

Практическая работа № 2

Контроль качества нефтяных битумов. Определение растворимости битума в органических растворителях

Цель работы: выполнить контроль качества нефтяных битумов путем определения растворимости битума в органических растворителях

Оборудование, материалы: Колбы КН - 250 по ГОСТ 25336; воронки В или ВФ по ГОСТ 25336; воронки для горячего фильтрования; колбы с тубусом по ГОСТ 25336; стаканчик для взвешивания СВ по ГОСТ 25336; промывалка; холодильник ХПТ или ХШ или ХСН по ГОСТ 25336; эксикатор 2 по ГГ 25336; палочка стеклянная; баня водяная или песочная; шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий нагрев до температуры не ниже 200 °С и регулирование температуры с погрешностью не больше 5 °С; сито с металлической сеткой № 07 по ГОСТ 6613 - 86. Допускается применять импортные сита с аналогичными размерами сетки; насос водоструйный по ГОСТ 25336 или любой насос, создающий разрежение; толуол по ГОСТ 5789, ч. д. а. или с аналогичными аналитическими характеристиками, или хлороформ по ГОСТ 20015, или трихлорэтилен по ГОСТ 9976; фильтры беззольные плотные марки «синяя лента» диаметром 80 — 130 мм; лабораторные весы общего назначения по ГОСТ 24104, 2-го класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200г или аналогичного типа.

Ход работы:

1. Отбор проб органических вязущих веществ и подготовка их для испытаний.
2. Подготовка к испытанию.
3. Проведение испытания растворимости битума и органических растворителях.
4. Обработка результатов.

Опорный конспект по данной теме

Учитывая, что показатели свойств материалов существенно зависят от правильности отбора пробы, которая должна максимально достоверно характеризовать эти свойства, обычно порядок отбора и подготовки пробы к испытанию строго регламентируется.

Для определения свойств битума, дегтя, пека, масла, эмульсии, поступающих на строительную площадку, и установления соответствия их данным, приведенным в сопроводительном паспорте, пробу отбирают таким образом, чтобы она наиболее полно отражала свойства поступающей партии материалов.

При поступлении битума в бочках, бумажных мешках, бидонах в зависимости от размера поступающей партии отбирают для получения средней пробы от 1 до 20 % всех единиц тары. Из каждой выделенной единицы с глубины не менее 10см от поверхности и на таком же расстоянии от ее краев отбирают пробу весом не менее 100г, с тем, чтобы общий вес пробы составил 1 - 3 кг.

При поступлении битума или дегтя в цистернах или бункерных полувагонах пробу можно отбирать при сливе в хранилища или после слива из хранилищ. Во избежание загрязнения посторонними материалами пробу не следует брать с поверхности цистерны, бункерного полувагона или хранилища. Рекомендуется брать три пробы весом по 2кг, каждую из верхней части емкости или хранилища (с глубины не менее 15см от поверхности), из середины и из нижней части (не ниже 15см от дна). Взятые пробы смешивают и из смеси отбирают для испытания среднюю пробу весом 2 — 3 кг. Если для взятия пробы нет специального прибора, то можно пользоваться металлической трубкой диаметром 4 - 5см (рис. 2.1), которую погружают в испытываемый материал. После погружения трубки на необходимую глубину открывают верхнюю крышку и после того, как трубка наполнится, ее закрывают, вынимают и содержимое выливают в сосуд для получения образца, характеризующего среднюю пробу доставленного материала.

При отборе пробы битумной или дегтевой эмульсии необходимо предварительно их перемешать чистым деревянным шестом для получения

однородного состава. Предназначенная для испытания проба должна быть помещена в чистую и сухую посуду. Каждую пробу необходимо снабдить этикеткой с обозначением названия и марки продукта, завода - поставщика, номера партии, номера вагона или цистерны и даты отбора пробы.

Сущность метода заключается в определении растворимости битума в органическом растворителе - толуоле или хлороформе или трихлорэтилене.

Подготовка к испытанию.

Перед испытанием образец битума при наличии влаги обезвоживают осторожным нагреванием на газовой горелке или электроплитке закрытого типа при перемешивании стеклянной палочкой до температуры на 80 - 100 °С выше температуры размягчения, но не ниже 120°С и не выше 180°С. Обезвоженный и расплавленный до подвижного состояния битум процеживают через сито с металлической сеткой и затем тщательно перемешивают до полного удаления пузырьков воздуха.

Два сложенных вместе беззольных фильтра перед испытанием промывают растворителем, помещают в стаканчик для взвешивания с открытой крышкой и сушат не менее 1 ч в сушильном шкафу при 105 - 110°С. Затем стаканчик закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин и взвешивают. Операцию высушивания и взвешивания повторяют до получения расхождения между двумя последовательными взвешиваниями - не более 0,0004г. Повторное высушивание фильтра проводят в течение 30 мин.

Проведение испытания.

В предварительно взвешенную коническую колбу вместимостью 250 см³ берут около 5г пробы битума.

Навеску испытуемого битума растворяют и 100 см³ растворителя, нагревают колбу с обратным холодильником на водяной бане, Применение открытого огня для нагрева не допускается.

Раствор битума фильтруют через доведенный до постоянной массы беззольный двойной фильтр, помещенный в стеклянную воронку, укрепленную на штативе.

Раствор наливают на фильтр по стеклянной палочке, воронку с фильтром

наполняют раствором не более чем на 3/4 высоты фильтра. Остаток в колбе смывают на фильтр чистым подогретым растворителем.

Остатки нефтепродукта или твердые примеси, прилипшие к стенкам колбы, снимают стеклянной палочкой и смывают на фильтр подогретым чистым растворителем.

По окончании фильтрации фильтр с осадком промывают подогретым растворителем при помощи промывалки, обращая при этом внимание на чистоту промывки краев фильтра. Промывку ведут до тех пор, пока на фильтре не будет оставаться следов битума и растворитель будет стекать прозрачным (отсутствие масляного пятна на фильтровальной бумаге после испарения растворителя). Допускается фильтрацию раствора битума и промывку фильтра проводить под вакуумом или применять воронку для горячего фильтрования. При фильтровании под вакуумом воронку с помощью резиновой пробки присоединяют к колбе, соединенной с насосом, создающим разрежение. Беззольный бумажный фильтр смачивают растворителем и помещают в воронку так, чтобы фильтр плотно прилегал к стенкам воронки. При фильтрации с применением воронки для горячего фильтрования не допускается вскипание фильтруемого раствора.

Все операции по растворению битума и фильтрации раствора необходимо проводить в вытяжном шкафу.

По окончании промывки фильтр с осадком переносят в стаканчик для взвешивания, в котором сушился чистый фильтр, сушат с открытой крышкой не менее 1 ч в сушильном шкафу при 105 - 110°C. Затем стаканчик закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе в течение 30 мин и взвешивают. Операцию высушивания и взвешивания повторяют до получения расхождения между последовательными взвешиваниями не более 0,0004г.

Обработка результатов.

Растворимость битума (X) в процентах вычисляют по формуле

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

$$I=I_3$$

где m_1 - масса битума, взятая на анализ, г;

m_2 - масса нерастворимого осадка на фильтре, г.

За растворимость битума принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений, округленное до второго десятичного знака.

Сходимость.

Два результата определения, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95% - ной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышает 0,05 %.

Воспроизводимость.

Два результата испытания, полученные в двух разных лабораториях, принимаются достоверными (с 95% - ной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышает 0,15 %.

Выводы: в ходе выполнения практической работы студенты ознакомились с порядком выполнения отбора проб органических вяжущих веществ и подготовки их для испытаний, а также методом испытания растворимости битума в органических растворителях (толуол, хлороформ, трихлорэтилен).

Вопросы для самоконтроля:

1. Кратко опишите порядок отбора и подготовки пробы органических вяжущих веществ к испытанию.
2. Что может использоваться в качестве органического растворителя при определении растворимости в нем битума?
3. Какая аппаратура и реактивы используются при проведении испытания?
4. Кратко опишите процесс подготовки к проведению испытания.
5. Кратко опишите порядок проведения испытания.
6. Как выполняют обработку полученных во время испытания результатов?

7. Что понимают под термином сходимость результатов?
8. Что понимают под термином воспроизводимость результатов?
9. Что принимают за растворимость битума при обработке результатов испытания?
10. По какой формуле и в каких единицах измерения вычисляют растворимость битума (X)?