

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР**

БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ПАРАФИНА

ГОСТ 17789—72

Издание официальное



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва**

Цена 3 коп.

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 см³;

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**

* Перечисленные (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°C. 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.

($150 \pm 1,0$) 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 $75\text{—}100^\circ\text{C}$ выше температуры размягчения битума, но не выше 180°C) 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 см^3 помещают $5\text{—}6$ г подготовленной пробы битума, взвешенного с погрешностью не более $0,01$ г.

Навеску испытуемого битума растворяют в $5\text{—}10\text{ см}^3$ 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 $\sim 50^\circ\text{C}$ 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 $20\text{—}30\text{ см}^3$ концентрата (остатка) в колбе. При этом используют холодильник, дефлегматор и инертный газ.

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

Скорость истечения раствора поддерживают краном в нижней части колонки в пределах $1,5\text{—}3\text{ см}^3/\text{мин}$.