



**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  $(700 \pm 10)$  мм, внутренний диаметр  $(30 \pm 2)$  мм, в верхней части колонки — шаровой резервуар с внутренним диаметром  $(80 \pm 2)$  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 см<sup>3</sup>;

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**

\* Переиздание (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  $75-100^{\circ}\text{C}$  выше температуры размягчения битума, но не выше  $180^{\circ}\text{C}$ ) 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  $250\text{ см}^3$  помещают  $5-6$  г подготовленной пробы битума, взвешенного с погрешностью не более  $0,01$  г.

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

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

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

От полученного десорбированного раствора из колбы на водяной бане отгоняют петролейный эфир, используя холодильник, дефлегматор и инертный газ.

3.4. Остаток в колбе растворяют в 50 см<sup>3</sup> ацетон-толуольной смеси при нагревании до ~50°C на водяной бане. Полученный раствор охлаждают до комнатной температуры, а затем колбу с раствором помещают на 1 ч в предварительно охлажденную до минус 20°C баню.

В этой же бане охлаждают 50 см<sup>3</sup> ацетон-толуольной смеси. Одновременно в другой бане при минус 20°C охлаждают в течение 10 мин воронку с фильтром из пористой стеклянной пластинки.

По истечении 1 ч охлажденный раствор продукта фильтруют при минус 20°C через пористый стеклянный фильтр при помощи водоструйного насоса. Парафин со стенок колбы смывают на фильтр в несколько приемов охлажденной ацетон-толуольной смесью. Парафин на фильтре промывают 50 см<sup>3</sup> охлажденной смеси.

После окончания фильтрования парафин с фильтра смывают толуолом, нагретым примерно до 60°C, в предварительно взвешенную коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Толуол от парафина отгоняют на водяной бане.

Колбу с парафином доводят до постоянной массы в сушильном шкафу при 105—110°C и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. Работу с толуолом и ацетон-толуольной смесью необходимо проводить в вытяжном шкафу.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Содержание парафина (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{G_3},$$

где  $m_1$  — масса колбы с парафином, г;

$m_2$  — масса колбы без парафина, г;

$G_3$  — количество битума, взятое на анализ, г.

4.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое двух определений.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

#### 5. ТОЧНОСТЬ МЕТОДА ИСПЫТАНИЙ

##### 5.1. Сходимость метода

Два результата определения, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,5%.

## 5.2. Воспроизводимость метода

Два результата определения, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 1,6%.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

---

**Группа Б49**

**Изменение № 3 ГОСТ 17789—72 Битумы нефтяные. Метод определения содержания парафина**

**Принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 15 от 28.05.99)**

**Зарегистрировано Техническим секретариатом МГС № 3327**

За принятие изменения проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан

*(Продолжение см. с. 22)*

*(Продолжение изменения № 3 к ГОСТ 17789—72)*

*Продолжение*

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт

Вводная часть. Второй абзац. Заменить слова: «петролейным эфиром» на «изооктаном или гептаном».

Пункт 1.1. Исключить абзац: «эфир петролейный марки 70—100»;  
заменить ссылку: ГОСТ 13830—84 на ГОСТ 13830—91;

*(Продолжение см. с. 23)*



дополнить абзацами:

«изооктан эталонный по ГОСТ 12433—83;

гептан нормальный эталонный по ГОСТ 25828—83».

Пункт 3.2. Первый абзац. Заменить слова: «петролейного эфира» на «растворителя — изооктана или гептана»;

второй абзац. Заменить слова: «петролейный эфир» (2 раза) и «эфир» на «растворитель».

Пункт 3.3. Первый, третий абзацы. Заменить слова: «петролейный эфир» на «растворитель» (6 раз).

(ИУС № 11 1999 г.)

---

Редактор *Р. С. Федорова*  
Технический редактор *М. И. Максимова*  
Корректор *Е. И. Морозова*

Сдано в наб. 20.02.87 Подп. в печ. 25.05.87 0,5 усл. п. л. 0,5 усл. кр.-отт. 0,29 уч.-изд. л.  
Тир 4000 Цена 3 коп.

---

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3  
Тип. «Московский печатник». Москва, Лялин пер., 6. Зак. 330