



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۱۲۸۵۲ ۴

چاپ اول

ISIRI

12852-1

1st.edition

قیر و مواد قیری- تعیین درصد واکس قیر و مواد
قیری روش آزمون
قسمت ۱: روش تقطیر

**Bitumen and bituminous binders –
Determination of the paraffin wax content
– Part 1: Method by distillation**

ICS: 91.100.50;75.140

به نام خدا

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب قانون بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه* صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فنی و فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادر کنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیردولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرات و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شود که براساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که مؤسسه استاندارد تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. مؤسسه می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد این گونه سازمان ها و مؤسسات را براساس ضوابط نظام تایید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تایید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آنها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این مؤسسه است.

* مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

□ - International Organization for Standardization

□ - International Electrotechnical Commission

□ - International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrologie Legal)

□ - Contact point

□ - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«قیر و مواد قیری- تعیین درصد واکس قیر و مواد قیری- روش آزمون قسمت ۱: تقطیر»

رئیس:

امامی ، سید حسن
(کارشناس بهداشت)

سمت و /یا نما یندگی
رئیس کنترل کیفی آزمایشگاه شرکت پالایش نفت جی

دبیر:

جانی قربان ، محترم
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

کارشناس اداره کل استانداردها و تحقیقات صنعتی
استان اصفهان

افشاری ، غفار
(کارشناس ارشد شیمی آلی)

کارشناس پژوهش و کنترل کیفی آزمایشگاه شرکت
پالایش نفت جی

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

بزرگزاد، مهری
(کارشناس شیمی)

کارشناس شیمی و فیزیک آزمایشگاه فنی و مکانیک
خاک استان اصفهان

رضائی، احسان
(مهندسی شیمی)

کارشناس کنترل کیفیت آزمایشگاه شرکت پالایش
نفت جی

شرقی، عبدالعلی
(دکترای عمران)

عضو هیئت علمی دانشگاه شهید بهشتی

شریف زاده ، ابوذر
(کارشناس شیمی)

کارشناس کنترل کیفیت آزمایشگاه شرکت پالایش
نفت جی

شکوه نیا، جواد
(مهندسی پتروشیمی)

رئیس آزمایشگاه و کنترل کیفیت پالایشگاه قطران
ذغال سنگ

عشقی، ایمان
(کارشناس ارشد عمران)

کارشناس اداره اجرای استاندارد اداره کل استاندارد و
تحقیقات صنعتی استان اصفهان

مرادمند، محسن
(کارشناس ارشد شیمی)

معاون آزمایشگاه شرکت پالایش نفت اصفهان

نصر اصفهانی، مجتبی
(دکتری شیمی معدنی)

عضو هیئت علمی پژوهشگاه سازمان استاندارد

مهدوی، حسن
(کارشناس علوم آزمایشگاهی)

مسئول کنترل کیفی شرکت درمان گاز

نکوئی، معصومه سادات
(کارشناس شیمی)

مسئول بخش غیرفلزی اداره کل استاندارد و تحقیقات
صنعتی استان اصفهان

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ج	آشنایی با مؤسسه استاندارد
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ز	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ مواد
۲	۵ وسایل
۶	۶ نمونه برداری
۷	۷ روش انجام آزمون
۹	۸ محاسبه
۱۰	۹ گزارش نتایج
۱۱	۱۰ دقت و خطا

پیش گفتار

استاندارد « قیر و مواد قیری- تعیین درصد واکس قیر و مواد قیری- روش آزمون- قسمت ۱: روش تقطیر » که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان اصفهان و شرکت پالایش نفت جی تهیه و تدوین شده و در دویست و نود و پنجمین اجلاس کمیته ملی استاندارد مهندسی ساختمان و مصالح و فرآورده های ساختمانی مورخ ۸۹/۴/۲۸ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود.

برای حفظ همگامی با تحولات و پیشرفت های ملی وجهانی در زمینه صنایع ، علوم و خدمات ، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استاندارد ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدید نظر استاندارد ملی ایران استفاده کرد.

منبع و مآخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته است به شرح زیر است:

BS EN 12606 – 1: 2007 Bitumen and bituminous binders – Determination of the paraffin wax content – Part 1: Method by distillation

قیر و مواد قیری- تعیین درصد پارافین واکس^۶ قیر و مواد قیری روش آزمون قسمت ۱: روش تقطیر

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین درصد پارافین واکس قیر و مواد قیری به وسیله روش موسسه استاندارد آلمان^۷ (DIN) می باشد.

قیرآبه‌ها^۸، قیرهای محلول^۹ و قیرهای اصلاح شده^{۱۰}، با هر غلظتی، در محدوده این روش آزمون قرار نمی گیرند. هشدار- این استاندارد همه موارد ایمنی مربوط به کاربرد آن را بیان نمی کند، بنابراین وظیفه استفاده کننده این است که موارد ایمنی و اصول بهداشتی را رعایت و قبل از استفاده، محدودیت های اجرایی آن را مشخص کند.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آن ها ارجاع داده شده است . بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می شود . در صورتی که به مدارکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد ، اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای بعدی آن موردنظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن ها ارجاع داده شده است ، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه های بعدی آن ها موردنظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است :

- ۴ ۱ استاندارد ملی شماره ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱ ، آب- مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه ویژگی ها و روش های آزمون
- 2-2 EN 58, Bitumen and bituminous binders – Sampling bituminous binders.
- 2-3 EN 1425, Bitumen and bituminous binders – Characterization of perceptible properties
- 2-4 EN 12594, Bitumen and bituminous binders – Preparation of test samples
- 2-5 EN ISO 3696:1995, Water for analytical laboratory use – Specification and test methods(ISO 3696:1987)
- 2-6 ISO 383, Laboratory glassware – Interchangeable conical ground joints

⁶-Paraffin Wax

⁷-The German Institute for Standardization

⁸-Aqueous bituminous binders

⁹-Cutback anhydrous binders

¹⁰-Modified binders

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می رود:

۴ ۱

پارافین واکس

مخلوطی از هیدروکربن‌هایی که در یک مخلوط ۵۰٪ حجمی اتر/اتانول تا دمای 40°C طی یک فرآیند مشخص کریستال شده و دمای ذوب آن در محدوده بالای 25°C می‌باشد.

۴ مواد

مواد شیمیایی نوع آزمایشگاهی و آب مقطر درجه ۳ مطابق با استاندارد بند ۴ ۱ استفاده شود، مگر این که نوع دیگری تعیین شده باشد.

۴ ۱ اتوکسی اتان(دی اتیل اتر)، بدون آب

در این استاندارد، این ماده اتر نامیده می‌شود.

۴ ۲ اتانول خالص

۴ ۳ اتانول صنعتی

۴ ۴ حلال ویژه نفتی^{۱۱}

با چگالی حدود 645Kg/m^3 در 15°C و محدوده تقطیر حدود $(30-45)^{\circ}\text{C}$ یادآوری - در صورت موجود نبودن حلال ویژه نفتی با شرایط تعیین شده، می‌توان از حلال هگزان استفاده کرد.

۴ ۵ استون آزمایشگاهی

۴ ۶ دی‌اکسیدکربن جامد و کاملاً پودر شده

یادآوری - دستگاه تبرید با اثر معادل سرماسازی دی‌اکسیدکربن جامد را می‌توان استفاده کرد.

۴ ۷ یخ کاملاً خرد شده

۴ ۸ مایع شستشو

مخلوط ۵۰٪ حجمی اتر و اتانول.

۵ وسایل

۵ ۱ گرم خانه

با قابلیت نگه داری دما در محدوده $(125 \pm 5)^{\circ}\text{C}$

۵ ۲ دماسنج

۵ ۴ ۱ دماسنج نمونه

یک دماسنج بدنه جامد، با محدوده شناسایی $(50^{\circ}\text{C}$ تا 38°C) ، با حداقل درجه‌بندی 1°C ، طول کلی mm (360 ± 5) ، غوطه‌وری mm (180 ± 5) و قطر خارجی بدنه mm (10 ± 0.5) می‌باشد.

¹¹-Petroleum Spirit

۵ ۴ ۲ دماسنج حمام

یک دماسنج بدنه جامد، با محدوده شناسایی $^{\circ}\text{C}$ (۵۰ تا ۴۰) ، با حداقل درجه بندی $^{\circ}\text{C}/۰,۵$ ، طول کلی mm (۲۲۰ $\pm$ ۵)، غوطه‌وری mm (۵۰ $\pm$ ۵) و قطر خارجی بدنه mm (۸ $\pm$ ۰,۵) می‌باشد.

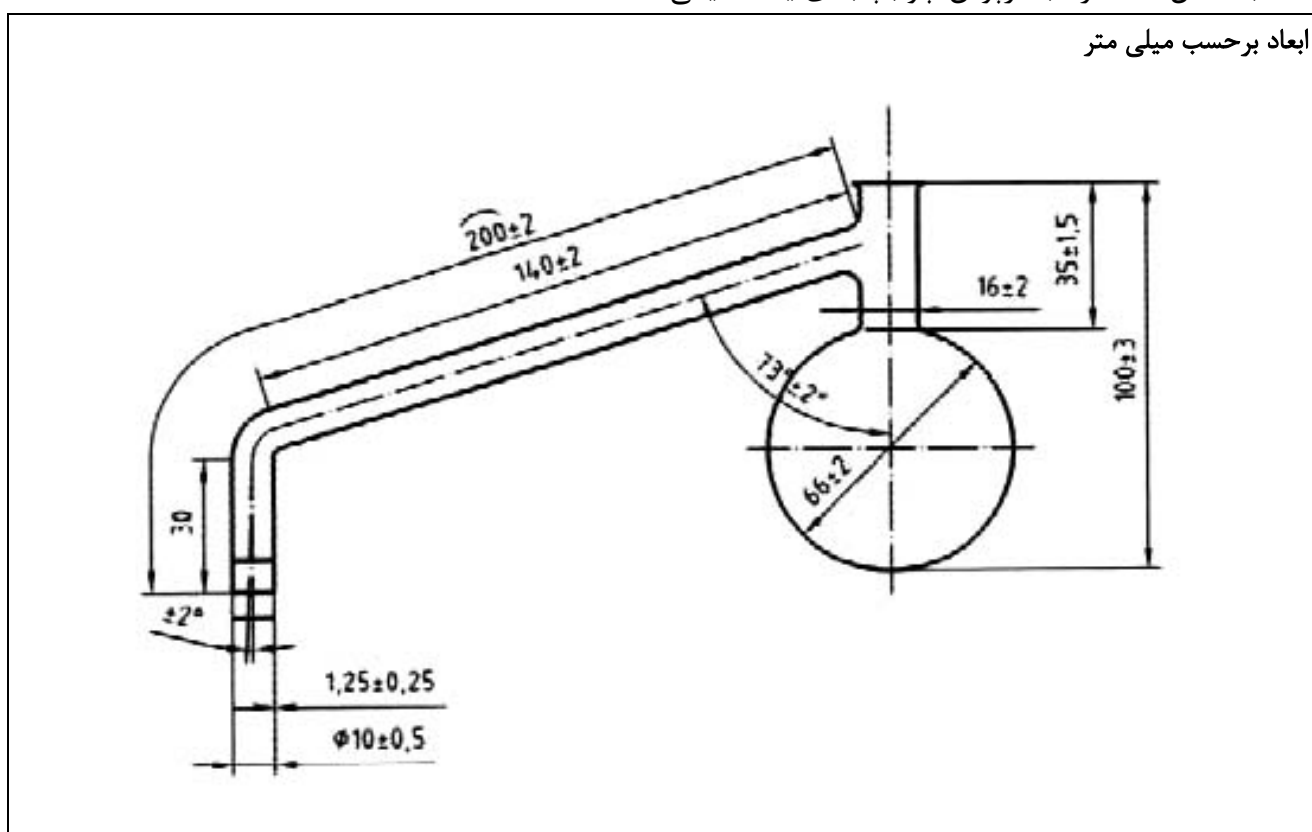
می‌توان از دیگر تجهیزات اندازه‌گیری دما نیز به جای دماسنج جیوه‌ای استفاده کرد، هرچند دماسنج جیوه‌ای ابزار مرجع می‌باشد. هر ابزار جایگزین دیگر نیز باید واسنجی بوده، خواندن مقادیر را با وضوح دماسنج جیوه‌ای میسر کرده و زمان پاسخ دمایی آن مشابه باشد.

یادآوری - ابزارهای جایگزین نسبت به دماسنج‌های جیوه‌ای، درحین اندازه‌گیری و کنترل دمای آزمون، از حساسیت بیشتری برخوردار بوده و در زمان کوتاه‌تری تغییرات دمایی را نشان می‌دهد.

۵ ۳ فلاسک تقطیر

مشابه شکل ۱، همراه با درپوش چوب‌پنبه‌ای یا لاستیکی

ابعاد برحسب میلی متر



شکل ۱ - فلاسک تقطیر برای اندازه‌گیری پارافین واکس

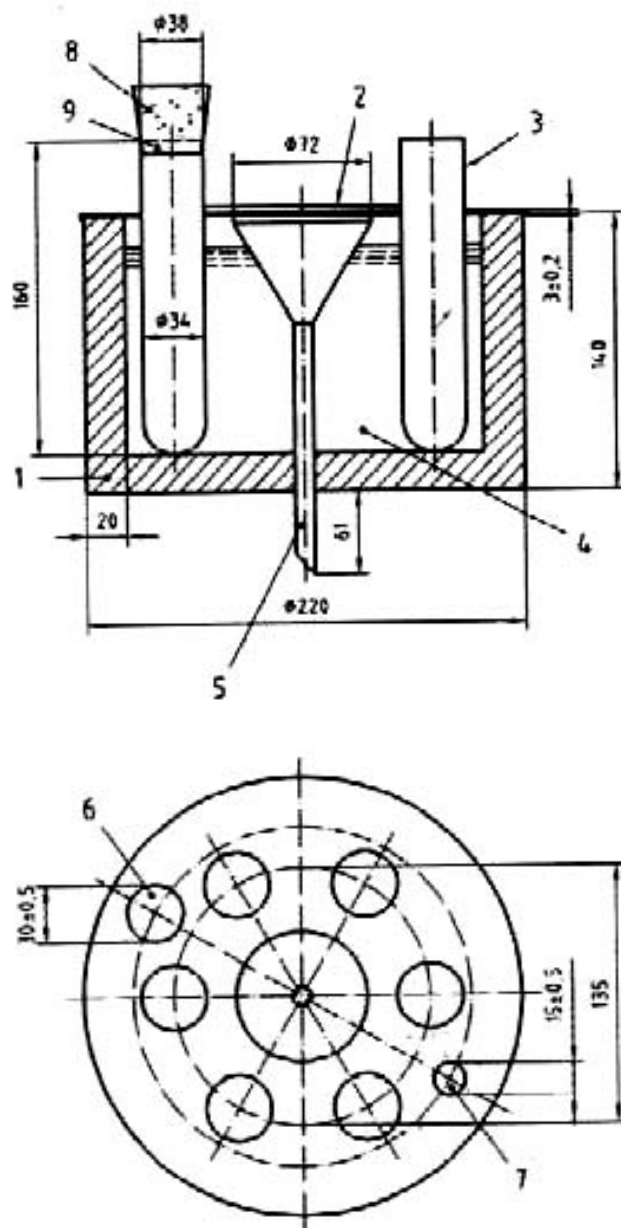
۵ ۴ صفحه محافظ فلزی مدور

با قطر داخلی حدود ۱۸mm و قطر خارجی ۶۵mm

۵ ۵ لوله آزمایش

لوله آزمایش با لبه تخلیه و درپوش چوب‌پنبه‌ای یا لاستیکی سوراخ‌دار، ابعاد در شکل ۲ نشان داده شده‌اند.

ابعاد برحسب میلی متر در صورتی که دقت آن‌ها ذکر نشده است $\pm ۰,۱\text{mm}$ می‌باشد.



راهنما:

- | | | |
|-----------------|-----------------------------|-----------------------------------|
| ۱- بالش هوا | ۲- دهانه قیف | ۳- لوله آزمایش |
| ۴- مایع حمام | ۵- لوله اتصال به فلاسک صافی | ۶- دریچه ریختن دی اکسید کربن جامد |
| ۷- دریچه دماسنج | ۸- درپوش سوراخ دار | ۹- دهانه لوله آزمایش |

شکل ۲ - لوله های آزمایش، حمام خنک کننده و قیف

۵ ۶ لوله آزمایش

لوله آزمایش در سنباده ای ۲۹/۳۲ و یک بطری شستشوی ته گرد ۲۹/۳۲ مطابق ISO383؛ ابعاد در شکل ۲ مشخص شده اند.

۵ ۷ فلاسک ارلن مایر

فلاسک ۱۰۰ ml، برای استفاده به عنوان دریافت کننده تقطیر و مجهز به یک درپوش چوب‌پنبه‌ای یا درپوش لاستیکی سوراخ‌دار که یک شکاف پیوسته عمودی در سطح خارجی آن وجود دارد.

۵ ۸ فلاسک صافی

فلاسک ۵۰۰ ml، دارای محل اتصال به دستگاه خلا.

۵ ۹ بطری شستشوی شیشه‌ای ۵۰۰ ml

۵ ۱۰ حمام خنک کننده

مطابق شکل ۲ یا هر حمام خنک کننده دیگر، با شرایط عایق‌بندی مشابه نیز می‌تواند مورد استفاده قرار گیرد.

۵ ۱۱ قیف (در حمام خنک کننده)

قیف با قطر ۷۲ mm و طول کلی ۲۰۰ mm

۵ ۱۲ ظرف تبخیر

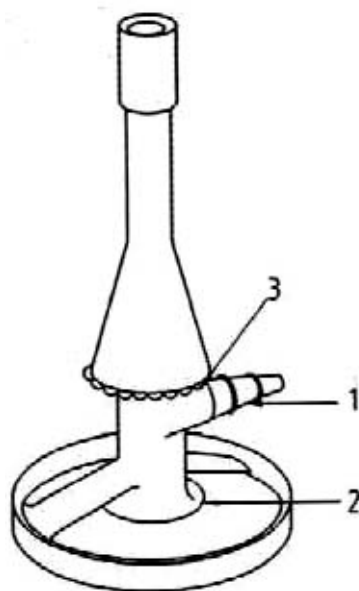
ظرف تبخیر با قطر ۸۰ mm، دارای خط نشان ۱۵ mm

۵ ۱۳ ترازو با دقت ± 10 mg

۵ ۱۴ ترازو با دقت ± 2 mg

۵ ۱۵ چراغ گاز آزمایشگاهی

مطابق شکل ۳



راهنما:

۱- ورودی گاز از لوله

۲- شیر سوزنی

۳- تنظیم کننده هوا

شکل ۳ - چراغ گاز آزمایشگاهی

۵ ۱۶ خشکانه^{۱۲}

۵ ۱۷ بوته چینی با قطر ۸۰ mm

¹²-Desiccator

۵ ۱۸ صافی گرد

با قطر ۱۱۰mm، برای تجزیه کمی، انتقال: نیمه بسته و یا جریان نیمه سریع^{۱۳}

۵ ۱۹ زمان سنج

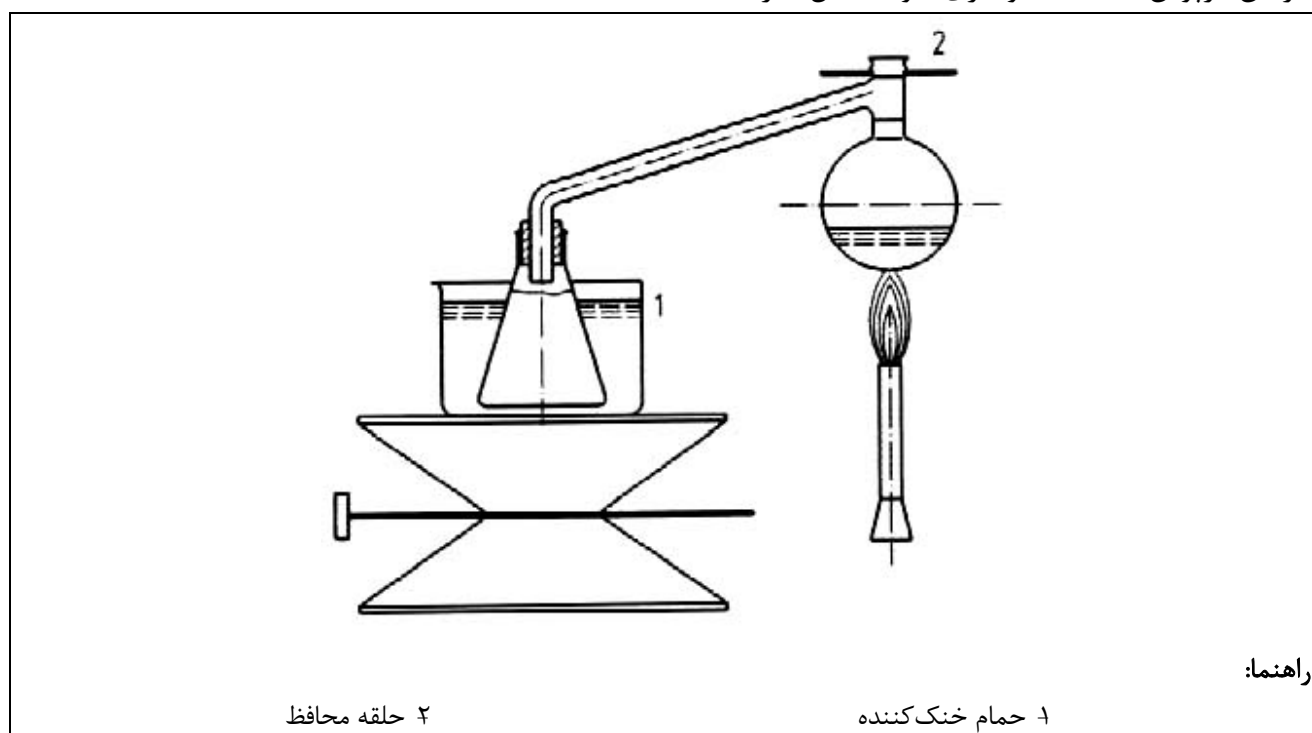
۵ ۲۰ انبرک

۶ نمونه برداری

از همگن بودن و عدم آلودگی نمونه آزمایشگاهی اطمینان حاصل کنید (استاندارد بند ۴ ۳ را مطالعه کنید). کلیه جنبه‌های ایمنی را رعایت کرده و از این که نمونه آزمون معرف کل نمونه باشد، اطمینان حاصل کنید (استاندارد بند ۴ ۲ را مطالعه کنید). نمونه آزمایشگاهی باید مطابق با استاندارد بند ۴ ۲ نمونه برداری شود. آزمون باید بر روی دو نمونه $(25 \pm 1) \text{ gr}$ انجام شود. نمونه‌های آزمون را مطابق با استاندارد بند ۴ ۴ آماده کنید.

۷ روش انجام آزمون

در حداقل زمان لازم، جهت اطمینان از این که نمونه‌ها کاملاً سیال هستند، آن‌ها را در بوتله‌های چینی ذوب کنید. مقدار $(25 \pm 1) \text{ gr}$ نمونه را در فلاسک تقطیر بند ۵ ۳ ریخته و با دقت 10 mg وزن کنید (وزن m_B). فلاسک تقطیر را به وسیله چراغ گاز آزمایشگاهی، با یک شعله ملایم به طول تقریبی 150 mm (بدون مخروط شعله) گرم کنید و شعله را به نحوی کنترل کنید که اولین قطره محصول تقطیر پس از سه دقیقه تا چهار دقیقه حاصل شود. صفحه محافظ فلزی مدور (بند ۵ ۴ را ببینید) را روی فلاسک تقطیر قرار دهید تا از احتمال آتش گرفتن درپوش فلاسک جلوگیری شود (شکل ۴ را ببینید).



شکل ۴ - طرح کلی دستگاه تقطیر

فلاسک ارلن مایر (بند ۵ ۷) که به انتهای لوله خروجی متصل شده و لوله از قسمت خمیده کاملاً در آن قرار دارد (مطابق شکل ۴)، باید تا حدامکان درون مخلوط یخ و آب فرو برده شود، محتوی محصول تقطیر را با دقت ۱۰mg وزن نمود تا از میعان کلیه بخارات حاصل از تقطیر، اطمینان حاصل شود. سرعت تقطیر باید کاملاً قابل مشاهده و بررسی باشد.

سرعت تقطیر را به نحوی تنظیم کنید که در هر ۱۰ ثانیه، (15 ± 5) قطره از انتهای لوله خروجی به درون فلاسک ارلن مایر (بند ۵ ۷) بریزد.

گرم کردن را بدون تغییر شعله، تا زمانی که سرعت تقطیر کم شده و در عرض ۱۰ ثانیه قطره‌ای نچکد و یا ۱۴ دقیقه بعد از شروع آزمایش، ادامه دهید.

به وسیله شعله مناسب در مدت یک دقیقه گرم کردن را ادامه دهید تا کف فلاسک تقطیر به رنگ قرمز گداخته شود.

نهایتاً تقطیر را در ۱۵ دقیقه به اتمام برسانید. مواد تقطیر شده باقی مانده در لوله خروجی فلاسک تقطیر را به ارلن مایر (بند ۵ ۷) منتقل نکنید.

محصول تقطیر را به آرامی گرم کرده و در همین حین به وسیله چرخش آن را کاملاً مخلوط کنید. سپس آن را در یک خشکاننده تا دمای محیط خنک کرده و محصول تقطیر درون ظرف را با دقت ۱۰mg وزن کنید (وزن m_D). بسته به محتوی پارافین واکس احتمالی، مقدار $gr(4 \pm 2)$ از محصول تقطیر را در لوله آزمایش بند ۵ ریخته و با دقت ۵mg وزن کنید (وزن m_E).

یادآوری - در صورتی که محتوی پارافین واکس را نمی‌توان از قبل پیش بینی کرد، وزن اولیه حدود ۳gr توصیه می‌شود.

محصول تقطیر وزن شده را در $ml(1 \pm 0.25)$ اتر (طبق بند ۴ ۲) حل کرده و به آن $ml(1 \pm 0.25)$ اتانول (طبق بند ۴ ۳) بیافزایید.

در لوله آزمایش را با یک درپوش که از درون آن دماسنج نمونه (بند ۵ ۴ ۱) عبور داده شده را کامل ببندید و دماسنج را تا اندازه‌ای در لوله آزمایش فرو ببرید که به داخل مایع برسد، سپس لوله آزمایش را درون حمام خنک‌کننده قرار دهید. مایع حمام را به وسیله کربن دی‌اکسید جامد کاملاً خرد شده یا دستگاه تبرید، خنک کنید (یادآوری ۴ ۷ را ببینید). برای اطمینان از این که دمای نمونه در $^{\circ}C 40$ نگه داشته شده است، لازم است دمای حمام را تا $^{\circ}C(1 \pm 0.22)$ کاهش دهید. مقدار $ml(1 \pm 0.2)$ از مایع شستشوی (بند ۴ ۹) را درون لوله آزمایش ریخته و با درپوش مخصوص شیشه شستشو در آن را بسته و سپس در حمام خنک‌کننده (بند ۵ ۱۰) تا دمای $^{\circ}C(0.5 \pm 0.4)$ خنک کنید. این دما را تا اتمام صاف کردن ثابت نگه دارید.

صافی گرد (بند ۵ ۱۸) را در کیفی که بصورت ایستاده در حمام خنک‌کننده قرار دارد، گذاشته و کیف را به فلاسک صافی زیر حمام متصل کنید. به سرعت مخلوط حلال و کریستال‌های تولید شده در دمای $^{\circ}C(0.5 \pm 0.4)$ را روی صافی بریزید و سپس لوله آزمایش را با مایع شستشوی خنک شده بشوید. مجدداً دمای مایع شستشو را به $^{\circ}C(0.5 \pm 0.4)$ رسانده و شستشوی کریستال‌ها و انتقال آن‌ها را به صافی تکرار کنید. مایع شستشو را تا حدامکان بین سه شستشو به صورت یک سان تقسیم کنید.

عملیات صاف کردن را به وسیله اعمال یک خلا آرام که در آن فشار از ۵kPa کمتر نشود تسهیل کنید. به محض اتمام صاف کردن، صافی گرد را به وسیله یک انبرک برداشته و در قیف قرار گرفته روی ظرف تبخیر یا فلاسک ارلن مایر که از قبل با دقت ۰/۵mg وزن شده، بگذارید. با احتیاط حلال ویژه نفتی گرم را روی باقیمانده پارافین واکس خام ریخته و آن را حل کنید. هرگونه پارافین واکسی که احتمالاً به لوله آزمایش و دماسنج چسبیده است را به همین روش حل کنید. محلول صاف شده را در ظرف تبخیر روی حمام آب، تبخیر کنید. برای جلوگیری از حرکت (صعود) مایع روی دیواره، تبخیر را در جریان ملایم هوا انجام دهید. باقی مانده را به مدت (1 ± 15) دقیقه در دمای $^{\circ}\text{C} (125 \pm 5)$ در گرم خانه خشک کرده و سپس خنک کنید. زمانی که پارافین واکس خالص، خنک شده ولی هنوز کاملاً تبدیل به جامد نشده است، حدوداً ۱۵ml استون به آن بیافزایید.

پارافین واکس ها را با اعمال گرمای ملایم و چرخاندن آهسته ظرف حل کرده و تبخیر استون را با اضافه کردن مجدد آن جبران کنید. مخلوط استون/پارافین واکس را تا دمای $^{\circ}\text{C} (150 \pm 0.5)$ در یک حمام آب، خنک کرده و به وسیله صاف کردن، پارافین واکس های کریستال شده را جدا کنید. ظرف تبخیر، دماسنج و صافی را چند مرتبه به وسیله استون با دمای $^{\circ}\text{C} (150 \pm 0.5)$ و با استفاده از یک شیشه شستشو، به نحوی که کل حجم مایع شستشو $\text{ml} (30 \pm 1)$ باشد، بشوید. مایع شستشو را دور بریزید.

پارافین واکس های خالص شده به این روش را با احتیاط و به وسیله ریختن حلال ویژه نفتی بر روی آن، دوباره حل کرده و در همان ظرف تبخیر جمع آوری کنید. مخلوط حلال/پارافین واکس را در جریان آرام هوا و بر روی حمام آب تبخیر کنید.

پارافین واکس های کریستال شده را به مدت (1 ± 15) دقیقه در دمای $^{\circ}\text{C} (125 \pm 5)$ در گرم خانه خشک کرده و پس از خنک شدن در خشکاننده با دقت ۰/۵mg وزن کنید (وزن m_A).

در صورتی که وزن به دست آمده خارج از محدوده $\text{mg} (85 \text{ } 65)$ باشد، نتیجه را باطل کرده و آزمون را با مقدار مناسب از وزن مواد اولیه از همان محصول تقطیر تکرار کنید (وزن m_E).

اگر وزن ماده اولیه جهت استحصال وزن نهایی بین $\text{mg} (85 \text{ } 65)$ کمتر از ۲gr و یا بیش از ۴gr باشد، این نکته را در نتیجه آزمون گزارش کنید.

برای آزمون های متداول، روش اجرای تقطیر ممکن است با یک نمونه $\text{gr} (25 \pm 1)$ انجام شود.

بسته به محتوی تقریبی پارافین واکس، مقادیر بین $\text{gr} (4 \text{ } 2)$ (به عنوان مثال ۲/۵gr، ۳gr و ۳/۵gr) از محصول تقطیر را به سه لوله آزمایش افزوده و آن ها را با دقت ۵mg وزن کنید. روش آزمون را با این سه نمونه دنبال کنید.

اگر یک یا چند نتیجه نهایی وزن های پارافین واکس در محدوده $\text{mg} (85 \text{ } 65)$ می باشد، محتوی پارافین واکس را برای دو وزن که به ۷۵mg نزدیک تر هستند و در صورت امکان در دو طرف میانگین می باشند، محاسبه کنید. در صورتی که تمام وزن های نهایی خارج از محدوده $\text{mg} (85 \text{ } 65)$ باشند، نتایج را باطل کرده و آزمون را با یک نمونه $\text{gr} (25 \pm 1)$ جدید و تنظیم وزن های اولیه محصول تقطیر تکرار کنید.

یادآوری – در صورت استفاده از دستگاه خودکار تبرید، همین نتایج به دست خواهد آمد.

۸ محاسبه

محتوی پارافین واکس (C_p) را برای هر نمونه با استفاده از معادله زیر، محاسبه کنید:

$$C_p = \frac{m_D \times m_A}{m_B \times m_E} \times 100 \quad (۱)$$

که در آن:

C_p محتوی پارافین واکس برحسب درصد جرمی؛

m_B وزن اولیه قیر برحسب gr؛

m_D وزن محصول تقطیر شده برحسب gr؛

m_E وزن اولیه محصول تقطیر استفاده شده جهت آزمون برحسب gr؛

m_A وزن نهایی پارافین واکس برحسب gr.

در صورتی که مقادیر اندازه گیری شده برای دو نمونه بیش از ۰/۳٪ جزء جرمی اختلاف ندارند، میانگین دو عدد را محاسبه کنید. در غیر این صورت، اندازه گیری را با یک نمونه سوم با وزن تقریبی ۲۵gr تکرار کرده و میانگین نزدیک ترین دو عدد را محاسبه کنید. این مقادیر، در هر صورت نباید بیش از ۰/۳٪ جزء جرمی تفاوت داشته باشند. اگر دو مقدار اول با مقدار سوم فاصله مساوی دارند، سومین مقدار را نیز لحاظ کنید. در صورتی که با شرایط نتوان میانگینی برای این سه مقدار محاسبه کرد، هر سه نتیجه را باطل کرده و آزمون را با دو نمونه دیگر تکرار کنید.

یادآوری – در چنین شرایطی برای آزمون های متداول، نموداری رسم کنید که در آن محور xها نشان دهنده وزن نهایی و محور yها نشان دهنده محتوی پارافین واکس می باشند. نتایج را روی نمودار قرار داده و محتوی پارافین واکس را از روی نمودار و در مقدار وزن نهایی ۷۵mg بخوانید.

۹ گزارش نتایج

محتوی پارافین واکس را به صورت درصد جرمی و با تقریب ۰/۱٪ گزارش کنید.

۹-۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل موارد زیر باشد:

۹-۱-۱ انجام آزمون طبق این استاندارد ملی ایران؛

۹-۱-۲ تاریخ تحویل نمونه به آزمایشگاه؛

۹-۱-۳ نتایج انجام آزمون؛

۹-۱-۴ شناسنامه محصول (شامل: نام تولید کننده، تاریخ تولید و...)

۹-۱-۵ محل انجام آزمون؛

۹-۱-۶ ذکر رگونه موارد مغایر با این استاندارد؛

۹-۱-۷ نام و نام خانوادگی و امضای آزمایش گر؛

۹-۱-۸ نام و نام خانوادگی و امضای تایید کننده.

۱۰ دقت و خطا

۴۰ ۱ تکرارپذیری

دو نتیجه آزمون که توسط یک آزمایش کننده، با یک دستگاه، تحت شرایط یکسان و یک نمونه ماده حاصل شده و عملیات به درستی انجام شده باشد، بیش از ۰/۳٪ جرمی مطلق تفاوت نخواهند داشت.

۴۰ ۲ تجدیدپذیری

دو نتیجه آزمون که توسط آزمایش کنندگان و آزمایشگاه های متفاوت از یک نمونه ماده واحد حاصل شده و عملیات به درستی انجام شده باشد، بیش از ۰/۵٪ جرمی مطلق تفاوت نخواهند داشت.

یادآوری – دقت این روش آزمون برای قیرهای اصلاح شده و صنعتی قابل قبول نمی باشد. بنابراین توصیه می شود موارد فوق صرفاً جهت راهنمایی استفاده شوند.