

ROPA NAFTOWA GAZ ZIEMNY I PRZETWORY NAFTOWE	NORMA BRANŻOWA	BN-64
	Analiza grupowa asfaltów	0538-02
		Grupa katalogowa II 49

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest analiza grupowa asfaltów według zmodyfikowanej metody Łysichina polegającej na ilościowym oznaczaniu w asfaltach zawartości oleju, żywicy i asfaltenów wydzielonych w warunkach określonych normą.

1.2. Określenia

- a) Olej - rozpuszczalna w acetonie część asfaltu.
- b) Żywice - nierozpuszczalna w acetonie, a rozpuszczalna w mieszaninie aceton-benzen (w stosunku 3:2,5 obj.) część asfaltu.
- c) Asfalteny - nierozpuszczalna w acetonie ani w mieszaninie aceton-benzen (w stosunku 3:2,5 obj.) część asfaltu.

1.3. Normy związane

PN-66/C-04000 Ropa naftowa i przetwory naftowe. Pobieranie próbek

2. METODA OZNACZANIA

2.1. Przyrządy i materiały

- a) Kolby stożkowe pojemności 200 ml - 2 sztuki.
- b) Kolby stożkowe pojemności 100 ml - 4 sztuki.
- c) Chłodnica zwrotna.
- d) Chłodnica Liebiga.
- e) Tygla z filtrem ze szkła spiekanego G-4 - 2 sztuki lub lejki z filtrem ze szkła spiekanego G-4.
- f) Uszczelka gumowa do tygla.
- g) Kolba próżniowa ssawkowa 250 ml - 2 sztuki.
- h) Zlewka pojemności 50 ml - 2 sztuki.
- i) Lejek do tygli - 2 sztuki.
- j) Lejek o średnicy 50 ÷ 60 mm. - 2 sztuki.
- k) Pompa próżniowa mechaniczna olejowa lub wodna.
- l) Waga analityczna.
- ł) Suszarka próżniowa.
- m) Płytki elektryczne lub łożnia wodna.

2.2. Odczynniki

- a) Benzen cz.d.a.
- b) Aceton cz.d.a.
- c) Mieszanina: 3 części objętościowe acetonu i 2 części objętościowe benzenu.

Instytut Technologii Nafty
Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Rafinerii Nafty dnia 31 sierpnia 1964 r.
jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 27 stycznia 1965 r. (Mon. Pol. nr 5/1965 poz.17)

2.3. Przygotowanie do oznaczania

Kolby stożkowe i tygły 1G-4 suszyć pod obniżonym ciśnieniem $0,5 \text{ kg/cm}^2$ w temperaturze $100 \pm 0,5^\circ\text{C}$ i zważyć. Czynność suszenia i ważenia powtarzać dopóty, dopóki różnica między dwoma kolejnymi ważeniami będzie równa lub mniejsza od $0,0004 \text{ g}$. Próbkę asfaltu należy pobrać wg PN-66/C-04000.

2.4. Wykonanie oznaczania

2.4.1. Oznaczanie zawartości oleju. Odważyć 3 g asfaltu z dokładnością do $0,0002 \text{ g}$ w wysuszonej kolbie stożkowej pojemności 200 ml i rozpuścić na łaźni wodnej pod chłodnicą zwrotną w $4,4 \text{ g}$ benzenu cz.d.a. (5 ml). Po oziębieniu do temperatury $20 \pm 2^\circ\text{C}$ kolbę zważyć i w przypadku stwierdzenia ubytku uzupełnić benzen do ilości początkowo dodanej, tzn. $4,4 \text{ g}$. Następnie dodać kroplami z biurety 50 ml acetonu przy ciągłym mieszaniu zawartości kolby. Kolbę po szczelnym zamknięciu korkiem pozostawić w spokoju na $10 \div 12$ godz w temperaturze $20 \pm 2^\circ\text{C}$ w ciemnym miejscu. Po tym czasie przesączyć zawartość kolby przez wysuszony do stałej masy tygiel 1G-4 do kolby ssawkowej przy użyciu aspiratora (pompa próżniowa: olejowa lub wodna) w ten sposób, aby główna część osadu pozostała w kolbie. Przesącz przenieść ilościowo porcjami do wysuszonej do stałej masy kolby stożkowej pojemności 100 ml , oddestylowując za każdym razem rozpuszczalnik z łaźni wodnej. Tygiel i kolbę stożkową pojemności 200 ml przemyć 100 ml acetonu, przy czym roztwory z przemycia przenieść porcjami do kolby stożkowej zawierającej główną część oleju i oddestylować za każdym razem rozpuszczalnik.

Otrzymany olej suszyć w temperaturze $100 \pm 2^\circ\text{C}$ pod obniżonym ciśnieniem do $0,5 \text{ kg/cm}^2$ i następnie ważyć. Czynność suszenia i ważenia powtarzać dopóty, dopóki różnica między dwoma kolejnymi ważeniami będzie równa lub mniejsza od $0,0004 \text{ g}$.

Olej w badanym asfalcie (X) obliczyć, w procentach wagowych, wg następującego wzoru

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100$$

w którym:

m_1 - masa kolby stożkowej z olejem, g,

m_2 - masa kolby stożkowej, g,

m - odważka badanego asfaltu, g.

2.4.2. Oznaczanie zawartości asfaltenów. Wydzielone asfalteny i żywice z tygla 1G-4 (2.4.1) przenieść ilościowo do kolby stożkowej (przeważnie zostają one w kolbie) poprzednio używanej do wytrącania żywic i asfaltenów i ostrożnie suszyć w temperaturze $100 \pm 2^\circ\text{C}$ pod obniżonym ciśnieniem do $0,5 \text{ kg/cm}^2$ przez 10 min . Po tym czasie kolbę zważyć. Następnie żywice i asfalteny rozpuścić w $4,4 \text{ g}$ benzenu cz.d.a. na łaźni wodnej pod chłodnicą zwrotną. Benzen zastosowany do rozpuszczania powinien być poprzednio użyty do ilościowego wymycia tygla 1G-4 z żywic i asfaltenów. Wykonać to gotując tygiel w benzenie aż do całkowitego rozpuszczenia osadu w małej zlewce pod przykryciem, następnie wlać benzen przez lejek do kolby i przemyć świeżym benzenem tygiel na lejku.

W przypadku gdy do rozpuszczenia żywic i asfaltenów użyto więcej niż $4,4 \text{ g}$ benzenu, należy go oddestylować do tej ilości. Sprawdzić to przez ważenie. W przypadku gdy oddestylowano więcej, należy uzupełnić przesącz po kropli do ilości $4,4 \text{ g}$. Do roztworu benzenowego dodawać kroplami z biurety przy ciągłym mieszaniu 50 ml mieszaniny aceton-benzen ($3 \text{ cz.obj.} + 2 \text{ cz. obj.}$) i pozostawić w spokoju na $10 \div 12$ godz w temperaturze $20 \pm 2^\circ\text{C}$ w ciemności. Po tym czasie przesączyć roztwór do kolby ssawkowej, przez poprzednio używany tygiel używając aspiratora. Osad w tyglu i kolbę przemyć 100 ml mieszaniny aceton-benzen ($3:2$). Tygiel 1G-4 i kolbę suszyć w $100 \pm 2^\circ\text{C}$ pod obniżonym ciśnieniem do $0,5 \text{ kg/cm}^2$ i ważyć. Czynność suszenia i ważenia powtarzać dopóty, dopó-

ki różnica między dwoma kolejnymi ważeniami będzie równa lub mniejsza od 0,0004 g.
Asfalteny (X_1) w badanym asfalcie obliczyć, w procentach wagowych, wg wzoru

$$X_1 = \frac{(m_3 - m_4) + (m_5 - m_6)}{m} \cdot 100$$

w którym:

- m_3 - masa kolby stożkowej z asfaltenami, g,
- m_4 - masa kolby stożkowej, g,
- m_5 - masa tygla 1G-4, z asfaltenami, g,
- m_6 - masa tygla 1G-4, g,
- m - odważka badanego asfaltu, g.

2.4.3. Oznaczanie zawartości żywicy. Otrzymany przesącz i roztwór z przemycia wg 2.4.2 przenieść ilościowo porcjami do wysuszonej do stałej masy kolby stożkowej pojemności 100 ml, oddestylowując za każdym razem rozpuszczalnik z łaźni elektrycznej. Żywicę suszyć pod ciśnieniem do 0,5 kG/cm² w temperaturze 100 ± 2°C i ważyć. Czynność suszenia i ważenia powtarzać dopóty, dopóki różnica między dwoma kolejnymi ważeniami będzie równa lub mniejsza od 0,0004 g.

Zawartość żywicy (X_2), w procentach wagowych, obliczyć wg następującego wzoru

$$X_2 = \frac{m_7 - m_8}{m} \cdot 100$$

w którym:

- m_7 - masa kolby stożkowej z żywicami, g,
- m_8 - masa kolby stożkowej, g,
- m - odważka badanego asfaltu, g.

2.4.4. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną co najmniej dwóch oznaczeń, nie różniących się więcej niż o 15% od ich średniej arytmetycznej.

Wynik należy podawać następująco:

- a) Zawartość oleju wg metody Łysichina
- b) Zawartość żywicy wg metody Łysichina
- c) Zawartość asfaltenów wg metody Łysichina.

K O N I E C