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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# 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

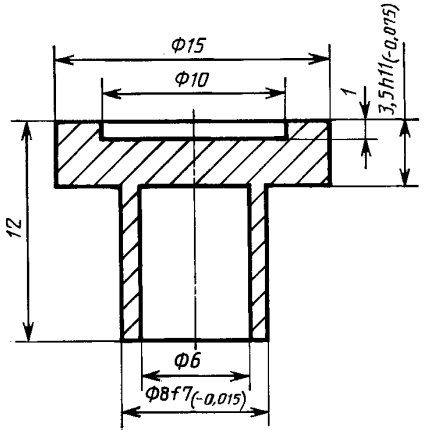
Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой доли парафинов в нефтяных битумах.

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

## 1. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ

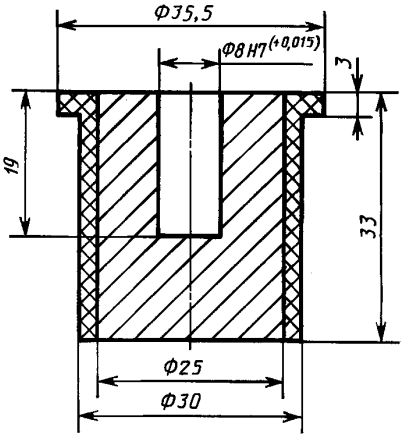
Дифрактометр рентгеновский общего назначения типа ДРОН.
Шкаф сушильный, обеспечивающий нагрев до 200 °С с погрешностью не более 5 °С.
Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с пределом взвешивания 200 г.
Эксикатор по ГОСТ 25336.
Стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ-34/12 по ГОСТ 25336.
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**

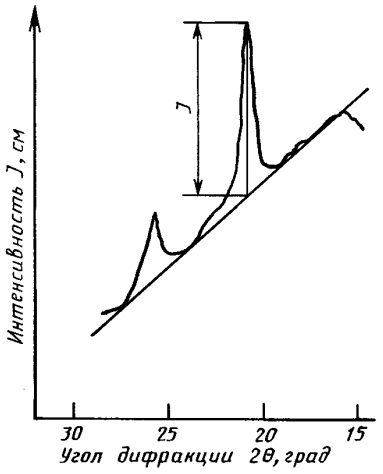
Подбирают условия записи дифрактограмм в соответствии с инструкцией к дифрактометру и рентгеновской трубке с медным анодом и никелевым фильтром. Настраивают аппаратуру так, чтобы высота линии парафинов на дифрактограмме контрольного образца с массовой долей парафинов 8 % составляла 6—7 см. Запись дифрактограммы 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.

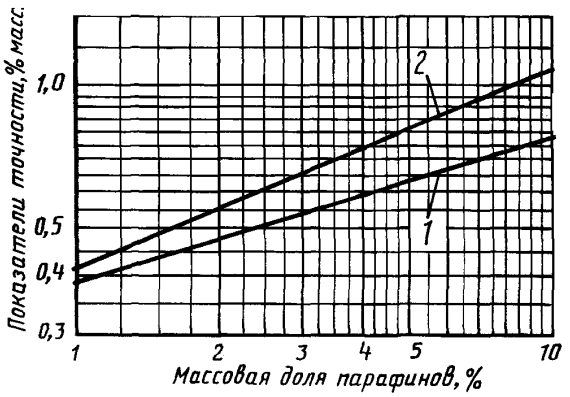
За результат испытания принимают среднеарифметическое значение результатов двух последовательных определений, округленное до первого десятичного знака.

## 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.
gost.e-ecolog.ru e-mail: gost.e-ecolog.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