует избегать длительного контакта хинолина с кожей. Толуол является токсичной и легковоспламеняющейся жидкостью.

7.2 Соблюдают соответствующие меры предосторожности при обращении с разбавленной и концентрированной соляной кислотой.

8 Отбор проб

8.1 Пробы из партии отбирают в соответствии с ASTM D 4296. Пробы не должны содержать посторонних веществ. Пробу перед отбором представительной порции для испытания или обезвоживания тщательно перемешивают.

9 Обезвоживание пробы

9.1 Твердый пек

Если проба, отобранная из партии твердого материала, содержит свободную воду, представительную порцию данной пробы высушивают в сушильном шкафу с принудительной циркуляцией воздухом при температуре 50 °С.

9.2 Мягкий пек

При наличии воды, определяемой по образованию при нагревании на поверхности продукта пены, представительную порцию отобранной из партии пробы выдерживают при температуре 125 °С — 150 °С в открытом сосуде до исчезновения с ее поверхности пены. Принимают меры по предотвращению перегревания и сразу же после исчезновения пены удаляют источник нагревания.

9.3 Смолы

Пробу влажной смолы обезвоживают или используют для испытания в том виде, в котором она была доставлена, при условии соблюдения условий, установленных в 9.3.1 и 9.3.2.

9.3.1 Обезвоживание представительной порции пробы проводят при атмосферном давлении, используя простой перегонный аппарат, аналогичный используемому в методе испытания по ASTM D 850. Перегонку прекращают при достижении температуры 170 °С. Отделяют масла от перегнанной воды (при наличии кристаллов выполняют нагревание для обеспечения их растворения) и тщательно перемешивают с остатком пека в сосуде для перегонки после его охлаждения до умеренной температуры.

9.3.2 В качестве альтернативы (без проведения обезвоживания) определяют содержание воды, используя метод испытания по ASTM D 95, и если содержание воды составляет менее 10 % (по массе), содержание нерастворимых в хинолине веществ (QI) приводят к массе сухого вещества (13.2). Данный альтернативный метод применяется только для стабильных эмульсий воды в смоле, т. е. для испытания проб смол, при выдерживании которых в состоянии покоя в течение 24 ч при комнатной температуре не происходит выделение воды.

10 Приготовление рабочей пробы

10.1 Твердый пек

Если пек можно измельчить при комнатной температуре, готовят рабочую пробу массой 20 г путем соответствующего измельчения, перемешивания и квартования представительной порции высушенной пробы. Измельчение можно выполнить при помощи небольшой щековой дробилки и муллитовой ступки и пестика. Размер частиц представительной пробы должен быть не более 5 мм в любом направлении. Измельчают пробу таким образом, чтобы она вся прошла через сито с диаметром отверстий 250 мкм (№ 60) и имела минимальное количество мелких частиц. Хранят просеянную рабочую пробу в плотно закрытом сосуде и используют в течение 24 ч (см. 10.4).

10.2 Мягкий пек

Если пек слишком мягкий для измельчения и слишком липкий для перемешивания, нагревают представительную порцию высушенной пробы до минимальной температуры, при которой обеспечивается ее прохождение через сито с диаметром отверстий 600 мкм (№ 30), не допуская при этом чрезмерной потери летучих веществ. Нагревание должно быть не более 10 мин. Пропускают нагретую пробу через сито с диаметром отверстий 600 мкм для удаления посторонних веществ.

10.3 Смолы

Нагревают представительную порцию высушенной смолы до минимальной температуры, при которой обеспечивается ее прохождение через сито с диаметром отверстий 600 мкм (№ 30), затем фильтруют через указанное сито для удаления посторонних веществ.

10.4 Хранение проб

Пробы хранят в виде крупных кусков или затвердевших расплавов в закрытых сосудах. Рабочие пробы используют в течение 24 ч после измельчения и просеивания, поскольку в составе измельченного пека иногда происходят изменения.

11 Подготовка тиглей

11.1 Если тигель после тщательной очистки (см. 11.2) использовался менее чем для шести определений, его очищают следующим образом: удаляют слой цеолита, моют тигель дистиллированной водой, высушивают и прокаливают в муфельной печи в течение 1 ч при температуре приблизительно 800 °С. Тигель медленно охлаждают, помещая его в сушильный шкаф на 1 ч после извлечения из муфельной печи, для предотвращения растрескивания и в теплом состоянии помещают в эксикатор.

11.2 После использования тигля для проведения шести определений удаляют остаточную золу из пор в зоне фильтрования путем кипячения в разбавленной (1:1) соляной кислоте (добавляют равный объем концентрированной соляной кислоты к дистиллированной воде). Затем тигель кипятят в дистиллированной воде, тщательно промывают обратным потоком дистиллированной воды, сушат и прокаливают согласно 11.1.

12 Проведение испытания

12.1 Все операции взвешивания и регистрацию результатов выполняют с точностью до 1 мг.

12.2 Используют пробу массой, обеспечивающей получение от 75 до 150 мг веществ, нерастворимых в хинолине. Если для выполнения указанного условия масса пробы должна составлять менее минимально допустимого значения (0,5 г), для проведения испытаний используют пробу массой 0,5 г.

12.3 Переносят (1,0 ± 0,1) г цеолита (CAFA) в чистый сухой фильтровальный тигель. Сразу же взвешивают и записывают массу тигля с цеолитом (CAFA).

12.4 Помещают необходимое количество пробы в предварительно взвешенный стакан и взвешивают. Рассчитывают и записывают массу пробы. Переносят около половины CAFA из тигля в стакан с пробой. Равномерно распределяют остаток CAFA по дну тигля.

12.5 Добавляют 25 мл хинолина в стакан, одновременно перемешивая смесь стеклянной палочкой или термометром для разрушения комков, затем накрывают стакан небольшим часовым стеклом. Помещают стакан и промывные воды, содержащие хинолин, на электроплитку или водяную баню, поддерживаемую при температуре (75 ± 5) °С. (Для предотвращения опрокидывания стакана в водяной бане допускается использовать подходящий груз.) Растворяют смесь в течение не менее 20 мин. Периодически перемешивают содержимое стакана для ускорения растворения. Полноту растворения контролируют по наличию на дне стакана нерастворившегося пека.

12.6 Устанавливают фильтровальную трубку с держателем в фильтровальную колбу и помещают в держатель предварительно подготовленного и взвешенного тигля. Осторожно добавляют в тигель хинолин в количестве, достаточном для смачивания цеолита. Применяют всасывание и формируют слой равномерно распределенного цеолита. Продолжают всасывание до завершения фильтрования, сопровождающегося промыванием осадка хинолином.

12.7 Выливают горячую смесь хинолина и пека в тигель, пока цеолит в тигле еще влажный, не повреждая его слой. Перемешивают смесь в стакане перед наливанием очередных порций в тигель. Дают содержимому тигля полностью стечь таким образом, чтобы нерастворимый остаток на фильтре оставался слегка увлажненным.

12.8 Промывают стакан, термометр и стеклянную палочку для перемешивания и тигель небольшими порциями (по 2—3 мл каждая) хинолина при (75 ± 5) °С из промывалки. Всю промывную жидкость пропускают через фильтр. Перед добавлением следующей порции промывной жидкости ожидают, пока предыдущая порция практически полностью не пройдет через фильтр. Используют подходящий резиновый скребок для переноса из стакана нерастворимых частиц в тигель. Повторяют промывку хинолином

до тех пор, пока фильтрат не станет такого же цвета, как и хинолин, используемый для промывания. Обычно достаточно выполнить 12 промываний.

12.9 После того как последняя порция хинолина для промывания пройдет через фильтр, наливают в тигель толуол и промывают толуолом в количестве 75—100 мл, применяя вакуум. После того как весь толуол пройдет через фильтр, содержимое тигля промывают аналогичным образом ацетоном. Применяют полный вакуум в течение не менее 5 мин после промывания ацетоном. Извлекают тигель и протирают его наружные стенки мягкой тканью или салфеткой, смоченной ацетоном.

12.9.1 При промывании хинолином и толуолом слой вспомогательного фильтрующего материала (CAFA) не должен высыхать полностью, поскольку скорость фильтрования может значительно снизиться.

12.10 Помещают фильтровальный тигель в сушильный шкаф при температуре 105 °С — 110 °С и высушивают до постоянной массы (± 1 мг). При извлечении горячего тигля из сушильного шкафа запах хинолина должен отсутствовать. Переносят тигель в эксикатор и охлаждают в течение 25 мин, затем взвешивают и записывают массу фильтровального тигля и его содержимого (см. 12.1).

12.10.1 Нерастворимое вещество на фильтре после промывания ацетоном не должно иметь запаха хинолина, наличие которого свидетельствует о недостаточном промывании. При наличии запаха хинолина испытание проводят повторно.

12.11 Если масса веществ, нерастворимых в хинолине, составляет менее 75 мг или более 150 мг, повторяют определение, используют пробу с откорректированной массой, составляющей не менее 0,5 г (см. 12.2).

13 Расчеты

13.1 Рассчитывают содержание QI по формуле

$$QI, \text{ масс. } \% = [(A - B)/C] \cdot 100, \quad (1)$$

где A — общая масса фильтровального тигля с фильтрующим материалом CAFA и веществ, нерастворимых в хинолине, г;

B — масса фильтровального тигля с сухим фильтрующим материалом CAFA, г;

C — масса пробы, взятой для определения, г.

13.2 При определении содержания нерастворимого хинолина в пробе влажной смолы (см. 9.3.2) значение QI, рассчитанное согласно 13.1, приводят к сухой массе следующим образом:

$$QI, \text{ масс. } \% \text{ (сухая масса)} = \frac{QI, \text{ масс. } \% \text{ (влажная масса)}}{(100 - \text{содержание в смоле воды, масс. } \%)} \cdot 100. \quad (2)$$

14 Протокол испытания

14.1 Результат определения содержания QI записывают в протокол испытания с округлением до 0,1 %.

15 Прецизионность и отклонение метода

15.1 Оценку приемлемости результатов (при доверительной вероятности 95 %) проводят на основании следующих критериев:

15.1.1 Повторяемость

Результаты двух параллельных определений, полученные одним и тем же оператором, считаются недостоверными, если расхождение между ними составляет более 0,2 при содержании QI ≤ 4 % или более 0,3 при содержании QI > 4 %.

15.1.2 Воспроизводимость

Результаты определения, полученные каждой из двух лабораторий и представляющие собой среднеарифметическое результатов двух параллельных определений, считаются недостоверными, если расхождение между ними составляет более 0,3 при содержании QI ≤ 4 % или более 0,6 при содержании QI > 4 %.

15.2 Отклонение

Отклонение настоящего метода не установлено, поскольку содержание веществ, нерастворимых в хинолине, определяется только по методу настоящего стандарта.

УДК 665.6.033:006.354 МКС 75.140

Ключевые слова: битуминозные материалы, смолы, пек, содержание веществ, нерастворимых в хинолине, определения

Редактор *Н.Е. Рагузина*
Технические редакторы *В.Н. Прусакова, И.Е. Черепкова*
Корректор *Е.М. Поляченко*
Компьютерная верстка *Г.В. Струковой*

Сдано в набор 19.08.2019. Подписано в печать 27.08.2019. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,75.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru