
МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)

INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ

ГОСТ
32269—
2013

БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ

Метод разделения на четыре фракции

Издание официальное



Москва
Стандартинформ
2014

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0–92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2–2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 160 «Продукция нефтехимического комплекса», Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский центр стандартизации, информации и сертификации сырья, материалов и веществ» (ФГУП «ВНИЦСМВ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по переписке (протокол от 28 августа 2013 г. № 58-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
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Молдова	MD	Молдова-Стандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Настоящий стандарт идентичен стандарту ASTM D 4124–09 Standard test method for separation of asphalt into four fractions (Стандартный метод разделения нефтяного битума на четыре фракции).

Стандарт разработан Комитетом ASTM D02 «Нефтепродукты и смазочные материалы» и находится под контролем подкомитета D02.05 «Характеристики топлива, нефтяного кокса и углеродных материалов» Американского общества по испытаниям и материалам.

Перевод с английского языка (en).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.6).

Официальные экземпляры стандарта ASTM, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, стандарты ASTM, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным стандартам приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия – идентичная (IDT)

5 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 28 августа 2013 г. № 751-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 32269–2013 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет.

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

БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ
Метод разделения на четыре фракции

Petroleum bitumens. Method of separation into four fractions

Дата введения – 2015—01—01

1 Область применения

1.1 Настоящий стандарт устанавливает метод разделения нефтяных битумов на четыре определенных фракции: насыщенных углеводородных соединений, нафтеновых ароматических соединений, полярных ароматических соединений и асфальтенов, нерастворимых в изооктане. Настоящий стандарт также применяют для выделения фракций насыщенных, нафтеновых ароматических и полярных ароматических углеводородов из таких продуктов перегонки, как вакуумные газойли, смазочные масла и продукты рециркуляции. Эти продукты перегонки обычно не содержат асфальтены.

1.2 Значения в единицах системы СИ являются стандартными.

1.3 В настоящем стандарте не предусмотрено рассмотрение всех вопросов обеспечения безопасности, связанных с его применением. Пользователь настоящего стандарта несет ответственность за установление соответствующих правил по технике безопасности и охране здоровья, а также определяет целесообразность применения законодательных ограничений перед его использованием.

1.4 Так как точностные показатели настоящего метода не были разработаны, настоящий стандарт применяют только для исследовательских или информационных целей.

Настоящий стандарт не применяют для решения вопроса о принятии или отклонении материала при торговле.

2 Нормативные ссылки

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

ASTM D 140 Standard practice for sampling bituminous materials (Стандартная методика отбора проб битуминозных материалов)

Manual on Hydrocarbon Analysis(Руководство по анализу углеводородов)²⁾

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **асфальтены или нерастворимые в алканах вещества** (asphaltenes or alkane insolubles): Нерастворимые вещества, которые могут быть выделены из битума после его кипячения в н-алкане (в некоторых случаях в разветвленном алкане) при определенных в настоящем стандарте условиях.

3.2 **нафтены** (naphthens): Углеводородные циклические соединения с общей формулой C_nH_{2n} , производные циклопентана и циклогексана, определенные в нефтях.

¹⁾ Стандарты ASTM можно найти на ASTM website, www.astm.org или следует обратиться к службе ASTM по работе с клиентами на service@astm.org. Относительно тома ежегодного сборника стандартов ASTM следует обратиться на страницу ASTM Website standard's Document Summary.

²⁾ Доступно в ASTM как PCN 03-332030-12.

3.3 ароматические нафтенy (naphthene aromatics): Соединения, адсорбирующиеся на прокаленном оксиде алюминия CG-20 в присутствии *n*-гептана и десорбирующиеся толуолом после выделения насыщенных соединений при установленных условиях.

3.4 петролены (мальтены) [petrolenes (maltenes)]:

1) соединения, входящие в состав битума, которые растворяются в *n*-алканах (в некоторых случаях в разветвленных алканах) с числом атомов углерода от 5 до 10, наиболее часто используется *n*-гептан;

2) низкомолекулярные вещества, растворимые в алканах, выделяемые после выделения асфальтенов из кипяченой смеси при определенных условиях, описанных в настоящем и других аналогичных методах.

3.5 полярные ароматические соединения (смолы) [polar aromatics (resins)]: Вещества, десорбирующиеся смесью толуола с метанолом (в соотношении 50 : 50) и трихлорэтиленом из прокаленного оксида алюминия CG-20 после выделения фракций насыщенных и нафтенowych ароматических соединений при определенных условиях.

3.6 насыщенные углеводороды (saturates): Вещества, которые при определенных условиях не абсорбируются на прокаленном оксиде алюминия CG-20 при протекании через него с алкановым элюатом.

4 Сущность метода

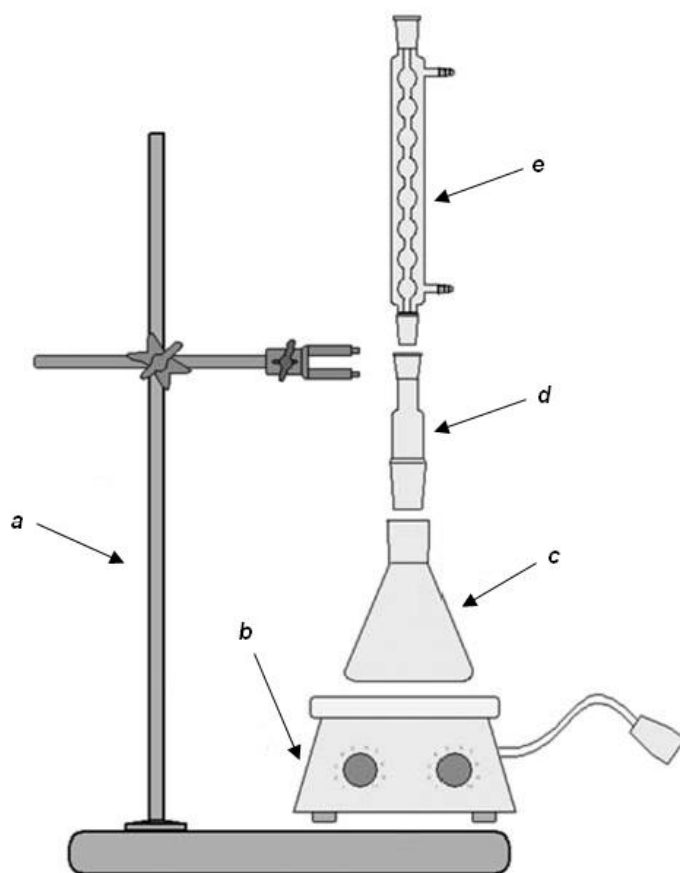
4.1 Из образца, содержащего четыре определенные фракции, сначала выделяют асфальтены, нерастворимые в алканах, и петролены, растворимые в алканах. Затем петролены адсорбируют на прокаленном оксиде алюминия CG-20 и разделяют на фракции насыщенных, нафтенowych ароматических и полярных ароматических углеводородов откачиванием элюотропного ряда из элюентов вверх через стеклянную хроматографическую колонку с прокаленным оксидом алюминия. Извлеченные фракции выделяют удалением растворителя до окончательного взвешивания. Три извлеченные фракции и выпавшие в осадок в алкане асфальтены составляют четыре фракции в соответствии с определениями в разделе 3.

5 Назначение и применение

5.1 В соответствии с настоящим методом битум разделяют на четыре определенные фракции. Анализ фракций может быть использован для оценки состава битума 1, 2. Например, можно сравнить соотношение фракций с другими битумными системами, чтобы оценить параметры переработки и старения, характеризующие эксплуатационные свойства битума.

6 Аппаратура и оборудование

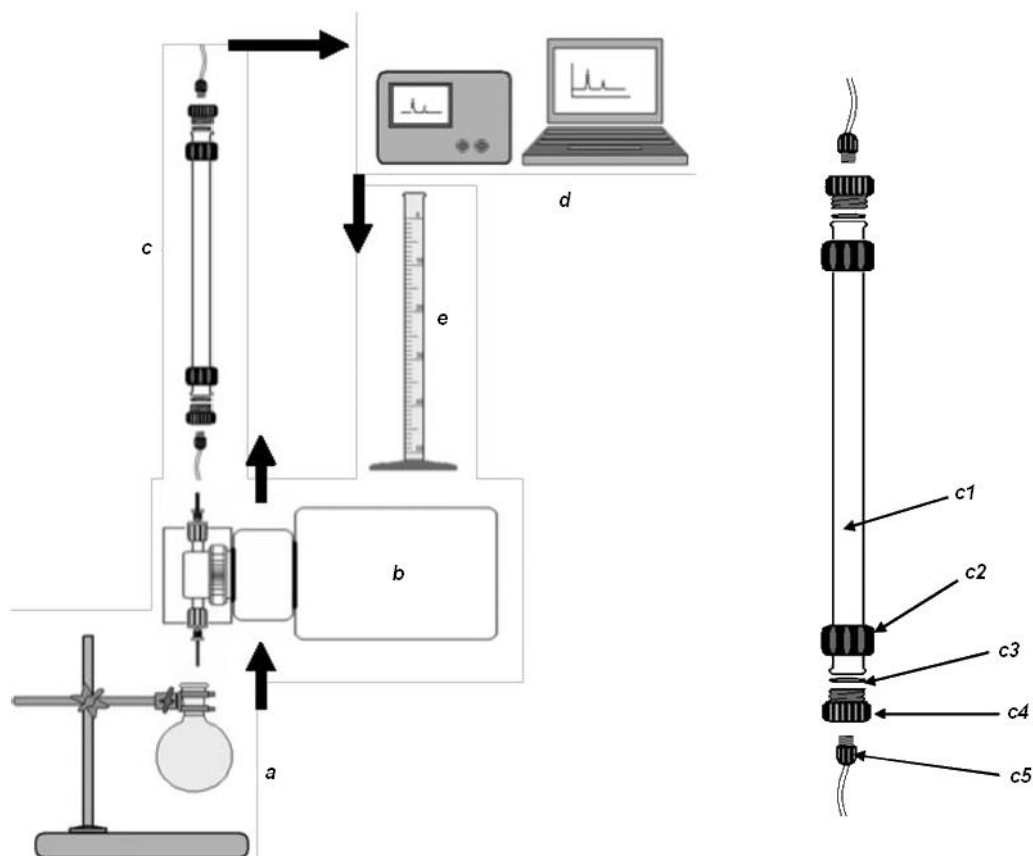
6.1 Аппарат с противотоком для разделения асфальтенов/мальтенов, приведенный на рисунке 1 (описание деталей см. в 6.1.1)



a - кольцевой штатив с зажимом; *b* - пластина, распределяющая нагрев; *c* - колба Эрленмейера с горлышком из спеченного стекла с шлифом 29/42; *d* – переходник с горлышка из спеченного стекла с шлифом 29/42 на 24/40; *e* - холодильник Аллина со стеклянным горлышком с шлифом 24/40
Рисунок 1 – Аппарат для разделения асфальтенов/мальтенов

6.1.1 Аппарат (рисунок 1) состоит из: *a* - кольцевого штатива с зажимом; *b* - пластины, распределяющей нагрев; *c* - колбы Эрленмейера с горлышком из спеченного стекла с шлифом 29/42; *d* – переходника с горлышка из спеченного стекла с шлифом 29/42 на 24/40; *e* – обратного холодильника Аллина со стеклянным горлышком с шлифом 24/40.

6.2 Аппарат с хроматографической колонкой, приведенный на рисунке 2 (описание деталей см. в 6.2.1 – 6.2.5).



a - кольцевой штатив с зажимом и круглодонной колбой вместимостью 25 см³ или колбой Эрленмейера; *b* - насос-дозатор; *c* - герметичная стеклянная LC- колонка: *c1* - стеклянная колонка, *c2* - манжета; *c3* - диафрагма; *c4* - концевая пластинка; *c5* - трубная гайка/соединительная муфта и трубка; *d* - УФ-детектор с системой сбора данных (диапазон длины волны: 200 - 500 нм; разрешение: 0,1 нм); *e* - мерный цилиндр

Рисунок 2 – Хроматографическая колонка для разделения битума с помощью элюирования-адсорбции

6.2.1 LC-аппарат (рисунок 2) состоит из: *a* – кольцевого штатива с зажимом и круглодонной колбой вместимостью 25 см³ или колбой Эрленмейера; *b* – насоса-дозатора; *c* – герметичной стеклянной LC-колонки, состоящей из: *c1* – стеклянной колонки, *c2* – манжеты, *c3* – диафрагмы, *c4* – концевой пластинки, *c5* – трубной гайки/соединительной муфты и трубки; *d* – УФ-детектора с системой сбора данных (диапазон длины волны: 200 - 500 нм, разрешение: 0,1 нм); *e* – мерного цилиндра.

6.2.2 УФ-детектор с системой сбора данных (рисунок 2)

УФ-детектор с системой сбора данных, пригодный для применения в жидкостной хроматографии или высокоэффективной жидкостной хроматографии, используемый для определения момента начала выхода фракции (по максимальному отклику), когда они элюируют из колонки.

6.2.3 Насос-дозатор (рисунок 2)

Поршень и поршневые камеры должны быть изготовлены из материалов, устойчивых к воздействию растворителей, используемых для проведения испытания. Диапазон расхода должен быть 0,1 – 5,0 см³/мин с точностью ± 0,1 см³/мин.

6.2.4 LC-колонка с водяной рубашкой

Закрытая стеклянная колонка для жидкостной хроматографии длиной 70 см, диаметром 1,5 см (объемом 124 см³). LC-колонка представляет собой закрытую колонку с концевыми пластинками, содержащими мембраны, пропускающие растворитель, и отверстиями диаметром 6,35 мм (1/4 дюйма) для установки фитингов трубок.

6.2.5 Охлаждающий/нагревающий термостат

Охлаждающий/нагревающий термостат, поддерживающий температуру от 0 °C до 100 °C с точностью ± 0,1 °C, с циркуляцией воды через водяную рубашку LC-колонки, обеспечиваемой шлангом высокого давления внутренним диаметром 15,9 мм (5/8 дюйма)

6.3 Оборудование

6.3.1 Вспомогательное оборудование

Вспомогательное оборудование – вытяжной шкаф, источник вакуума, источник азота, источник холодной воды, продутая азотом вакуумная сушильная печь, ротационный испаритель растворителя (с водяной и масляной баней), испаритель с током газообразного азота с нагревающей водяной баней.

6.3.2 Колбы Эрленмейера вместимостью 25 и 500 см³ со стеклянной пробкой.

6.3.3 Грушевидные колбы.

6.3.4 Мерный цилиндр.

6.3.5 Воронка Бюхнера из фриттованного стекла вместимостью 60 – 100 см³ (средней пористостью 10 – 15 мкл по ASTM).

6.3.6 Колба для отсасывания вместимостью 1 – 2 дм³.

6.3.7 Промывочные бутылки из политетрафторэтилена вместимостью 0,5 дм³.

6.3.8 Аналитические весы с пределом взвешивания до 250 г, с точностью $\pm 0,0001$ г.

6.3.9 Электрическая плитка для перемешивания и нагревания.

6.3.10 Флаконы из боросиликатного стекла для образцов вместимостью 25 и 50 см³ чистые, с крышками с тефлоновым покрытием.

6.3.11 Маленькие стеклянные воронки.

6.3.12 Маленькая тефлоновая или устрочивая к воздействию растворителя воронка.

6.3.13 Тефлоновые муфты для горлышек колб размером 24/40 и 29/42.

6.3.14 Армированный шланг высокого давления внутренним диаметром 15,9 мм (5/8 дюйма).

6.3.15 Прозрачные трубки, устойчивые к воздействию органических растворителей, внутренним диаметром 1,59 мм (1/16 дюйма) и наружным диаметром 3,17 мм (1/8 дюйма).

6.3.16 Фитинги для трубок – стандартная гайка наружным диаметром 6,35 мм (1/4 дюйма) с отверстием для трубки наружным диаметром 3,17 мм (1/8 дюйма) и соединительной муфтой длиной 3,17 мм (1/8 дюйма).

7 Абсорбенты и реактивы

7.1 Оксид алюминия¹⁾ для хроматографии CG-20, прокаленный при температуре 425 °С в течение 16 ч, хранящийся в вакуумном эксикаторе в герметичных бутылках 3 – 5 ч.

7.2 Чистота реактивов

При подготовке образцов и проведении испытаний используют реактивы для высокоэффективной жидкостной хроматографии. Если нет других указаний, считают, что все реактивы соответствуют спецификации Комитета по аналитическим реактивам Американского химического общества²⁾. Могут быть использованы реактивы других классов, если будет установлено, что реактив имеет достаточно высокую чистоту и при его использовании не снижается точность определения.

7.3 Реактивы

7.3.1 Изеооктан (2,2,4-триметилпентан) для высокоэффективной жидкостной хроматографии с содержанием воды 0,01 %.

7.3.2 *n*-Гептан для высокоэффективной жидкостной хроматографии с содержанием воды 0,01 %.

7.3.3 Метанол для высокоэффективной жидкостной хроматографии с содержанием воды 0,01 %.

7.3.4 Тoluол для высокоэффективной жидкостной хроматографии с содержанием воды 0,001 %.

7.3.5 Трихлорэтилен класса Американского химического общества с содержанием воды 0,02 %, температурой кипения от 86,5 °С до 87,5 °С.

¹⁾ Доступен в EMD Chemicals, Inc., P.O. Box 70, 480 Democrat Road, Gibbstown, NJ 08027 (Product Code AX0612), CAS Number: 1344-28-1, 2.5 kg Chromatographic Grade Alumina (Al₂O₃) 80-200 mesh CAS 1344-28-1, Cat # EM-AXO612-3.

²⁾ Химические реактивы по спецификации Американского химического общества (Американское химическое общество, Вашингтон, округ Колумбия). Для предложений по испытаниям реактивов, отсутствующих в перечне Американского химического общества, см. ежегодник стандартов лабораторных реактивов, BDH ООО, Пул, Дорсет, Великобритания и в Фармакопее США и Национальном формуляре, США фармакопейная Конвенция, Inc (USPC), Роквилл, штат Мэриленд.

8 Меры предосторожности

8.1 Большинство органических растворителей, используемых в настоящем методе, огнеопасно и в некоторой степени токсично. Паспорта безопасности MSDS можно получить у поставщика. С растворителями следует обращаться осторожно и только в хорошо проветриваемых местах, таких как вытяжной шкаф. Все рабочие зоны должны быть изолированы от искр, огня или других источников высокой температуры.

9 Разделение битума на асфальтены и петролены (мальтены)

9.1 Представительные образцы битума, не содержащие посторонних веществ, должны быть отобраны в соответствии с ASTM D 140. Образцы для испытаний можно охлаждать для облегчения дробления или нагревать для облегчения переливания.

Предупреждение – Не допускается нагревать образцы более чем на 50 °C выше ожидаемой температуры размягчения материала, которая составляет приблизительно 100 °C.

9.2 Переносят 2,000 г битума с точностью до 0,001 г во взвешенную колбу Эрленмейера вместимостью 500 см³ и записывают массу битума $M_{\text{битум}}$. Охлаждают образец битума, если его нагревали для налива, перед добавлением изооктана в соотношении 100 см³ растворителя на 1 г образца. К образцу битума в колбе Эрленмейера вместимостью 500 см³ добавляют $(200,0 \pm 0,1)$ см³ изооктана для высокоэффективной жидкостной хроматографии.

9.3 В вытяжном шкафу размерами, позволяющими разместить аппаратуру и вспомогательное оборудование, используемые для выполнения этой процедуры, собирают аппарат с противотоком в соответствии с рисунком 1. В колбу Эрленмейера вместимостью 500 см³ с раствором образца устанавливают мешалку. Помещают колбу Эрленмейера вместимостью 500 см³ на плитку для перемешивания и нагревания. Вставляют обратный холодильник Аллина в горлышко колбы Эрленмейера (примечание 1). Закрепляют горлышко колбы Эрленмейера и обратного холодильника Аллина зажимами к кольцевому штативу или лабораторному кронштейну в вытяжном шкафу. Подключают обратный холодильник Аллина к источнику холодной воды с помощью шланга высокого давления внутренним диаметром 15,9 мм (5/8 дюйма) и закрепляют хомутами все соединения.

Примечание 1 - Помещают тефлоновые муфты для горлышек колб между фитингами из спеченного стекла для обеспечения легкой разборки аппарата.

9.4 Медленно нагревают раствор образца битума на плитке для перемешивания и нагревания до начала обратного течения раствора. Поддерживают температуру раствора вблизи точки кипения изооктана (99 °C). После начала обратного течения раствора медленно перемешивают содержимое колбы. Перемешивают содержимое колбы Эрленмейера вместимостью 500 см³ в течение 1 – 2 ч до исчезновения видимых нерастворенных частиц битума со стенок колбы. После полного растворения образца перемешивают раствор с обратным течением еще 1 ч (примечание 2).

Примечание 2 - Обычно достаточно 2 ч для растворения измельченного битума. При сквозняках или испытании модифицированных битумов время растворения может быть увеличено до 3 ч.

9.5 После нагревания при перемешивании в течение 2 – 3 ч выключают нагревательный элемент плитки и охлаждают образец, перемешивая. Продолжают перемешивать охлажденный раствор образца в течение дополнительных 2 ч после охлаждения, затем прекращают перемешивание, снимают обратный холодильник Аллина, закрывают колбу пробкой и выдерживают раствор образца до фильтрации в течение

2 ч (примечание 3).

Примечание 3 – После завершения нагревания и перемешивания промывают аппарат изооктаном объемом 10–20 см³, наливая растворитель в верхнюю часть холодильника с помощью промывочной бутылки.

9.6 Помещают воронку Бюхнера из пористого стекла (вместимостью 60 см³, средней пористостью 10–15 мкл по ASTM) на всасывающую колбу вместимостью

1 дм³ с фильтрационным кольцом. Присоединяют всасывающую колбу к источнику вакуума с холодной ловушкой шлангом высокого давления хомутами и закрепляют всасывающую колбу на кольцевом штативе зажимом. Перед фильтрацией определяют массу воронки Бюхнера из фриттованного стекла.

9.7 Фильтруют раствор образца битума, подготовленный по 9.2 - 9.5, количественно перенося его из колбы Эрленмейера в воронку Бюхнера, вставленную в колбу для отсасывания, подсоединенную к вакууму.

9.8 Количественно переносят отфильтрованный раствор, используя стеклянную воронку, в грушевидную колбу вместимостью 1 дм³, закрепленную в кольцевом штативе (этот раствор содержит первую часть петроленов, растворенных в изооктане). Помещают грушевидную колбу вместимостью

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/468104106137006032>