



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۱۲۸۵۲-۱
تجدیدنظر اول
۱۳۹۸

INSO
12852-1
1st Revision
2020

Modification of
BS EN 12606-1:
2015

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

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

ICS: 91.100.50, 75.140

استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۲۸۵۲ (تجدیدنظر اول): سال ۱۳۹۸

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.gov.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No. 2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.gov.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب 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) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

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

رئیس:

سمت و / یا محل اشتغال:

شرکت آزمایشگاه فنی و مکانیک خاک

اسماعیلی طاهری، محسن
(کارشناسی ارشد مهندسی عمران)

دبیر:

شرکت آزمایشگاه فنی و مکانیک خاک

زمانی فر، الهام
(دکتری شیمی معدنی)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

شرکت آزمایشگاه فنی و مکانیک خاک

اسمعیلی، رضا
(کارشناسی ارشد مهندسی عمران)

شرکت پرشیا قیر توس

پرویزی، سعید
(کارشناسی ارشد مهندسی عمران)

سندیکای شرکت‌های ساختمانی ایران

پورشیرازی، محمدعلی
(کارشناسی ارشد راه و ساختمان)

قیران پخش ستاره ایرانیان

پورعبدالله، هادی
(کارشناسی شیمی کاربردی)

شرکت ناژ

ترکاشوند، مهدی
(کارشناسی ارشد مهندسی معدن)

شرکت بهینه‌سازی مصرف سوخت

جهانی، فاطمه
(کارشناسی مهندسی نفت)

دانشگاه یزد

خانی، حامد
(دکتری مهندسی عمران)

مهندسان مشاور ایران استن

شیرازیان، شهرام
(دکتری زمین‌شناسی ساختمانی)

سمت و / یا محل اشتغال:

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

سندیکای شرکت‌های ساختمانی	عارف آذر، کاظم (کارشناسی ارشد مهندسی عمران)
شرکت نفت جی	فروتن، سارا (کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)
شرکت آذر بام	کریمیان خسروشاهی، فریبا (کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)
شرکت سنگ و کوه	لطیفی، علی (کارشناسی ارشد مهندسی عمران)
شرکت نفت پاسارگاد	محمدنیا، امیررضا (کارشناسی مهندسی مکانیک)
دانشگاه صنعتی امیرکبیر	مقدس‌نژاد، فریدون (دکتری مهندسی عمران)
مرکز تحقیقات راه و مسکن و شهرسازی	منصوریان، احمد (دکتری مهندسی عمران)
شرکت نفت پاسارگاد	منیعی، سحر (کارشناسی ارشد شیمی)
شرکت آزمایشگاه فنی و مکانیک خاک	مهاجرانی، نیکو سادات (کارشناسی ارشد مهندسی عمران)
شرکت نفت پاسارگاد	نازموسی، سیروس (کارشناسی مهندسی نفت)

ویراستار

سازمان ملی استاندارد ایران

فلاح، عباس
(کارشناسی ارشد زمین شناسی اقتصادی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول
۲	۵ مواد و واکنش‌گرها
۳	۶ وسایل
۷	۷ نمونه‌برداری
۷	۸ روش اجرا
۱۱	۹ محاسبه
۱۱	۱۰ بیان نتایج
۱۲	۱۱ دقت
۱۲	۱۲ گزارش آزمون
۱۳	پیوست الف (آگاهی دهنده) تغییرات اعمال شده در این استاندارد ملی در مقایسه با استاندارد منبع

پیش‌گفتار

استاندارد «قیر و مواد قیری- تعیین درصد پارافین قیر و مواد قیری - قسمت ۱: روش تقطیر» که نخستین بار در سال ۱۳۸۹ تدوین و منتشر شد، براساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تایید کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به‌عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد پ، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در هشتصد و شصت و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد مهندسی ساختمان و مصالح و فرآورده‌های ساختمانی مورخ ۱۳۹۸/۱۱/۰۸ تصویب شد، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران - ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۲۸۵۲: سال ۱۳۸۹ می‌شود.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی/منطقه‌ای زیر به روش «ترجمه تغییر یافته» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی همرا با اعمال تغییرات با توجه به مقتضیات کشور است:

BS EN 12606-1: 2015, Bitumen and Bituminous Binders-Determination of the Paraffin Wax Content, Part 1: Method by Distillation

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

هشدار- در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی درج نشده است. در صورت مواجهه با چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط بهداشت و ایمنی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین درصد پارافین قیر و مواد قیری به روش تقطیر است. قیرآبه‌ها (قیرهای امولسیون)،^۱ قیرهای محلول^۲ و قیرهای اصلاح شده^۳ با هر غلظتی در محدوده این روش آزمون قرار نمی‌گیرند.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن ضوابط جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود. در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است. استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 EN 58 Bitumen and Bituminous Binders - Sampling Bituminous Binders

2-2 EN 1425 Bitumen and Bituminous Binders - Characterization of Perceptible Properties

2-3 EN 12594 Bitumen and Bituminous Binders - Preparation of Test Samples

2-4 EN ISO 3696:1995, Water for Analytical Laboratory Use - Specification and Test Methods (ISO 3696:1987)

2-5 ISO 383 Laboratory Glassware — Interchangeable Conical Ground Joints

1- Aqueous Bituminous Binder

2- Fluxed or Cut-back Anhydrous Binders

3- Modified Binder

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود.

۱-۳

پارافین

Paraffin wax

مخلوطی از هیدروکربن‌هایی که در مخلوط اتر و اتانول با نسبت حجمی (۵۰٪) ۵۰:۵۰، تا دمای ۲۰- درجه سلسیوس طی فرآیندی مشخص کریستال شده و دارای دمای ذوب بیشتر از ۲۵ درجه سلسیوس است.

۴ اصول

پارافین موجود در قیر در فرآورده تقطیر حاصل از فرآیند معین تقطیر تعیین می‌شود.

۵ مواد و واکنشگرها

۱-۵ کلیات

از واکنشگرها با درجه خلوص آزمایشگاهی^۱ و آب مقطر درجه ۳ طبق استاندارد EN ISO 3696:1995 استفاده کنید، مگر این که نوع دیگری تعیین شده باشد.

۲-۵ اتوکسی اتان (دی اتیل اتر)

اتوکسی اتان (دی اتیل اتر) بدون آب که در این استاندارد اتر نامیده می‌شود.

۳-۵ اتانول، مطلق

۴-۵ اتانول، صنعتی

۵-۵ حلال نفتی^۲

حلال نفتی با چگالی تقریبی ۶۴۵ کیلوگرم بر متر مکعب در دمای ۱۵ درجه سلسیوس و دمای تقطیر تقریبی بین ۳۰ درجه سلسیوس تا ۷۵ درجه سلسیوس

1- Analytical Grade

2- Petroleum spirit

یادآوری - در صورت موجود نبودن حلال نفتی با شرایط تعیین شده، می‌توان از حلال هگزان استفاده کرد.

۶-۵ استن، با درجه خلوص آزمایشگاهی

۷-۵ کربن دی‌اکسید

کربن دی‌اکسید جامد و کاملاً پودر شده

یادآوری - دستگاه سرد کننده^۱ با قابلیت سرد کنندگی معادل کربن دی‌اکسید جامد می‌تواند استفاده شود.

۸-۵ یخ، کاملاً خرد شده

۹-۵ مایع شستشو

مخلوط اتر و اتانول با نسبت حجمی (۵۰٪) ۵۰:۵۰

۶ وسایل

وسایل آزمایشگاهی و ظروف شیشه‌ای متداول به همراه موارد زیر (ابعاد در این بند تقریبی است مگر رواداری بیان شده باشد):

۱-۶ گرمخانه

گرمخانه با قابلیت نگهداری دما در (125 ± 5) درجه سلسیوس

۲-۶ ابزارهای اندازه‌گیری دما

در این استاندارد به ترکیب ابزار خوانش و نشان‌گر به شرح زیر اشاره شده است:

۱-۲-۶ نشان‌گر دمای نمونه^۲

یک حسگر به همراه دستگاه خوانش دما باید دارای محدوده اندازه‌گیری ۳۸- درجه سلسیوس تا ۵۰+ درجه سلسیوس باشد و تا نزدیک‌ترین ۱۰ درجه سلسیوس را با دقت ۰٫۵ درجه سلسیوس بخواند. این حسگر باید درون میله شیشه‌ای با طول کلی (360 ± 5) میلی‌متر و قطر خارجی (10.0 ± 0.5) میلی‌متر قرار داده شود.

۲-۲-۶ نشان‌گر دمای حمام^۳

یک حسگر به همراه دستگاه خوانش دما باید دارای محدوده اندازه‌گیری ۳۰- درجه سلسیوس تا ۵۰+ درجه سلسیوس باشد و تا نزدیک‌ترین ۰٫۵ درجه سلسیوس را با دقت ۰٫۵ درجه سلسیوس بخواند. این حسگر باید درون میله شیشه‌ای با طول کلی (220 ± 5) میلی‌متر و قطر خارجی (8.0 ± 0.5) میلی‌متر قرار داده شود.

1- Cryostat

2-Sample temperature transducer

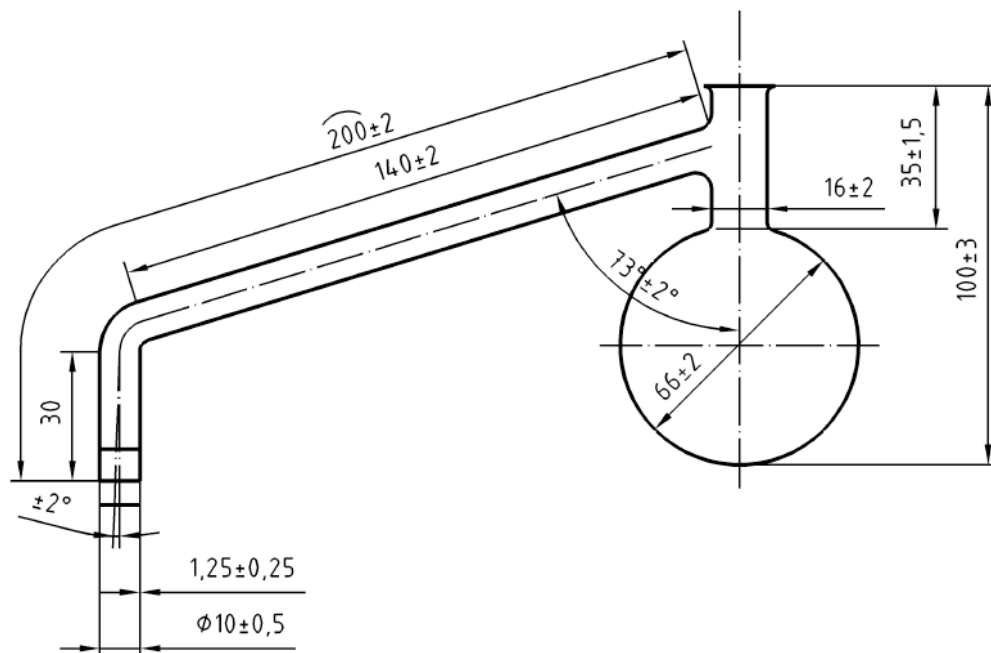
3- Bath temperature transducer

ابزارهای اندازه‌گیری دمایی مورد استفاده باید به طور منظم واسنجی شوند.

۳-۶ بالن تقطیر

بالن تقطیر به همراه درپوش چوب پنبه‌ای (به شکل ۱ مراجعه شود).

ابعاد بر حسب میلی‌متر



شکل ۱- بالن تقطیر برای اندازه‌گیری پارافین

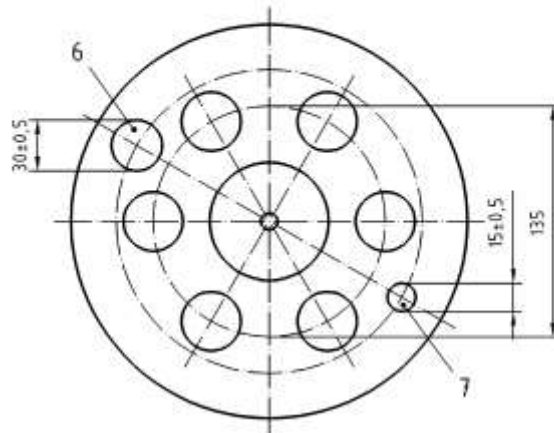
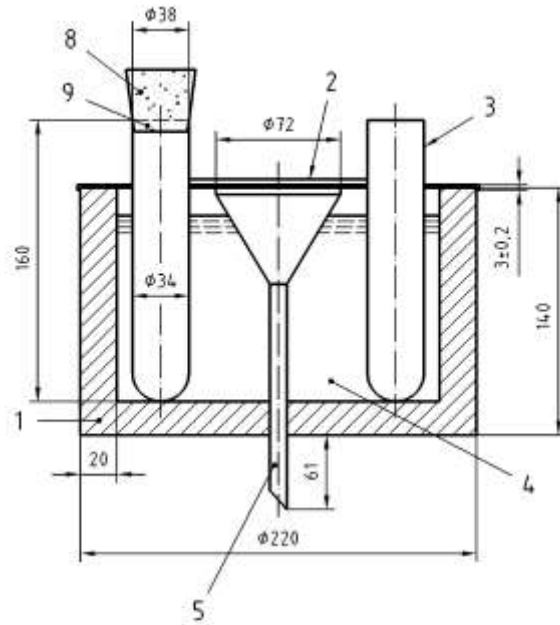
۴-۶ صفحه حلقوی فلزی محافظ

صفحه حلقوی فلزی محافظ با قطر داخلی تقریبی ۱۸ میلی‌متر و قطر خارجی ۶۵ میلی‌متر.

۵-۶ لوله‌های آزمایش

لوله‌های آزمایش با لبه تخلیه و درپوش چوب‌پنبه‌ای سوراخ‌دار، ابعاد در شکل ۲ نشان داده شده است. لوله‌های آزمایش با لبه و در سنبله‌ای ۲۹/۳۲ و بطری شستشوی مجهز به مخروط سنبله‌ای ۲۹/۳۲ مطابق با استاندارد ISO 383؛ ابعاد در شکل ۲ نشان داده شده است.

ابعاد بر حسب میلی‌متر



یادآوری - در صورتی که دقت بیان نشده باشد دقت برابر ± 1 میلی‌متر است.

راهنما:

- | | |
|--------------------------------|---|
| عایقی از هوا | 1 |
| دهانه قیف | 2 |
| لوله آزمایش | 3 |
| مایع حمام | 4 |
| رابط بالن صافی | 5 |
| دریچه ریختن کربن دی‌اکسید جامد | 6 |
| دریچه ورود دماسنج | 7 |
| درپوش چوب‌پنبه‌ای سورخ‌دار | 8 |
| لبه تخلیه | 9 |

شکل ۲- نمونه‌ای از لوله‌های آزمایش، حمام خنک‌کننده و قیف

۶-۶ ارلن‌مایر

ارلن‌مایر ۱۰۰ میلی‌لیتری برای جمع‌آوری مواد تقطیر شده و مجهز به یک درپوش سوراخ‌دار چوب پنبه‌ای است که شکاف عمودی پیوسته‌ای روی سطح خارجی آن وجود دارد.

۶-۷ بالن صافی

بالن صافی ۵۰۰ میلی‌لیتری با قابلیت اتصال به دستگاه خلاء.

۶-۸ بطری شیشه‌ای شستشو

بطری شیشه‌ای شستشو به حجم ۵۰۰ میلی‌لیتر.

۶-۹ حمام سردکننده

نمونه‌ای از این حمام در شکل ۲ نشان داده شده است. همچنین می‌توان از حمام‌های سردکننده مختلف با شرایط عایق‌بندی مشابه نیز استفاده کرد.

۶-۱۰ کیف (در حمام سردکننده)

کیف با قطر ۷۲ میلی‌متر و طول کلی ۲۰۰ میلی‌متر. کیف با غلاف لاستیکی با ابعاد مشابه، متصل به حمام سردکننده نیز مجاز است.

۶-۱۱ ظرف تبخیر

ظرف تبخیر با قطر ۸۰ میلی‌متر دارای خط نشان در ۱۵ میلی‌متری.

۶-۱۲ ترازوها

ترازو با درستی^۱ ± ۱۰ میلی‌گرم و خوانش تا ۱ میلی‌گرم.
ترازو با درستی^۲ ± ۲۰ میلی‌گرم و خوانش تا ۰٫۱ میلی‌گرم.

۶-۱۳ چراغ گاز آزمایشگاهی

چراغ گاز آزمایشگاهی طبق شکل ۳.

۶-۱۴ خشکانه^۲

۶-۱۵ بوته چینی

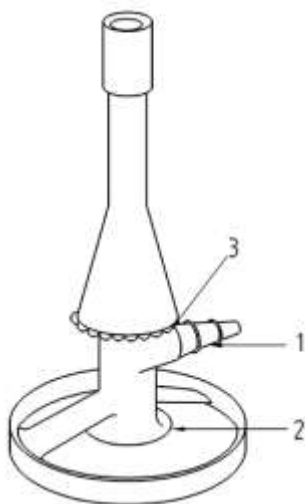
بوته چینی با قطر ۸۰ میلی‌متر.

1 - Accurate
2 - Desiccator

۱۶-۶ صافی گرد

صافی گرد با قطر ۱۱۰ میلی‌متر برای جداسازی کمی، شرایط عبور به صورت جریان نیمه سریع باشد.

یادآوری - از صافی واتمن^۱ شماره ۵۹۷ می‌تواند استفاده شود.



راهنما:

- | | |
|---|-----------------|
| ۱ | ورودی لوله گاز |
| ۲ | شیر سوزنی |
| ۳ | تنظیم کننده هوا |

شکل ۳- چراغ گاز آزمایشگاهی

۱۷-۶ زمان سنج

۱۸-۶ انبرک^۲

۷ نمونه برداری

۱-۷ از همگن بودن و عدم آلودگی نمونه آزمایشگاهی اطمینان حاصل کنید (به استاندارد EN 1425 مراجعه شود). همه جنبه‌های ایمنی لازم را رعایت کرده و اطمینان حاصل کنید که نمونه مورد آزمون (آزمونه) معرف نمونه آزمایشگاهی است که طبق استاندارد EN 58 نمونه برداری شده است. نمونه آزمایشگاهی را طبق استاندارد EN 58 نمونه برداری کنید.

آزمون باید بر روی دو آزمونه (1 ± 25) گرمی انجام شود. آزمونه را طبق استاندارد EN 12594 آماده کنید.

1-Whatman

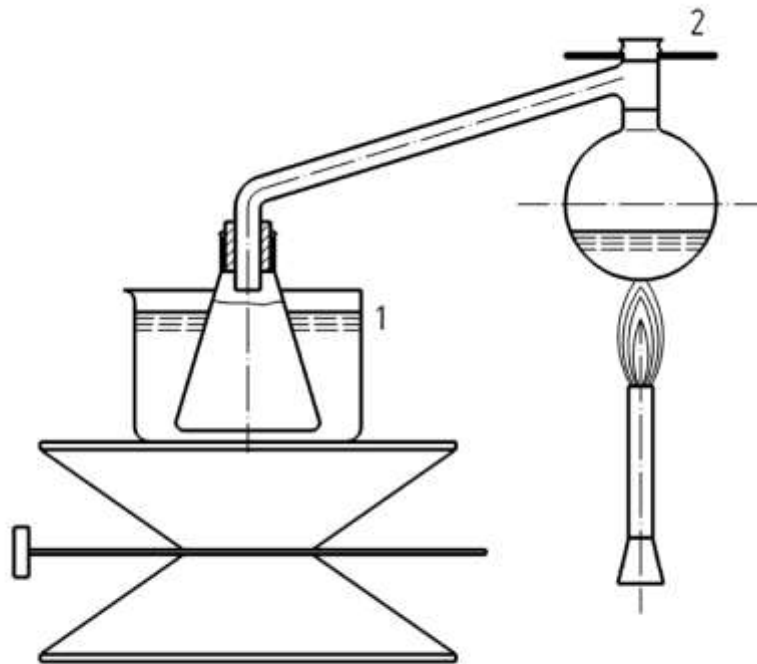
2- Pincers

۸ روش اجرای آزمون

برای اطمینان از اینکه نمونه به طور کامل سیال است هر آزمون را در حداقل زمان لازم در بوته چینی ذوب کنید. مقدار (۱ ± ۲۵) گرم نمونه را در بالن تقطیر (به زیربند ۶-۳ مراجعه شود) ریخته و تا نزدیک ترین ۱۰ میلی گرم وزن کنید (جرم m_B).

بالن تقطیر را با چراغ گاز آزمایشگاهی و یک شعله ملایم به ارتفاع تقریبی ۱۵۰ میلی متر (بدون مخروط شعله) گرم کنید. شعله را به نحوی کنترل کنید که اولین قطره مواد تقطیر شده پس از سه دقیقه تا چهار دقیقه حاصل شود. صفحه حلقوی فلزی محافظ (به زیربند ۶-۴ مراجعه شود) را به طور آزادانه روی بالن تقطیر قرار دهید تا از احتمال آتش گرفتن درپوش چوب پنبه‌ای جلوگیری شود.

انتهای خمیده لوله خروجی از بالن تقطیر به طور کامل در ارلن مایر (به زیربند ۶-۷ مراجعه شود) قرار دارد (به شکل ۴ مراجعه شود) و ارلن مایر باید تا حد امکان درون مخلوط یخ و آب غوطه‌ور باشد. اطمینان حاصل کنید بخارهای تولید شده در حین تقطیر سرد و مایع شده^۱ و تا نزدیک ترین ۱۰ میلی گرم وزن می‌شود. نرخ تقطیر باید کاملاً قابل مشاهده و بررسی باشد.



راهنما:

- | | |
|---|-----------------|
| ۱ | حمام خنک کننده |
| ۲ | حلقه فلزی محافظ |

شکل ۴- طرح کلی دستگاه تقطیر

نرخ تقطیر را به گونه‌ای تنظیم کنید که (5 ± 15) قطره در هر ۱۰ ثانیه از انتهای لوله خروجی از بالن تقطیر به درون ارلن مایر بریزد.

حرارت دادن را بدون تغییر در تنظیم شعله چراغ گاز آزمایشگاهی ادامه دهید تا زمانی که نرخ تقطیر کم شده و هیچ قطره‌ای در مدت ۱۰ ثانیه یا ۱۴ دقیقه پس از شروع تقطیر از انتهای لوله خروجی از بالن تقطیر خارج نشود.

حرارت دادن را با قسمت آبی شعله زیاد (نوک شعله) به مدت یک دقیقه ادامه دهید تا بالن تقطیر برافروخته شود.

تقطیر را حداکثر تا ۱۵ دقیقه انجام دهید. مواد تقطیر شده (میعانات) باقی‌مانده در لوله خروجی از بالن تقطیر را پس از تقطیر به ارلن مایر منتقل نکنید.

مواد تقطیر شده را به آرامی گرم کرده و در همین حین با حرکت چرخشی ارلن مایر آنها را به‌طور کامل مخلوط کنید.

ارلن مایر حاوی مواد تقطیر شده را در خشکانه تا رسیدن به دمای محیط خنک کرده و مواد تقطیر شده درون ارلن مایر را تا نزدیک‌ترین ۱۰ میلی‌گرم وزن کنید (جرم m_D). بسته به مقدار پارافین مورد انتظار (احتمالی) مقدار دو گرم تا چهار گرم مواد تقطیر شده را در لوله آزمایش (زیربند ۶-۵ مراجعه شود) ریخته و تا نزدیک‌ترین پنج میلی‌گرم وزن کنید (جرم m_E).

یادآوری - در صورتی که مقدار پارافین را نمی‌توان از قبل تخمین زد، وزن اولیه مواد تقطیر شده حدود سه گرم توصیه می‌شود.

مواد تقطیر شده توزین شده را در (1 ± 25) میلی‌لیتر اتر (به زیربند ۵-۲ مراجعه شود) حل کرده و به آن (1 ± 25) میلی‌لیتر اتانول (به زیربند ۵-۳ مراجعه شود) اضافه کنید.

در لوله آزمایش را با درپوشی که مجهز به دماسنج (به زیربند ۶-۲-۱ مراجعه شود) است، ببندید. دماسنج را تا اندازه‌ای در لوله آزمایش فرو ببرید تا به داخل مایع برسد، سپس لوله آزمایش را در حمام خنک کننده قرار دهید. مایع حمام را با اضافه کردن کربن دی‌اکسید جامد خرد شده یا دستگاه سردکننده (به یادآوری زیربند ۵-۷ مراجعه شود) سرد کنید. برای اطمینان از اینکه دمای نمونه در 20^- درجه سلسیوس نگه‌داشته می‌شود (که بعداً مورد نیاز است) دمای حمام را تا $(1 \pm 22^-)$ درجه سلسیوس کاهش دهید. مقدار (1 ± 20) میلی‌لیتر مایع شستشو (به زیربند ۵-۹ مراجعه شود) درون لوله آزمایش ریخته و با سر شیشه شستشو در آن را ببندید و در حمام سردکننده (به زیربند ۶-۱۰ مراجعه شود) تا $(0.5 \pm 20.10^-)$ درجه سلسیوس سرد کنید. این دما را تا تکمیل صاف کردن ثابت نگه‌دارید.

صافی گرد (به زیربند ۶-۱۸ مراجعه شود) را در قیفی که به صورت ایستاده در حمام سردکننده قرار دارد، گذاشته و قیف را به بالن صافی زیر حمام، متصل کنید. به سرعت مخلوط حلال و کریستال‌های تولید شده در دمای $(0.5 \pm 20.10^-)$ درجه سلسیوس را به صافی منتقل کنید. لوله آزمایش را با مایع شستشوی سرد شده، بشویید. دوباره دمای مایع شستشو را در $(0.5 \pm 20.10^-)$ درجه سلسیوس تنظیم کرده و از آن برای شستشوی دوباره

مخلوط کریستال روی صافی استفاده کنید. تا حد امکان مایع شستشو را برای سه بار شستشو به طور یکسان تقسیم کنید.

عمل صاف کردن را با اعمال یک خلاء آرام که در آن فشار از پنج کیلوپاسکال کمتر نمی‌شود، تسهیل کنید. به محض پایان صاف کردن، صافی گرد را با یک انبرک برداشته و در قیف روی ظرف تبخیر یا ارلن‌مایر که از قبل تا نزدیک‌ترین ۰/۵ میلی‌گرم توزین شده، بگذارید. با دقت حلال نفتی گرم را روی باقی‌مانده پارافین خام ریخته و آن را حل کنید. به همین روش هر پارافینی که ممکن است به لوله آزمایش یا دماسنج چسبیده باشد را حل کنید. محلول‌های صاف شده مخلوط شده را در ظرف تبخیر روی حمام آب تبخیر کنید. برای جلوگیری از حرکت (خزش) مایع روی دیواره، تبخیر را در جریان ضعیف هوا انجام دهید. باقی‌مانده را به مدت (1 ± 15) دقیقه در دمای (5 ± 125) درجه سلسیوس در گرمخانه قرار دهید و سپس اجازه دهید تا خنک شود. زمانی که پارافین‌های خالص شده خنک شده اما به‌طور کامل به جامد تبدیل نشده است، حدود ۱۵ میلی‌لیتر استن به آن اضافه کنید.

پارافین‌ها را با حرارت ملایم و چرخاندن با دقت ظرف تبخیر حل کنید. تبخیر استن را با اضافه کردن دوباره آن جبران کنید. محلول استن/پارافین را در حمام آب تا دمای (0.5 ± 15) درجه سلسیوس خنک کرده و پارافین‌هایی که کریستال شده را با صاف کردن جدا کنید. ظرف تبخیر، دماسنج و صافی را چند بار با استنی که دمای آن (0.5 ± 15) درجه سلسیوس است با استفاده از بطری شستشو، بشویید به گونه‌ای که حجم کل استن (1 ± 30) میلی‌لیتر باشد. استن مصرفی برای شستشو را دور بریزید.

پارافین‌های خالص شده را به این روش با ریختن با دقت حلال نفتی گرم بر روی آن، دوباره حل کرده و در همان ظرف تبخیر جمع‌آوری کنید. محلول حلال نفتی/پارافین را در جریان ضعیف هوا روی حمام آب تبخیر کنید. کریستال‌های پارافین به‌دست آمده را به مدت (1 ± 15) دقیقه در دمای (5 ± 125) درجه سلسیوس در گرم‌خانه قرار دهید و پس از خنک شدن در خشکانه جرم آن‌ها را تا نزدیک‌ترین ۰/۵ میلی‌گرم تعیین کنید (m_A).

اگر جرم نهایی به‌دست آمده خارج از محدوده ۶۵ میلی‌گرم تا ۸۵ میلی‌گرم باشد نتیجه قابل پذیرش نبوده و لازم است آزمون با مقدار مناسب از جرم اولیه همان مواد تقطیر شده تکرار شود (m_E).

اگر جرم اولیه مورد نیاز برای به‌دست آوردن جرم نهایی بین ۶۵ میلی‌گرم تا ۸۵ میلی‌گرم کمتر از دو گرم یا بیشتر از چهار گرم باشد، این نکته را در گزارش آزمون بیان کنید.

یادآوری - برای سرد کردن به‌شرطی از دستگاه خودکار سردکننده می‌توان استفاده کرد که نتایج یکسانی به‌دست آید.

آزمون تقطیر معمولاً با یک آزمونه (1 ± 25) گرمی انجام می‌شود.

بسته به مقدار پارافین مورد انتظار، مقدار دو گرم تا چهار گرم (به‌عنوان مثال: ۲/۵ گرم، ۳ گرم و ۳/۵ گرم) از مواد تقطیر شده را به سه لوله آزمایش اضافه کرده و آن‌ها را تا نزدیک‌ترین پنج میلی‌گرم وزن کنید. روش انجام آزمون را با این سه آزمونه مواد تقطیر شده ادامه دهید.

اگر یک یا چند نتیجه نهایی وزن‌های پارافین در محدوده ۶۵ میلی‌گرم تا ۸۵ میلی‌گرم می‌باشد، مقدار پارافین را برای دو وزنی که به ۷۵ میلی‌گرم نزدیک‌تر است و در صورت امکان در دوطرف میانگین می‌باشند، محاسبه کنید. در صورتی که تمام نتایج وزن‌های نهایی خارج از محدوده ۶۵ میلی‌گرم تا ۸۵ میلی‌گرم می‌باشد، نتایج قابل پذیرش نبوده و لازم است آزمون یک نمونه (1 ± 25) گرمی جدید و تنظیم وزن‌های اولیه محصول تقطیر تکرار شود.

۹ محاسبه

مقدار پارافین (C_p) هر نمونه را طبق فرمول زیر محاسبه کرده و برحسب درصد جرمی گزارش کنید:

$$C_p = \frac{m_D \times m_A}{m_B \times m_E} \times 100 \quad (1)$$

که در آن:

C_p مقدار پارافین برحسب درصد جرمی؛

m_B جرم اولیه قیر برحسب گرم؛

m_D جرم مواد تقطیر شده برحسب گرم؛

m_E جرم اولیه مواد تقطیر شده (استفاده شده در آزمون) برحسب گرم؛

m_A جرم نهایی پارافین برحسب گرم.

اگر مقادیر اندازه‌گیری شده برای دو نمونه بیشتر از ۰٫۳ درصد جرمی با یکدیگر اختلاف ندارند، میانگین این دو مقدار را تعیین کنید در غیر این صورت، اندازه‌گیری را روی نمونه سوم با جرم تقریبی ۲۵ گرم تکرار کرده، میانگین دو مقدار را به هم نزدیک‌تر هستند، محاسبه کنید. در هر صورت این مقادیر نباید بیشتر از ۰٫۳ درصد جرمی با یکدیگر اختلاف داشته باشند. اگر دو مقدار اول با مقدار سوم فاصله مساوی دارد، مقدار سوم را نیز بیان کنید.

اگر به دست آوردن میانگین این سه مقدار تحت شرایط مشخص شده امکان پذیر نباشد، هر سه مقدار را نپذیرفته و آزمون را با دو نمونه دیگر تکرار کنید.

۱۰ بیان نتایج

مقدار پارافین را به صورت درصد جرمی تا نزدیک‌ترین ۰٫۱ درصد گزارش کنید.

۱۱ دقت

۱-۱۱ تکرارپذیری

اختلاف بین نتایج دو آزمون که توسط یک آزمایشگر با استفاده از وسایل یکسان تحت شرایط ثابت بر روی مواد آزمون یکسان در طولانی مدت با اجرای فرآیند متداول و صحیح روش آزمون شده است نباید بیش از یک بار در ۲۰ مورد آزمون از ۰/۳ درصد جرمی بیشتر باشد.

۲-۱۱ تجدیدپذیری

اختلاف بین نتیجه دو آزمون منفرد و مستقل به دست آمده توسط یک آزمایشگرهای متفاوت در آزمایشگاه‌های مختلف بر روی مواد آزمون یکسان در طولانی مدت با اجرای فرآیند متداول و صحیح روش آزمون انجام شده است نباید بیش از یک بار در ۲۰ مورد آزمون از ۰/۵ درصد جرمی بیشتر باشد.

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

الف- نوع و شماره شناسایی نمونه تحت آزمون؛

ب- ارجاع به این استاندارد ملی ایران؛

ج- نتایج آزمون (به بندهای ۹ و ۱۰ مراجعه شود)؛

د- هرگونه انحراف (مغایرت) از این روش آزمون با توافق یا در غیر این صورت طبق فرآیند مشخص شده؛

و- تاریخ انجام آزمون.

پیوست الف
(آگاهی دهنده)

تغییرات اعمال شده در این استاندارد ملی در مقایسه با استاندارد منبع

الف-۱ مشخص کردن بخش‌های جایگزین شده

- زیربند ۵-۶ (لوله‌های آزمایش) جایگزین دو زیربند ۵-۶ و ۶-۶ در منبع اصلی شده است.
- زیربند ۶-۶ (ارلن‌مایر) جایگزین زیربند ۶-۷ در منبع اصلی شده است.
- زیربند ۷-۶ (بالن صافی) جایگزین زیربند ۶-۸ در منبع اصلی شده است.
- زیربند ۸-۶ (بطری شیشه‌ای شستشو) جایگزین زیربند ۶-۹ در منبع اصلی شده است.
- زیربند ۹-۶ (حمام سردکننده) جایگزین زیربند ۶-۱۰ در منبع اصلی شده است.
- زیربند ۱۰-۶ (قیف (در حمام سردکننده)) جایگزین زیربند ۶-۱۱ در منبع اصلی شده است.
- زیربند ۱۱-۶ (ظرف تبخیر) جایگزین زیربند ۶-۱۲ در منبع اصلی شده است.
- زیربند ۱۲-۶ (ترازوها) جایگزین دو زیربند ۶-۱۳ و ۶-۱۴ در منبع اصلی شده است.
- زیربند ۱۳-۶ (چراغ گاز آزمایشگاهی) جایگزین زیربند ۶-۱۵ در منبع اصلی شده است.
- زیربند ۱۴-۶ (خشکانه) جایگزین زیربند ۶-۱۶ در منبع اصلی شده است.
- زیربند ۱۵-۶ (بوته چینی) جایگزین زیربند ۶-۱۷ در منبع اصلی شده است.
- زیربند ۱۶-۶ (صافی گرد) جایگزین زیربند ۶-۱۸ در منبع اصلی شده است.
- زیربند ۱۷-۶ (زمان‌سنج) جایگزین زیربند ۶-۱۹ در منبع اصلی شده است.
- زیربند ۱۸-۶ (انبرک) جایگزین زیربند ۶-۲۰ در منبع اصلی شده است.
- بند ۸ عبارت «روش اجرای آزمون» جایگزین عبارت «روش اجرا» شده است.

الف-۲ مشخص کردن بخش‌های اضافه شده

- بند هشدار به ابتدای این استاندارد اضافه شده است.
- یادآوری به زیربند ۵-۵ اضافه شده است.
- یادآوری به زیربند ۶-۱۶ اضافه شده است.
- شکل ۱ پس از زیربند ۶-۳ اضافه شده است.
- شکل ۲ پس از زیربند ۶-۵ اضافه شده است.
- شکل ۳ پس از زیربند ۶-۱۶ اضافه شده است.
- شکل ۴ در بند ۸ اضافه شده است.