

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**  
**БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ**  
**РЕНТГЕНОФАЗОВЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПАРАФИНОВ**  
**Petroleum bitumens. X-ray phase method for determination of paraffins**  
**ГОСТ 28967-91**

Группа Б49

ОКСТУ 0209

Дата введения  
1 июля 1992 года

**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 09.04.1991 N 467.

3. Введен впервые.

4. Ссылочные нормативно-технические документы

-----Т-----  
Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер раздела

-----Т-----	-----+-----
ГОСТ 427-75	1
ГОСТ 11506-73	1
ГОСТ 23683-89	1
ГОСТ 25336-82	1
ГОСТ 2517-85	2

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.

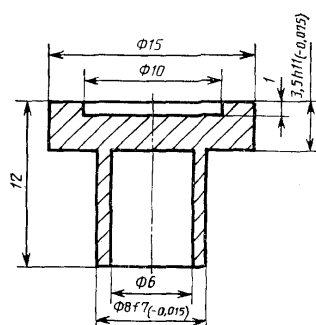
Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с пределом взвешивания 200 г.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) СВ-34/12 по ГОСТ 25336.

Кюветы медные или латунные для образцов (черт. 1).

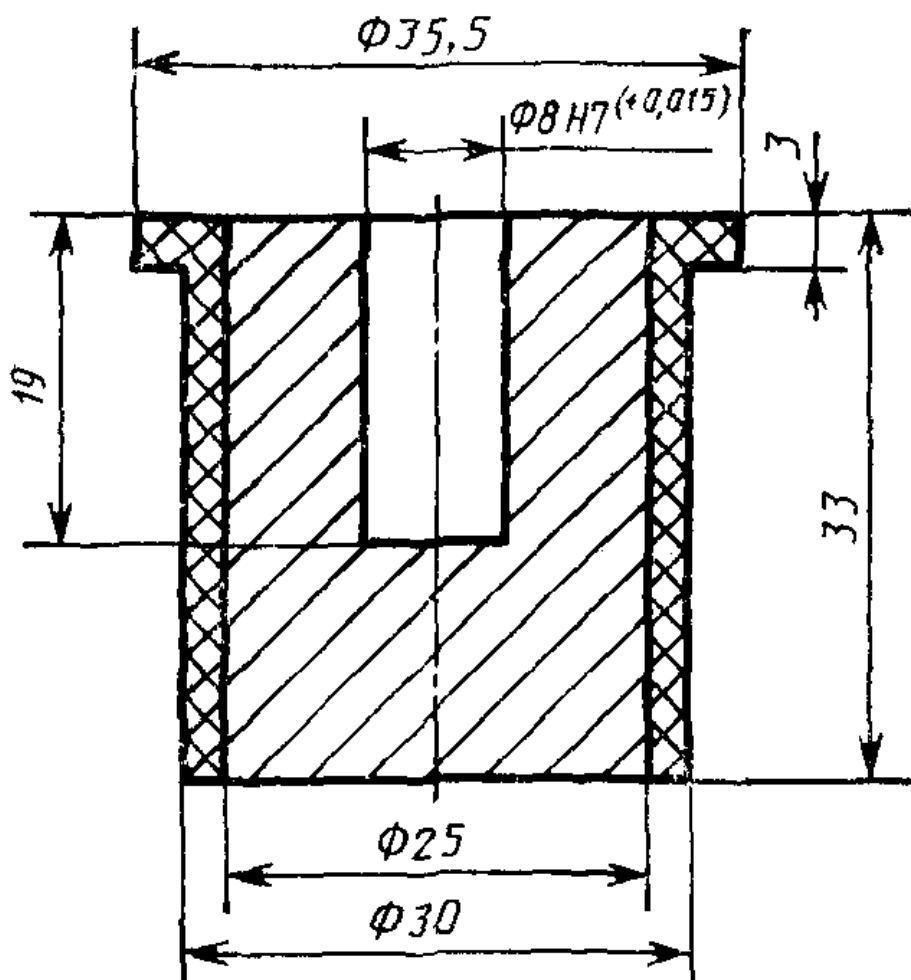
Кювета



Черт. 1

Вставка из латуни и фторопласта (черт. 2).

Вставка



## Черт. 2

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

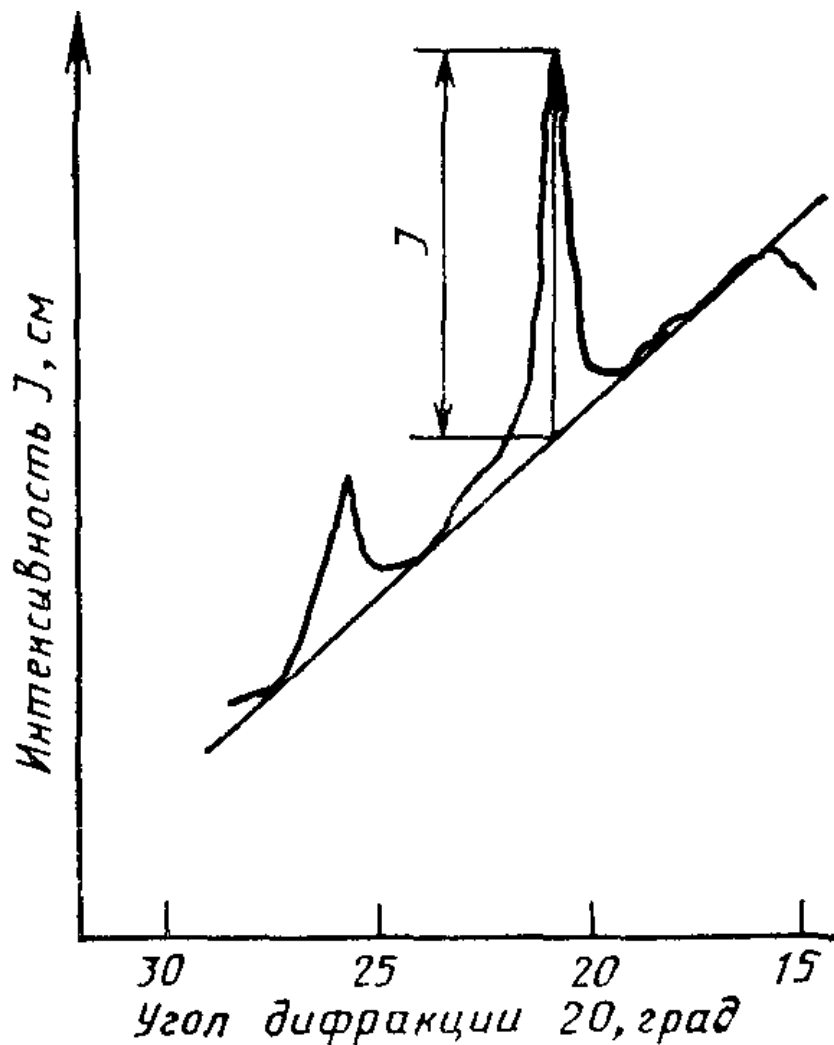
Подбирают условия записи дифрактограмм в соответствии с инструкцией к дифрактометру и рентгеновской трубке с медным анодом и никелевым фильтром. Настраивают аппаратуру так, чтобы высота линии парафинов на дифрактограмме контрольного образца с массовой долей парафинов 8% составляла 6 - 7 см. Запись дифрактограммы проводят в области 20,6 - 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 среднее арифметическое 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 среднее арифметическое 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. Подготовка кювет с образцами битумов проводят по п. 3.2.

### 4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

Записывают дифрактограммы образцов битумов, измеряют интенсивности линии парафинов и находят среднее арифметическое 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 среднее арифметическое результатов двух последовательных определений, округленное до

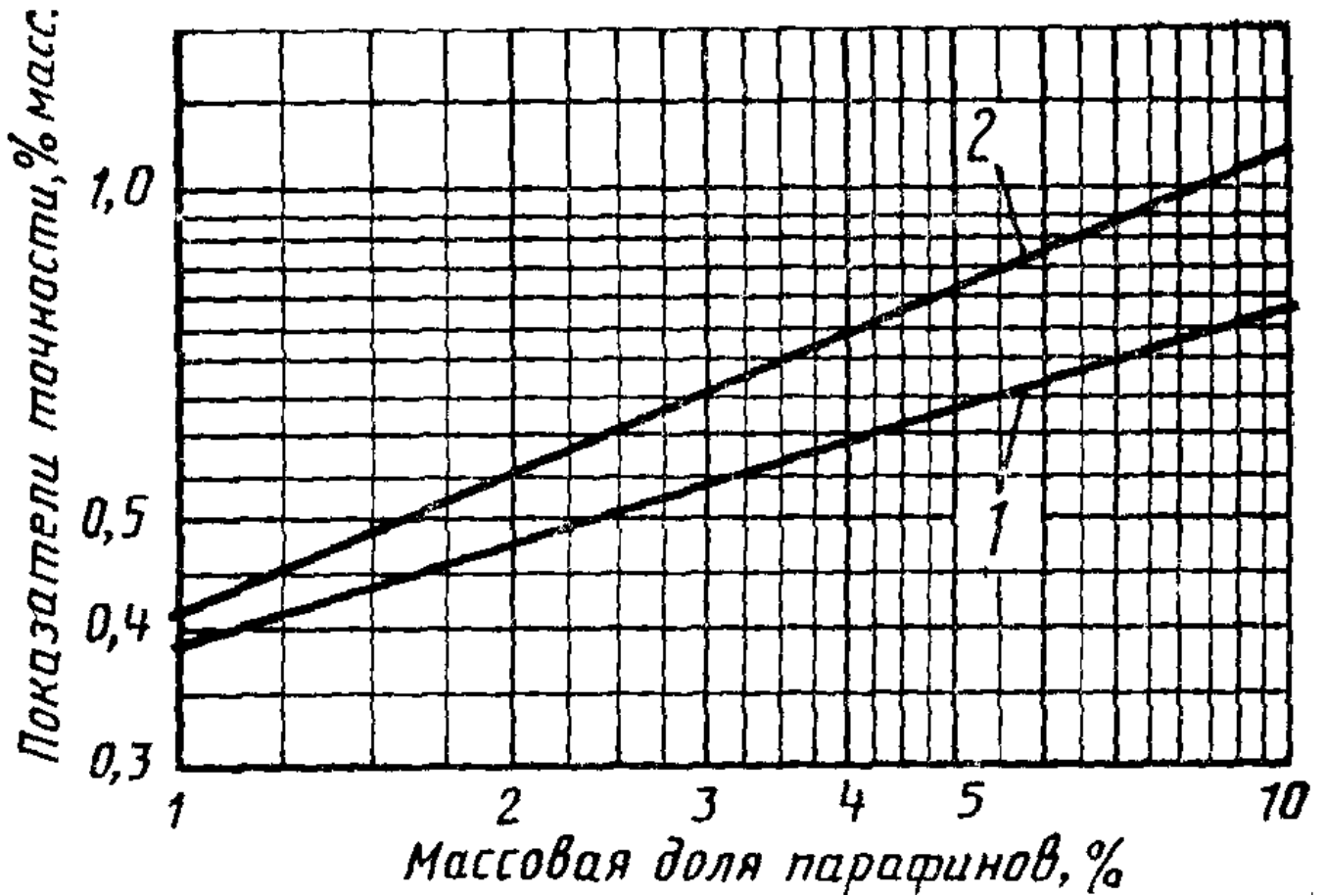
первого десятичного знака.

## 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.