

# SNI

SNI 03-3639-2002

**Standar Nasional Indonesia**

---

## **Metode penentuan kadar parafin lilin dalam aspal**

© BSN 2002

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis BSN

**BSN**

Email: [dokinfo@bsn.go.id](mailto:dokinfo@bsn.go.id)

[www.bsn.go.id](http://www.bsn.go.id)

Diterbitkan di Jakarta

## PRAKATA

Standar ini dipersiapkan oleh Sub Panitia Teknis di Pusat Litbang Teknologi Prasarana Jalan, dengan Konseptor Ir. Tjitjik Wasiah Suroso.

Standar ini merupakan revisi dari Metode Pengujian Kadar Parafin Lilin dalam Aspal SNI 03-3639-1994.

Pembahasan metode penentuan kadar parafin lilin dalam aspal meliputi : ruang lingkup, acuan, definisi, bahan peralatan, contoh dan benda uji, cara uji, evaluasi dan perhitungan, ketepatan dan laporan uji.

## DAFTAR ISI

	Halaman
PRAKATA .....	i
DAFTAR ISI .....	ii
PENDAHULUAN .....	iii
1. Ruang Lingkup .....	1
2. Acuan .....	1
3. Definisi .....	1
4. Bahan dan Peralatan .....	2
5. Contoh dan Benda Uji .....	2
6. Cara Uji .....	3
7. Evaluasi dan Perhitungan .....	5
8. Ketepatan .....	5
9. Laporan Uji .....	5
Lampiran A : Gambar-Gambar .....	6
Lampiran B : Contoh Formulir Isian .....	8

## PENDAHULUAN

Belum ada kesepakatan mengenai batasan kadar parafin lilin di Indonesia yang dapat merusak kinerja perkerasan jalan namun telah disebutkan bahwa parafin lilin tidak stabil pada perubahan temperatur, mengurangi kelekatan aspal terhadap agregat sehingga adanya parafin lilin dapat mengganggu kinerja perkerasan beraspal.

Dalam rangka lebih meningkatkan ketepatan hasil uji dipandang perlu untuk menyusun metode penentuan kadar parafin lilin dalam aspal.

Standar dan metode penentuan kadar parafin lilin dalam aspal dimaksudkan sebagai pedoman bagi teknisi laboratorium dalam penentuan kadar parafin lilin untuk mencapai hasil yang akurat penentuan kadar parafin lilin dalam aspal bertujuan untuk mengidentifikasi banyaknya alau kadar parafin dalam aspal sehingga sebagai pengaman mutu aspal pada konstruksi jalan agar dapat bertahan lama.

Diharapkan buku petunjuk ini dapat dimanfaatkan oleh teknisi-teknisi laboratorium sehingga sasaran salah satu faktor yang menentukan jalan dengan mutu baik dapat tercapai.

## METODE PENENTUAN KADAR PARAFIN LILIN DALAM ASPAL

### 1. Ruang Lingkup

Metode ini dimaksudkan untuk menentukan kadar parafin lilin dalam aspal.

### 2. Acuan

DIN 52015-1995	Determination of paraffin wax content.
DIN 12 242 Part 1	Laboratory glassware; interchangeable conical ground joints; dimensions, tolerances.
DIN 12 336	Laboratory glassware; flat-bottom evaporating basins.
DIN 12 380	Laboratory glassware; narrow-neck Erlenmeyer flasks.
DIN 12 445	Laboratory glassware; short-stem funnels.
DIN 12 448	Laboratory equipment made of paper fibres; paper filters.
DIN 12 680 Part 1	Laboratory glassware; graduated cylinders.
DIN 12 775	Laboratory glassware; laboratory thermometers with 0,1 °C, 0,2 °C and 0,5 °C scale divisions.
DIN 12 785	Laboratory glassware; laboratory thermometers for special purposes.
DIN 50 011 Part 1	Testing of materials, components and equipment; heating cabinets; definitions, requirements
DIN 51 556	Testing of paraffin wax; determination of solidification point on the rotating thermometer.
DIN 51 635	Special petroleum spirits; FAM Standard petroleum spirit; minimum requirements.
DIN 51 848 Part 1	Testing of mineral oils; precision; general; terminology and its application to delivery conditions.
DIN 52 000	Testing of bituminous binders; general and summary.
DIN 52 001	Testing of bituminous binders; sampling.
DIN 52 003	Testing of bituminous binders; preparation of samples.
DIN 12 491	Laboratory glassware; vacuum desiccators.
DIN 12 907	Hard porcelain laboratory equipment; casseroles.
DIN 51 848 Part 2	Testing of mineral oils; precision; organisation of round-robin tests.
DIN 51 848 Part 3	Testing of mineral oils; precision; calculation of precision.

### 3. Definisi

#### 3.1 Aspal

Residu hasil pengilangan minyak bumi dalam keadaan hampa udara.

#### 3.2 Parafin lilin

Hidrokarbon yang mengkristal dalam campuran Diethyl ether anhidrat dan Ethanol dengan perbandingan 1 : 1 pada temperatur minus 20° C yang diperoleh dengan proses tertentu dan mempunyai titik leleh diatas 25° C.

#### 3.3 p.a atau pro analisa

Mutu bahan kimia murni yang digunakan untuk analisa kimia suatu bahan.

#### 4. Bahan dan Peralatan

##### 4.1 Bahan yang digunakan sebagai berikut :

- Diethyl ether anhidrat p.a.
- Ethanol absolut
- Ethanol (alkohol) teknis untuk bak perendam.
- Petroleum spirit (petroleum benzene) p.a. sesuai DIN 51 635
- Aceton p.a.
- Karbon dioksida padat bila tidak tersedia lemari pembeku (freezer)
- Es batu
- Kertas saring Watman No. 41

##### 4.2. Peralatan

- Timbangan dengan ketelitian  $\pm 5$  mg
- Timbangan dengan ketelitian  $\pm 0,5$  mg
- Penangas air
- Oven yang bisa memanaskan minimal  $150^{\circ}$  C sesuai DIN 50 011 atau yang setara
- Cawan porselin sesuai DIN 12 907 - 80
- Pembakar Bunsen
- Pinset (penjepit)
- Termometer sesuai DIN 12 785 - BE/38/50 (atau yang setara).
- Desikator
- Labu destilasi (sesuai gambar 1)
- Cincin pengaman destilasi terbuat dari metal dengan ukuran diameter dalam 18 mm dan diameter luar 65 mm.
- Bak pendingin (sesuai gambar 2)
- Tabung uji yang dapat dipasang pada penyaring dengan lubang pada penutup tabung (sesuai gambar 3).
- Gelas erlenmeyer
- Corong sesuai DIN 12 445 - 80
- Penyaring sesuai dengan DIN 12 445- A 110 - 1 b
- Cawan penguap sesuai dengan DIN 12 336 - 80
- Labu penyaring kapasitas 500 ml yang dilengkapi dengan perangkat vacuum
- Botol pencuci kapasitas 500 ml
- Lemari pembeku yang dapat mencapai temperatur sampai  $(- 22 \pm 1)^{\circ}$  C
- Gelas ukur dengan volume 50 ml

#### 5. Contoh dan Benda Uji

- Contoh uji harus diambil sesuai DIN 52001 dan disiapkan sesuai DIN 52003.
- Pengujian harus dilakukan duplo, masing-masing dengan berat  $(25 \pm 1)$  gram. Selanjutnya benda uji diambil dari hasil distilasi sebanyak 2 gram sampai 4 gram  $\pm 5$  mg.

## 6. Cara Uji

1. Timbang labu destilasi.
2. Masukkan contoh uji ke dalam wadah, kemudian panaskan hingga cair lalu tuangkan ke dalam labu destilasi yang telah ditimbang, selanjutnya timbang dengan ketelitian  $\pm 10$  mg sehingga didapat berat benda uji ( $m_B$ ).
3. Panaskan labu destilasi dengan tinggi api 150 mm. Atur pemanasan sehingga tetes pertama jatuh 3 sampai 5 menit setelah pemanasan.
4. Gunakan cincin pengaman pada mulut labu destilasi untuk menghindari terbakarnya gabus penutup.
5. Usahakan agar sebagian besar uap yang dihasilkan selama destilasi terkondensasi yang diketahui beratnya dengan ketelitian  $\pm 10$  mg, dan ditampung dalam labu erlenmeyer (sesuai gambar 3). Untuk tujuan ini labu erlenmeyer direndam dalam campuran butiran es dan air, adaptor seluruhnya harus masuk ke erlenmeyer tetapi tetesan destilasi harus dapat terlihat dari luar.
6. Atur pemanasan sehingga kecepatan tetes destilasi pada ujung pengeluaran ke dalam labu erlenmeyer menjadi kira-kira satu tetes per detik.
7. Bila selama 10 detik tidak terjadi tetesan, lanjutkan pemanasan beberapa menit dengan nyala api biru sampai labu berpijar. Usahakan proses destilasi selesai dalam waktu maksimum 15 menit.
8. Setelah proses destilasi selesai, jangan memasukkan kondensat yang tersisa pada tabung destilasi ke dalam labu erlenmeyer.
9. Putar-putar (goyang-goyang) labu erlenmeyer dengan hati-hati secara terus menerus dalam keadaan hangat sehingga destilat menjadi homogen.
10. Setelah dingin timbang labu erlenmeyer berisi destilat sehingga didapat berat destilat dengan ketelitian  $\pm 10$  mg ( $m_D$ ).
11. Pengujian ini tergantung pada kadar parafin lilin yang diinginkan, yaitu dengan cara menimbang benda uji ( $m_A$ ) sebanyak 2 gram sampai 4 gram dengan ketelitian 5 mg, dan masukkan ke dalam tabung uji yang dilengkapi dengan penyangga. Apabila kadar parafin tidak dapat diperkirakan, berat benda uji disarankan kurang lebih 3 gram.
12. Larutkan benda uji dalam tabung uji dengan  $(25 \pm 1)$  ml diethyl ether, lalu tambahkan  $(25 \pm 1)$  ml Ethanol. Tutup tabung uji rapat-rapat dengan penutup yang mempunyai lubang untuk memasukkan termometer, dimana ujung termometer masuk ke dalam cairan. Setelah itu letakkan tabung uji dalam lemari pembeku atau pada bak pendingin.
13. Dinginkan bak pendingin dengan menambahkan karbon dioksida ( $\text{CO}_2$ ) padat bila tidak tersedia lemari pembeku, untuk menjamin benda uji tetap pada temperatur yang disyaratkan. Disarankan untuk menurunkan temperatur bak pendingin atau lemari pembeku sampai  $(-22 \pm 1)^\circ \text{C}$ .
14. Masukkan campuran diethyl ether dan ethanol dengan perbandingan 1 : 1 sebanyak 20 ml ke dalam tabung uji yang lain dengan menggunakan botol pencuci, dan dinginkan dalam bak pendingin pada temperatur  $(-22 \pm 1)^\circ \text{C}$ .

15. Pasang kertas saring pada penyaring dalam bak pendingin dan letakkan di atas labu penyaring.
16. Tuangkan secara cepat bubuk kristal yang dihasilkan pada  $(-20 \pm 0,5)^{\circ}\text{C}$  ke atas kertas saring.
17. Bilas tabung uji dengan larutan pencuci dingin. Dinginkan kembali sisa larutan pencuci pada temperatur  $(-20 \pm 0,5)^{\circ}\text{C}$ . Lakukan 3 kali pencucian. Penyaringan perlu dibantu dengan penyedotan dari pompa vakum yang mempunyai tekanan isap minimum 50 mbar.
18. Setelah tidak ada filtrat menetes lagi, lepaskan kertas saring dengan menggunakan penjepit. Letakkan kertas saring pada cawan penguap yang telah ditimbang dengan ketelitian 0,5 mg.
19. Larutkan residu parafin dengan cara menyemprotkan petroleum spirit (petroleum benzene) yang sudah dipanaskan secara hati-hati pada bagian atas. Dengan cara yang sama lakukan juga terhadap residu parafin yang mungkin menempel di termometer atau ditabung uji.
20. Uapkan larutan dalam cawan penguap di atas bak penangas air. Untuk menjaga cairan meluap keluar dari tepi cawan, lakukan penguapan dengan ditiup perlahan-lahan. Keringkan residu selama  $(15 \pm 1)$  menit dalam oven pada temperatur  $(125 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ .
21. Setelah selesai pemanasan biarkan residu mendingin dalam desikator. Segera setelah parafin murni dingin (tapi belum benar-benar mengeras) tambahkan 15 ml Aceton.
22. Lakukan pemanasan secara pelan-pelan dengan memutar-mutar cawan penguap pada bak penangas air. Pertahankan volume aceton dalam cawan dengan cara menambahkan aceton agar isi cawan tidak berubah.
23. Dinginkan larutan parafin lilin dan aceton dalam penangas air pada temperatur  $(15 \pm 0,5)^{\circ}\text{C}$  dan botol pencuci yang berisi larutan pencuci.
24. Saring larutan sampai kristal parafin lilin habis. Selanjutnya cuci cawan penguap, termometer, dan saring beberapa kali dengan aceton pada temperatur  $(15 \pm 0,5)^{\circ}\text{C}$  dengan botol pencuci. Volume total cairan pencuci yang digunakan adalah  $(30 \pm 1)$  ml.
25. Larutkan parafin lilin murni dengan cara menyemprotkan petroleum spirit yang telah dipanaskan secara hati-hati dan kumpulkan lagi pada cawan penguap yang telah digunakan, lalu uapkan cairan ini pada bak penangas dengan tiupan secara perlahan-lahan.
26. Keringkan kristal parafin lilin yang diperoleh dengan cara ini selama  $(15 \pm 1)$  menit dalam oven pada temperatur  $(125 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ , setelah itu dinginkan di dalam desikator.
27. Timbang kristal parafin lilin dengan ketelitian 0,5 mg ( $m_A$ ). Berat akhir ini harus berada diantara 50 mg sampai 100 mg. Apabila berat akhir diluar rentang 50 mg sampai 100 mg ulangi pengujian dengan berat ( $m_E$ ) yang disesuaikan. Bila tidak tersedia carbon dioksida padat untuk mengkondisikan benda uji pada suhu  $(-20 \pm 1)^{\circ}\text{C}$  dapat digunakan lemari pembeku.

## 7. Evaluasi dan Perhitungan

Untuk setiap pengujian, hitung kadar parafin lilin, yang dinyatakan sebagai persen berat, dengan menggunakan persamaan sebagai berikut :

$$\text{Kadar parafin lilin} = \frac{m_D \times m_A}{m_B \times m_E} \times 100\%$$

dengan :

- $m_D$  Berat destilasi (gr)
- $m_A$  Berat parafin (gr)
- $m_B$  Berat contoh aspal
- $m_E$  Berat benda uji destilasi (gr)

Bila nilai perhitungan untuk kedua pengujian (duplo) tidak berbeda lebih dari 0,3% berat dari destilasi contoh, tentukan rata-rata dari kedua pengujian ini. Jika tidak lakukan pengujian ke 3, ambil hasil yang mendekati ulangan ke 3 ini, lalu rata-ratakan, nilai tersebut tidak boleh berbeda lebih dari 0,3% berat. Bila hasil yang ke 1 dan 2 pada angka yang sama jauhnya dari yang ke 3, tentukan hasil yang ke 3.

Nyatakan kadar parafin lilin dalam persen berat, sampai 1 angka di belakang koma.

## 8. Ketepatan

(Sesuai dengan DIN 51 648 part 1)

Kriteria berikut dapat digunakan untuk mencapai hasil yang baik.

- Pengulangan dengan teknisi dan alat yang sama :
  - Jika dua hasil diperoleh operator
  - dengan kondisi perulangan maka hasil ditentukan sesuai dengan persyaratan standar, hasil setiap pengujian tidak boleh berbeda lebih dari 0,3% berat.
- Pengulangan dengan teknisi dan alat berbeda :  
Dua hasil pengujian yang diperoleh dari dua laboratorium yang berbeda dengan kondisi yang setara tidak boleh berbeda lebih dari 1,0 % berat.

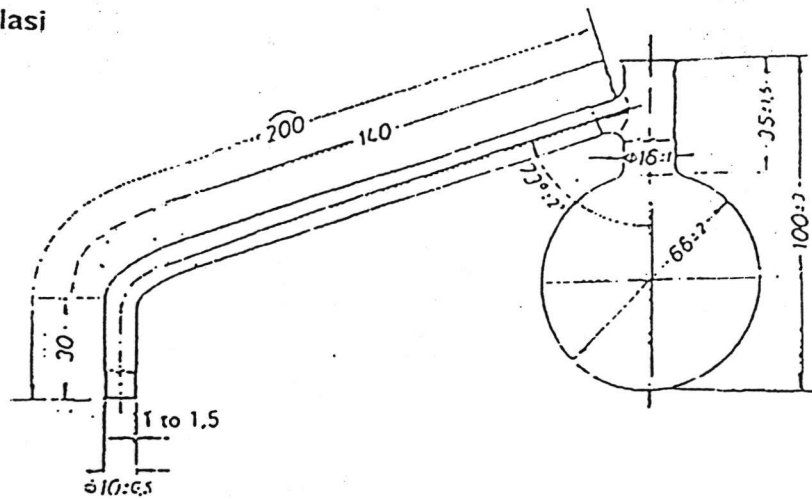
## 9. Laporan Uji

Laporan pengujian dicatat dalam formulir yang tersedia dengan mencantumkan hal-hal sebagai berikut :

- a) Identitas contoh.
  - 1) Nama pekerjaan.
  - 2) Jumlah contoh.
  - 3) Nomor contoh.
  - 4) Jenis contoh.
  - 5) Sumber contoh.
- b) Laboratorium yang melakukan pengujian.
  - 1) Tanggal pengujian.
  - 2) Nama teknisi penguji.
  - 3) Nama penanggung jawab pengujian.
- c) Hasil pengujian.
- d) Kelainan dan kegagalan selama pengujian

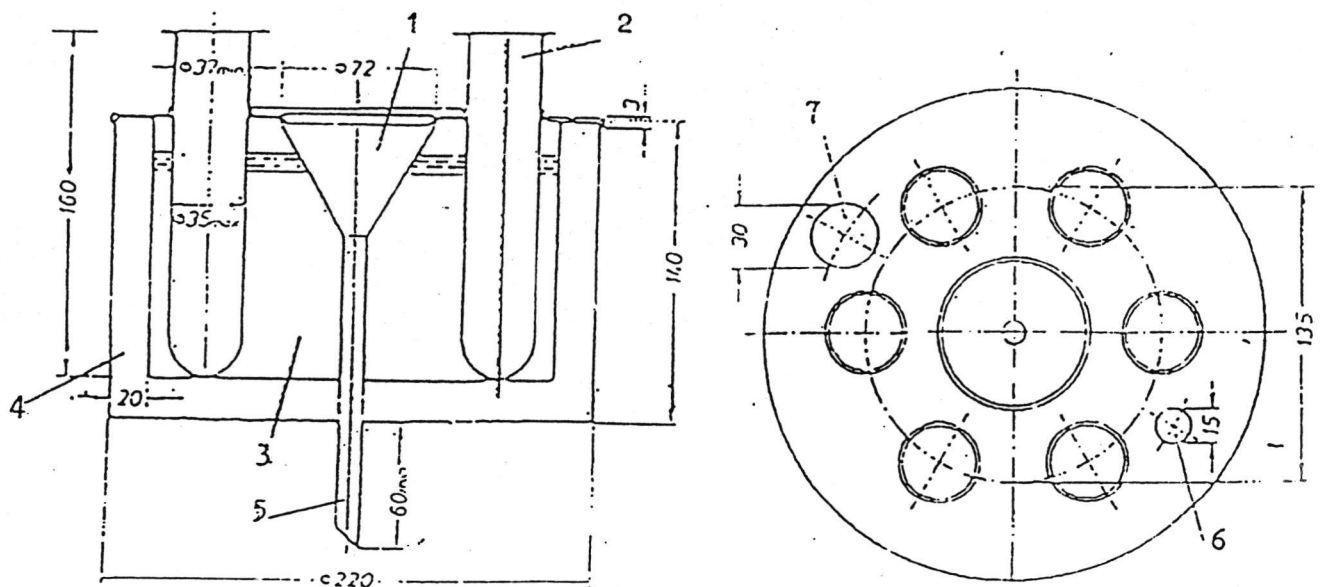
## Lampiran A

### 1. Labu Destilasi



Gambar 1 : Labu Destilasi untuk Penentuan Kadar Parafin

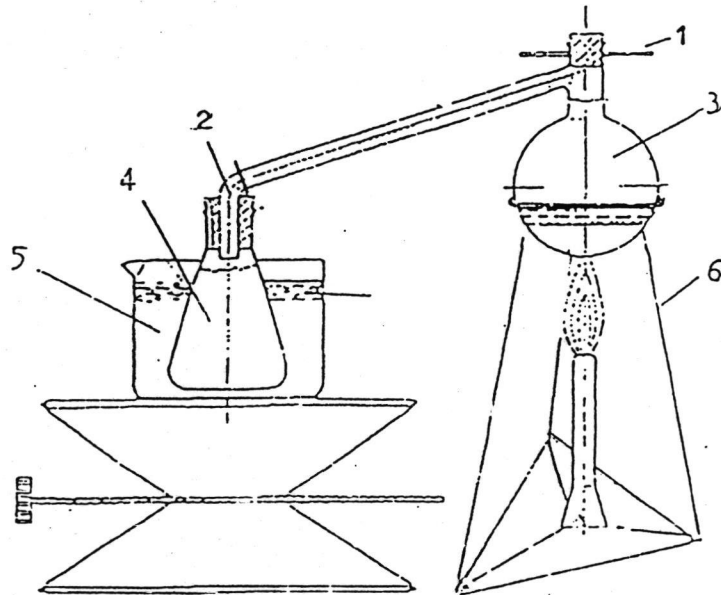
### 2. Bak Pendingin



Keterangan Gambar :

1. Bukaan corong
2. Tabung uji
3. Cairan perendam
4. Mantel Udara
5. Batang corong yang dihubungkan untuk labu penyaring.
6. Lubang untuk memasukkan termometer
7. Lubang untuk memasukkan CO<sub>2</sub>.

Gambar 2 : Bak Pendingin



Keterangan Gambar :

1. Cincin pengaman
2. Adaptor
3. Labu distilasi
4. Erlenmeyer
5. Bak perendam yang berisi air + es.
6. Penyanggah kaki tiga

Gambar 3 : Skema Peralatan Destilasi



**BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN**

**e-mail: [bsn@bsn.go.id](mailto:bsn@bsn.go.id)**

**[www.bsn.go.id](http://www.bsn.go.id)**