ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ
Методы определения содержания парафина

СТ РК 1230-2003

(DIN EN 12606-1:2000, MOD)

Издание официальное

Комитет по стандартизации, метрологии и сертификации
Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан
(Госстандарт)

Астана

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Открытым акционерным обществом «Казахстанский дорожный научно-исследовательский институт» (ОАО «КаздорНИИ»)

ВНЕСЕН Комитетом автомобильных дорог и строительства инфраструктурного комплекса Министерства транспорта и коммуникаций Республики Казахстан

2 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Комитета по стандартизации, метрологии и сертификации Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан от 19 декабря 2003г. № 514

3 Настоящий стандарт модифицирован относительно национального стандарта Германии DIN EN 12606-1:2000 «Битумы и битумные вяжущие материалы. Определение содержания твердого парафина. Часть 1. Метод с применением перегонки» путем изменения наименования и структуры стандарта, объяснение которым даны в дополнительном приложении.

Настоящий стандарт соответствует DIN EN 12606-1:2000, в части определения твердого парафина методом перегонки.

4 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2009 год
ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 5 лет

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Комитета по стандартизации, метрологии и сертификации Министерства индустрии и торговли Республики Казахстан

Содержание

1 Область применения 1

2 Нормативные ссылки 1

3 Определения 2

4 Средства измерений, испытаний, контроля и вспомогательные устройства 2

5 Порядок подготовки к проведению испытаний 5

6 Порядок проведения испытаний 5

6.1 Метод 1. Определение содержания твердого парафина с применением пеярегонки 5

6.2 Метод 2. Определение содержания твердого парафина с применением хроматографического разделения 6

7 Правила обработки результатов испытаний 7

8 Пределы допускаемой погрешности испытаний 8

9 Правила оформления результатов испытаний 8

10 Требования безопасности 8

Дополнительное приложение. Изменение наименования и структуры государственного стандарта модифицированного относительно примененного национального стандарта Германии 10

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

БИТУМЫ НЕФТЯНЫЕ
Методы определения содержания парафина

Дата введения 2005.01.01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на нефтяные битумы и устанавливает методы определения содержания твердого парафина: метод перегонки и хромотографического разделения.

Сущность метода перегонки заключается в установлении содержания твердого парафина в дистилляте, полученном при заданном процессе перегонки, с последующей кристаллизацией парафинов из смеси диэтилового эфира (в тексте эфир) и этилового спирта (1:1) при снижении температуры до минус 20 °С.

Сущность метода хроматографического разделения заключается в предварительном осаждении гептаном или изооктаном асфальтенов из растворенного в толуоле битума, адсорбции смолистых веществ оксидом алюминия и выделении парафинов из десорбированной фракции вымораживанием при минус 20 °С из ацетон-толуольной смеси 1:2.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие нормативные документы:

СТ РК 1.5-2000 Государственная система стандартизации Республики Казахстан. Общие требования к построению, изложению, оформлению и содержанию стандартов.

СТ РК 2.4-2000 Поверка средств измерений. Организация и порядок проведения.

СТ РК 2.30-2001 Порядок проведения метрологической аттестации средств измерений.

ГОСТ 8. 010-99 ГСИ Методики выполнения измерений.

ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ Пожарная безопасность. Общие требования.

ГОСТ 12.1.005-88. ССБТ Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.

ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

ГОСТ 12.1.014-79 ССБТ Воздух рабочей зоны. Метод измерения концентраций вредных веществ индикаторными трубками.

ГОСТ 400-80 Термометры стеклянные для испытаний нефтепродуктов. Технические условия.

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

ГОСТ 2517-85 Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб.

ГОСТ 2603-79 Ацетон. Технические условия.

ГОСТ 3134-78 Уайт-спирит. Технические условия.

ГОСТ 4095-75 Изооктан технический. Технические условия.

ГОСТ 5556-81. Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия.

ГОСТ 5789-78 Толуол. Технические условия.

ГОСТ 6613-86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия.

Издание официальное

ГОСТ 8136-85 Оксид алюминия активный. Технические условия.

ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия.

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия.

ГОСТ 12162-77 Двуокись углерода твердая. Технические условия.

ГОСТ 17299-78 Спирт этиловый технический. Технические условия.

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования.

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

ГОСТ 25828-83 Гептан нормальный эталонный. Технические условия.

ГОСТ 28084-89 Жидкости охлаждающие низкозамерзающие. Общие технические условия.

ИСО 4793-80 Фильтры лабораторные спекшиеся (пористые). Класс пористости. Классификация и обозначение.

3 Определения

В настоящем стандарте применяется термин с соответствующим определением.

Твердый парафин: Смесь углеводородов, полученная в ходе заданного процесса, кристаллизующаяся из смеси эфира и этанола (1:1) или из смеси ацетона и толуола (1:2) при снижении температуры до минус 20 °С и имеющая диапазон плавления выше 25 °С.

4 Средства измерений, испытаний, контроля и вспомогательные устройства

4.1 Посуда и лабораторное оборудование по ГОСТ 25336:

- колбы-Кн-1-250 или Кн-2-250, Кн-1-500 или Кн-2-500;
- стаканы Н-1-250;
- воронки В-75 или В-100;
- воронка фильтрующая ВФ-1-32-ПОР40 или ВФ-1-40-ПОР40;
- колба Бунзена с тубусом 1-500;
- стаканчики для взвешивания СВ;
- холодильник ХПТ или ХШ или ХСН;
- дефлегматор;
- эксикатор 2-250;
- насос водоструйный или любой насос, создающий разряжение;
- соединительные элементы, предназначенные для сборки различных лабораторных приборов, аппаратов и установок;
- промывалка;
- стеклянная пластинка;
- стеклянная палочка.

4.2 Цилиндры мерные вместимостью 50 $см^3$, 100 $см^3$ по ГОСТ 1770.

4.3 Чашки фарфоровые по ГОСТ 9147.

4.4 Сито с металлической сеткой № 07 по ГОСТ 6613 или другие сита с аналогичными размерами сетки.

4.5 Плитка электрическая с закрытой спиралью.

4.6 Шкаф сушильный, диапазон автоматического поддержания температуры 50-350 °С с погрешностью $\pm$2 °С.

4.7 Муфельная печь с диапазоном нагрева до 800 °С.

4.8 Термометры стеклянные типа ТИН-3 диапазон измерения от минус 38 °С до плюс 50 °С, с ценой деления шкалы 1 °С; термометр ТПК, диапазон измерения от 0 °С до300 °С с ценой деления 5 °С; термометр типа ТН-4 от 0 °С до 150 °С с ценой деления 1 °С по ГОСТ 400.

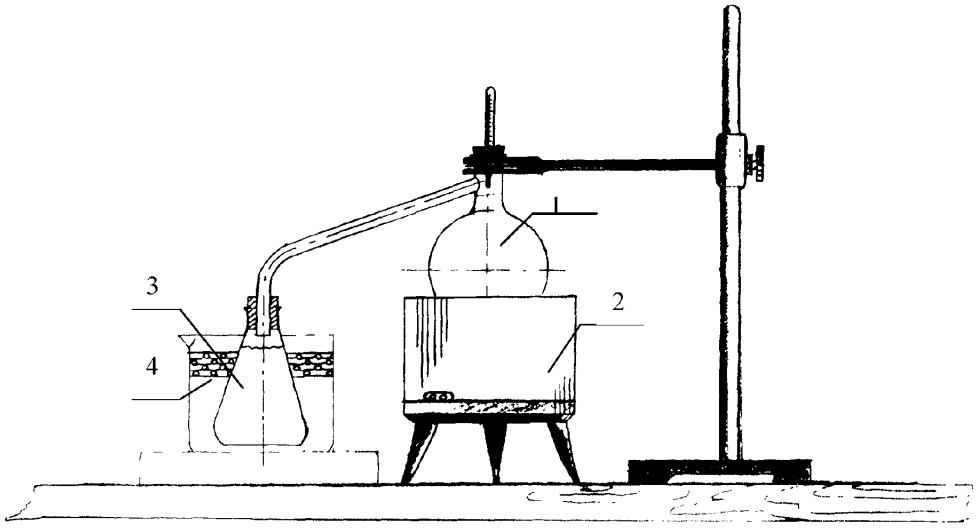
4.9 Весы лабораторные аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г и наибольшим пределом взвешивания 200 г и весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,01 г по ГОСТ 24104;

4.10 Перегонная установка (рисунок 1), в которую входят основные элементы:

- перегонная круглодонная колба с пробковой заглушкой для разгонки нефтепродуктов типа КРН вместимостью 100 см^3 из термостойкого стекла группы ТС с размерами, указанными на рисунке 2;
- колбонагреватель или газовая горелка, обеспечивающие нагрев до 450 °С;
- коническая колба вместимостью 100 см^3, предназначенная для приема дистиллята, оснащенная рассверленной пробковой заглушкой с непрерывной вертикальной канавкой на внешней поверхности;
- баня для охлаждения.

4.11 Фильтровальное устройство согласно рисунка 3:

- фильтровальная воронка из спеченного стекла, пористостью Р16 по ИСО 4793;
- промежуточная деталь (резиновая или неопреновая пробка) для установки фильтровальной воронки в колбу с тубусом.
- беззольный фильтр марки «белая лента» или фильтр из фильтровальной бумаги по ГОСТ 12026.



1 Перегонная колба с термометром
2 Колбонагреватель
3 Коническая колба для приема дистиллята
4 Баня для охлаждения

Рисунок 1 – Схема перегонной установки

Размеры в миллиметрах

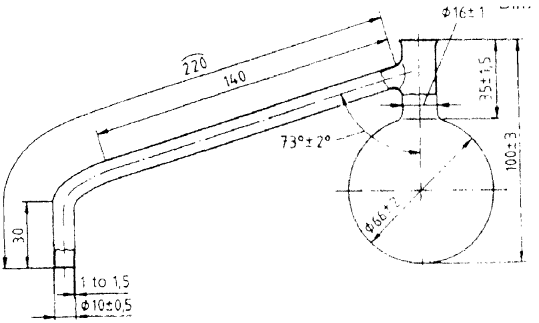
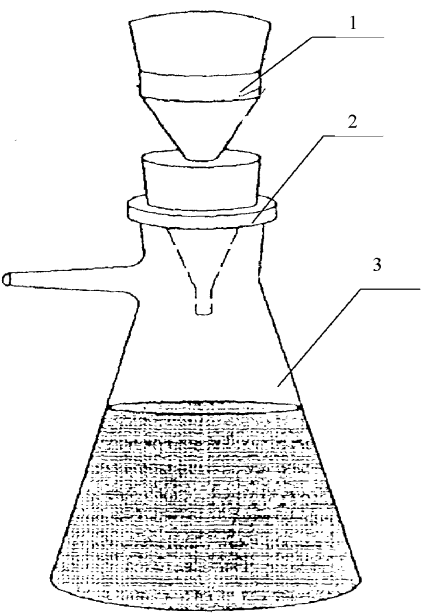


Рисунок 2 – Перегонная колба для определения содержания твердого парафина



1 Фильтровальная воронка
2 Пробка из неопрена или резиновая
3 Колба Бунзена с тубусом

Рисунок 3 – Фильтровальное устройство

4.12 Промышленная холодильная камера с диапазоном рабочих температур от минус 35 до 0 °С, предельное отклонение температуры от заданной не превышает ± 1 °С или другое устройство, обеспечивающее охлаждение до минус 25 °С.

4.13 Секундомер с точностью измерения до 0,1 с.

4.14 Пинцет.

4.15 Колонка адсорбционная – высота (700±10) мм, внутренний диаметр (30±2) мм, в верхней части колонки – шаровой резервуар с внутренним диаметром (80±2) мм, в нижней части колонки – кран.

4.16 При контроле применяются следующие реактивы:

- ацетон по ГОСТ 2603;
- спирт этиловый по ГОСТ 17299;
- толуол по ГОСТ 5789;
- изооктан по ГОСТ 4095;
- гептан по ГОСТ 25828;
- оксид алюминия по ГОСТ 8136;
- уайт-спирит по ГОСТ 3134;
- диэтиловый эфир по действующей нормативной документации;
- твердая углекислота по ГОСТ 12162;
- жидкости охлаждающие низкозамерзающие по ГОСТ 28084;
- газ инертный.

5 Порядок подготовки к проведению испытаний

5.1 Отбор проб производят в соответствии с ГОСТ 2517. Масса объединенной пробы битума должна быть достаточной для проведения испытания, но не менее 500 г.

5.2 Пробу нагревают на электроплитке закрытого типа, перемешивая стеклянной палочкой, избегая местного перегрева, до разжижения и удаления следов воды.

Обезвоженный и расплавленный до подвижного состояния битум процеживают через металлическое сито и тщательно перемешивают для полного удаления пузырьков воздуха.

5.3 Оксид алюминия прокаливают в муфельной печи в фарфоровых чашках 12 часов при температуре от 500 до 600 °С. Прокаленный оксид алюминия хранят в эксикаторе. Отработанный оксид алюминия повторно не используется из-за сложности регенерации.

5.4 В нижнюю часть адсорбционной колонки помещают тампон из гигроскопической ваты и небольшими порциями насыпают (150±1,0) г оксида алюминия, прокаленного и охлажденного до комнатной температуры в эксикаторе.

5.5 Средства измерений, применяемые для контроля должны быть поверены по СТ РК 2.4 и (или) пройти метрологическую аттестацию по СТ РК 2.30.

6 Порядок проведения испытаний

6.1 Метод 1. Определение содержания твердого парафина с применением перегонки

6.1.1 В предварительно взвешенную перегонную колбу берут навеску битума массой от 20 до 25 г ($m_в$) и взвешивают с точностью до третьего десятичного знака.

6.1.2 Перегонную колбу соединяют с предварительно взвешенной колбой для приема дистиллята. Для регулирования давления при перегонке отводящая трубка перегонной колбы снабжается рассверленной пробковой заглушкой с непрерывной вертикальной канавкой на внешней поверхности.

6.1.3 Температурный режим перегонки регулируют таким образом, чтобы за каждые 10 секунд из конца отводящей трубки перегонной колбы в приемник дистиллята падало (15±5) капель дистиллята. Нагрев колбы с битумом необходимо продолжать пока

интенсивность перегонки не замедлится и из отводящей трубки за 10 секунд не упадет ни одной капли.

Примечания:

1. Для обеспечения равномерного нагрева перегонную колбу необходимо обмотать асбестовым шнуром.

2. Процесс перегонки должен быть наглядным и поддаваться проверке.

6.1.4 Дистиллят, содержащийся в приемнике, охлаждают в эксикаторе до температуры окружающей среды и взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака (масса дистиллята – $m_д$).

6.1.5 В предварительно взвешенные конические колбы с притертыми пробками вместимостью 100 см^3 отбирают две параллельные пробы дистиллята в количестве от 2 до 4 г (по разности масс – m_e).

6.1.6 Осаждение парафина проводят из смеси (50±2) см^3 диэтилового эфира и этилового спирта (1:1) с последующим охлаждением до температуры минус (20±1) °С в течение 1 часа в холодильной камере. Одновременно при этой же температуре охлаждают промывочную жидкость в количестве 50 см^3 (смесь эфира и этилового спирта (1:1).

6.1.7 Кашицу кристаллов, возникших при температуре минус (20±1) °С, фильтруют через охлажденное фильтровальное устройство, подсоединенное к водоструйному насосу. Колбу промывают охлажденной промывочной жидкостью. Кристаллы на фильтре промывают смесью эфира и спирта (1:1) при температуре минус (20±1) °С.

6.1.8 По завершению фильтрования фильтр помещают в воронку, расположенную над фарфоровой чашкой, которая была взвешена с точностью до 0,5 мг. Сырой осадок твердого парафина растворяют путем осторожного опрыскивания его нагретым до 70 °С уайт-спиритом. Подобным образом растворяют твердый парафин, который мог прилипнуть к термометру или стенкам колбы. Растворитель удаляют.

6.1.9 Осадок сушат в течение (15±1) минут при температуре (125±5) °С в сушильном шкафу, затем дают ему остыть. Если очищенный твердый парафин остыл, но не затвердел, добавляют приблизительно 15 см^3 ацетона. Твердый парафин растворяют путем умеренного нагрева и осторожного вращения выпарной чашки. Раствор ацетона и твердого парафина охлаждают в ванне с водой при температуре (15±1) °С и отфильтровывают твердый парафин, который выкристаллизовался из раствора. Выпарную чашку, термометр и фильтр несколько раз промывают ацетоном, доведенным до температуры (15±1) °С из промывалки. Общий объем промывочной жидкости должен составлять (30±1) см^3 .

6.1.10 Парафин перекристаллизовывают из уайт-спирита, сушат в течение (15±1) мин при температуре (125±5) °С в сушильном шкафу и после охлаждения в эксикаторе, определяют массу с точностью до 0,5 мг (масса m_a).

6.1.11 Если конечная масса парафина выходит за предел диапазона от 65 до 85 мг, то результат считается непригодным, испытание повторяют с подходящей исходной массой этого же дистиллята (масса m_e).

Если исходная масса дистиллята, которая требуется для получения конечной массы парафина от 65 до 85 мг, составляет менее 2 г или более 4 г, то этот факт должен быть отмечен в акте испытаний.

6.2 Метод 2. Определение содержания твердого парафина с применением хроматографического разделения

6.2.1 В предварительно взвешенный стакан вместимостью 250 см^3 помещают 5-6 г битума, взвешенного с погрешностью не более 0,01 г.

Навеску испытуемого битума растворяют в (5-10) см^3 толуола при подогреве на водяной бане и перемешивании стеклянной палочкой.

6.2.2 Для осаждения асфальтенов к навеске битума прибавляют 40-кратное количество по объему изооктана или гептана, и, накрыв стакан стеклянной пластинкой, помещают его в темное место на 24 часа.

6.2.3 Отстоявшийся раствор осторожно, без перемешивания фильтруют через двойной фильтр «белая лента». Осадок переносят на фильтр, ополаскивают колбу, в которой проводилось осаждение асфальтенов, небольшим количеством растворителя в несколько приемов. Асфальтены на фильтре промывают подогретым до (50±1) °С растворителем до полного исчезновения масляного пятна на фильтровальной бумаге после испарения растворителя.

6.2.4 Из колбы с фильтратом на водяной бане отгоняют большую часть растворителя до получения от 20 до 30 $см^3$ концентрата. При этом используют холодильник, дефлегматор и инертный газ.

6.2.5 В адсорбционную колонку, заполненную оксидом алюминия, наливают от 100 до 120 $см^3$ растворителя для смачивания адсорбента. Когда оксид алюминия полностью впитает растворитель, в колонку помещают концентрат фильтрата. Колбу, в которой находился фильтрат, 2-3 раза промывают по 10-15 $см^3$ растворителя, который также наливают в колонку. Когда адсорбент впитает фильтрат, в колонку выливают 500 $см^3$ изооктана или гептана, включая растворитель, израсходованный на промывку колбы из-под фильтрата.

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

6.2.6 Из колбы с десорбированным раствором на водяной бане отгоняют растворитель, используя холодильник и дефлегматор.

6.2.7 Остаток в колбе растворяют в 50 $см^3$ ацетон-толуольной смеси (1:2) при нагревании до (50±1) °С на водяной бане. Полученный раствор охлаждают до комнатной температуры, а затем колбу с раствором помещают на 1 ч в морозильную камеру или доведенную до минус (20±1) °С баню.

В этой же камере или бане охлаждают 50 $см^3$ ацетон-толуольной смеси. Одновременно в морозильной камере при минус (20±1) °С в течение 10 мин охлаждают фильтровальное устройство (п. 4.12).

6.2.8 По истечении 1 ч охлажденный раствор продукта фильтруют при минус (20±1) °С через пористый стеклянный фильтр, в который вложен бумажный фильтр, используя водоструйный насос. Парафин со стенок колбы смывают на фильтр в несколько приемов охлажденной ацетон - толуольной смесью. Парафин на фильтре промывают 50 $см^3$ охлажденной смеси.

6.2.9 После окончания фильтрования парафин с фильтра смывают толуолом, нагретым до 60 °С, в предварительно взвешенную коническую колбу вместимостью 100 $см^3$. Толуол от парафина отгоняют на водяной бане.

6.2.10 Колбу с парафином доводят до постоянной массы в сушильном шкафу при температуре от 105 до 110 °С и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

Примечание – Для охлаждения до температуры минус (20±2) °С можно использовать охлаждающие смеси.

7 Правила обработки результатов испытаний

Метод 1.

7.1 Содержание твердого парафина (X), в процентах по массе, определяют по формуле:

$$X = \frac{m_д \cdot m_a}{m_в \cdot m_e} \cdot 100, \quad (1)$$

где, $m_В$ – исходная масса битума, г;

$m_Д$ – масса дистиллята, г;

m_e – исходная масса дистиллята, г;

m_a – масса твердого парафина, г.

Метод 2.

7.2 Содержание твердого парафина (X), в процентах по массе, вычисляют по формуле:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{C} \cdot 100, \quad (2)$$

где m_1 - масса колбы с парафином, г;
m_2 - масса колбы без парафина, г;
C - исходная масса битума, г.

7.3 За результат испытания принимают среднее арифметическое двух определений.

8 Предел допускаемой погрешности испытаний

8.1 Сходимость метода

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

8.2 Воспроизводимость метода

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

9 Правила оформления результатов испытаний

По результатам испытаний выдается документ, характеризующий качество представленной пробы и делается запись в лабораторном журнале.

В документе или журнале должно быть указано:

а) название организации, представившей пробу на испытание, и название исследуемой пробы;

б) обозначение и наименование стандарта, в соответствии с которым произведено испытание;

в) используемые растворители для кристаллизации парафина;

г) результаты испытаний;

д) дата проведения испытаний.

10 Требования безопасности

10.1 Битумы и битумные вяжущие являются горючими веществами с температурой вспышки выше 220 °С и минимальной температурой самовоспламенения 368 °С.

10.2 Предельно допустимая концентрация паров углеводородов битумов и битумных вяжущих в воздухе рабочей зоны производственных помещений-300 мг/м^3 в соответствии с ГОСТ 12.1.005. Содержание паров углеводородов в воздушной среде определяют по ГОСТ 12.1.014.

10.3 Битумы по степени воздействия на органы человека относятся к 4-му классу опасности по ГОСТ 12.1.007.

10.4 При работе с битумами, битумными вяжущими, растворителями в зависимости от потенциальной опасности применяются защитные очки, специальные рукавицы, резиновые перчатки, респираторы и другие средства индивидуальной защиты в соответствии с действующей нормативной документацией.

10.5 Помещение, в котором производится работа с битумами, битумными вяжущими и растворителями, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

10.6 При работе с битумами, битумными вяжущими и растворителями следует соблюдать общие требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004.

При загорании небольших количеств битума или растворителей их следует тушить песком, кошмой или пенным огнетушителем. Развившиеся пожары следует тушить пенной струей. Допускается использовать иные методы, предусмотренные в установленном порядке уполномоченными органами в области пожарной безопасности.

Дополнительное приложение
(справочное)

Изменение наименования и структуры государственного стандарта модифицированного относительно примененного национального стандарта Германии

Таблица

DIN EN 12606-1:2000	Настоящий стандарт
Сравнение наименований	
Наименование: «Битумы и битумные вяжущие материалы. Определение содержания твердого парафина. Часть 1. Метод с применением перегонки»	Наименование: Битумы нефтяные. Методы определения содержания парафина [1]
[1] Наименование настоящего стандарта изменено в связи с тем, что в республике определяется только содержание парафина в нефтяных битумах, а также в связи с тем, что стандарт содержит два метода определения парафина: применяемый в Республике Казахстан и предусмотренный национальным стандартом Германии	
Сравнение структуры стандартов	
Национальное предисловие	Предисловие [1]
Предисловие	Содержание [2]
-	
1 Область применения	1 Область применения (1 и 4)
2 Нормативные ссылки	2 Нормативные ссылки (2) [3]
3 Термины и определения	3 Определения (3.1)
4 Принцип	[4]
5 Реактивы и материалы	4 Средства измерений, испытаний, контроля и вспомогательные устройства (5 и 6)
6 Аппаратура	
7 Пробоотбор	5 Порядок подготовки к проведению испытаний [5]
8 Процедура	6 Порядок проведения испытаний [6]
9 Вычисление	7 Правила обработки результатов испытаний (9 и 10)
10 Выражение результатов	8 Предел допустимой погрешности испытаний (11)
11 Точность	9 Правила оформления результатов испытаний (12)
12 Акт об испытании	10 Требования безопасности (1) [7]
	Дополнительное приложение

[2] Раздел «Содержание» включен в стандарт согласно СТ РК 1.5.

[3] Раздел 2 «Нормативные ссылки» изменен в связи с введением ссылок на государственные и межгосударственные стандарты в соответствии с СТ РК 1.5, в том числе гармонизируемые с международными стандартами.

[4] Принцип метода описан в разделе «Область применения».

[5] Подготовку проб к испытанию и средств измерений проводят в соответствии с действующим в республике ГОСТ 2517.

[6] В настоящем стандарте представлено два метода определения содержания твердого парафина, позволяющие применяя отечественное и импортное оборудование, внесенное в настоящий стандарт получать идентичные результаты испытаний.

[7] Раздел «Требования безопасности» предусмотрен в соответствии с ГОСТ 8.010 в объеме, необходимом для обеспечения безопасности работ в испытательных лабораториях.

УДК 665.59.001.4 **МКС 93.080.20** **КПВЭД 23.20.32**

Ключевые слова: Битумы нефтяные, твердые парафины, метод перегонки, метод хроматографического разделения, вымораживание