



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۸۴۱۴

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

18414

1st. Edition

2014

اندازه‌گیری آسفالتن‌ها (مواد نامحلول در
هپتان) در نفت خام و فرآورده‌های نفتی

**Determination of Asphaltenes (heptane
Insolubles) in crude petroleum and
petroleum products**

ICS:75.080

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، 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، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود 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 می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و 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 ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد 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.

سازمان ملی استاندارد 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. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاها 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، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها 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 سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« اندازه‌گیری آسفالتن‌ها (مواد نامحلول در هپتان) در نفت خام و فراورده‌های نفتی »

رئیس :

حسن زاده، ندا
(دکتری شیمی)

سمت و / یا نمایندگی

عضو هیئت علمی دانشگاه آزاد اسلامی
واحد اهواز

دبیر :

نجفی، زینب
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

اعضاء : (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

احمدنژاد، سید عبدالوهاب
(لیسانس مهندسی نفت)

کارشناس آزمایشگاه شرکت نفت پاسارگاد

پولادزاده، اعظم
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

تاجی، مرضیه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

چرم‌زاده، مهرناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

حاتمی، امیر
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر عامل شرکت پرشیا پژوهش شریف

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

دستوری رزاز، مهدی
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس آزمایشگاه شرکت نفت پاسارگاد

کارشناس ارشد شرکت ملی حفاری

دهدشتی زاده، الهام

(لیسانس شیمی)

کارشناس مرکز تخصصی شیمی
جهاددانشگاهی خوزستان

دوست علی وند، مقداد

(لیسانس شیمی)

کارشناس

دوستی خواه، سمیرا

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت دانش پیشرواکسین

رافعی پور، مرجان

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

فتاحی نیا، مهناز

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پترو فناوری آسه

محمودی، اکرم

(لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت خوزستان پژوهش گستر
بردیا

مکوندی، علی

(فوق لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۲	۵ وسایل
۴	۶ مواد و / یا واکنشگرها
۵	۷ نمونه برداری
۵	۸ آماده سازی نمونه
۵	۹ آماده سازی دستگاه
۶	۱۰ روش انجام آزمون
۸	۱۱ محاسبات
۸	۱۲ دقت و انحراف
۹	۱۳ گزارش آزمون
۱۰	پیوست الف (الزامی) آماده سازی باقی مانده نفت خام از طریق تقطیر

پیش گفتار

استاندارد " اندازه‌گیری آسفالتن‌ها (مواد نامحلول در هپتان) در نفت خام و فرآورده‌های نفتی " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط شرکت پرشیا پژوهش شریف تهیه و تدوین شده است و در بیست و هفتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های نفتی مورخ ۱۰ / ۳ / ۹۳ مورد تصویب قرار گرفته است، 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 می شود .

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی 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 استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

ASTM D 6560: 2012, Standard Test Method for Determination of Asphaltenes (Heptan Insolubles) in Crude Petroleum and Petroleum Products

مقدمه

آسفالتن‌ها مولکول‌های آلی با بالاترین جرم مولکولی و نسبت کربن- هیدروژن هستند که به طور معمول در نفت خام و فراورده‌های نفتی حاوی مواد باقی‌مانده وجود دارند. اگر سوسپانسیونی از مولکول‌های آسفالتن در اثر فشارهای بیش از حد یا نامناسب بودن شرایط تخریب شود، ممکن است مشکلاتی در طول ذخیره‌سازی و کار با آسفالتن ایجاد شود. آسفالتن‌ها برای سوختن کامل محصول، آخرین مولکول‌ها هستند و بنابراین ممکن است نشانه‌ای از ایجاد دود سیاه باشند. ترکیب آن‌ها به طور معمول شامل یک مقدار بالای نامتناسب از گوگرد، نیتروژن و فلزات موجود در نفت خام یا فراورده نفتی است.

اندازه گیری آسفالتن ها (مواد نامحلول در هپتان) در نفت خام و فراورده های نفتی

هشدار- در این استاندارد به تمام موارد ایمنی مرتبط با کاربرد آن اشاره نشده است. در صورت وجود چنین مواردی مسئولیت برقراری ایمنی، سلامتی و تعیین حدود قوانین کاربری قبل از استفاده به عهده کاربر می باشد.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه گیری مقدار آسفالتن نامحلول در هپتان موجود در نفت گاز، سوخت دیزل، نفت کوره باقی مانده^۱، روغن روان کننده، قیر و نفت خام است، که دمای آن از دمای روغن °C ۲۶۰ (پیوست الف ۱-۲) را ببینید) بیش تر باشد.

دقت برای مقادیر بین ۰/۵۰ (جرمی/جرمی) و ۳۰/۱۰ (جرمی/جرمی) کاربرد دارد. مقادیر خارج از این محدوده ممکن است هنوز معتبر باشند اما ممکن است مقادیر دقت یکسان را ارائه ندهد.

نفت و فراورده های نفتی حاوی مواد افزودنی ممکن است نتایج نادرست ارائه دهند.

این استاندارد برای اندازه گیری مقدار آسفالتن (مواد نامحلول در هپتان) در نفت خام و فراورده های نفتی کاربرد دارد.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می شود.

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه های بعدی آن ها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است :

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹، فراورده های نفتی- روش های نمونه برداری

2-2 ASTM D86, Test Method for Distillation of Petroleum Products at Atmospheric Pressure

2-3 ASTM D1298, Test Method for Density, Relative Density (Specific Gravity), or API Gravity of Crude Petroleum and Liquid Petroleum Products by Hydrometer Method

2-4 ASTM D4052, Test Method for Density, Relative Density, and API Gravity of Liquid by Digital Density Meter²

1- Residual fuel oil

^۲- استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۷، جهت بهره برداری موجود است.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاح و تعریف زیر به کار می رود:

۱-۳

آسفالتن

در صنعت نفت، نماینده یک برش نفتی است که در حلال آروماتیک معین محلول و بر اثر افزایش مقدار اضافی از یک حلال پارافینی خاص جدا می شود.

یادآوری ۱- در این روش آزمون، حلال آروماتیک تولوئن داغ و حلال پارافینی، هپتان است.

یادآوری ۲- پیش از این، بنزن حلال آروماتیک بوده، در حال حاضر بنزن به طور معمول به دلیل اثرات آن برای سلامتی استفاده نمی شود. دقت این روش آزمون هنگام استفاده از تولوئن و بنزن یکسان است.

۴ اصول آزمون

آزمونه با هپتان مخلوط شده و با تقطیر برگشتی^۱ گرم می شود. آسفالتن های رسوب کرده، مواد مومی و مواد معدنی روی یک کاغذ صافی جمع آوری می شوند. مواد مومی از طریق شستشو با هپتان داغ در یک استخراج کننده حذف می شوند.

بعد از حذف مواد مومی، آسفالتن ها از طریق انحلال در تولوئن داغ از مواد معدنی جداسازی می شوند، حلال استخراج تبخیر و آسفالتن وزن می شود.

۵ وسایل

از وسایل معمول آزمایشگاهی به همراه وسایل زیر استفاده کنید:

۱-۵ اتصالات شیشه ای - سنباده ای - عمومی، از منابع مختلف که ممکن است یکی از دو نسبت قطر به طول را داشته باشند. به این منظور، یکی از این دو مناسب است و برای بعضی از کاربردها، قطر می تواند به تنهایی یکی از این دو نسبت باشد. به هر حال، این مهم است که بخش های مادگی و نری از هر اتصال از یک سری یکسان انتخاب شوند تا از بازگشت یا جمع شدگی اجتناب شود.

1- Reflux

۲-۵ متراکم کننده، با یک سطح ماریچ یا دو لایه ساده^۱، مجهز به اتصال شیشه‌ای- سنباده‌ای ۳۴/۴۵ یا ۳۴/۳۵ در پایین برای اتصال به قسمت بالای استخراج کننده، حداقل طول ۳۰۰ mm است.

۳-۵ استخراج کننده تقطیر برگشتی، مطابق با ابعاد داده شده در شکل ۱. با رواداری‌های ارتفاع و قطر خارجی بدنه استخراج کننده ۱ mm ± و رواداری کلیه ابعاد دیگر ۰/۵ mm ± می‌باشد. اتصال شیشه‌ای- سنباده‌ای مادگی در بالا باید مطابق نری در پایین متراکم کننده و اتصال شیشه‌ای- سنباده‌ای نری در پایین باید مطابق مادگی از بالن مخروطی باشد.

۴-۵ بالن‌های مخروطی، از جنس شیشه بوروسیلیکات با ظرفیت مناسب (بند ۱۰-۲ و جدول ۱ را ببینید)، با اتصالات شیشه‌ای- سنباده‌ای برای محکم شدن به قسمت پایین استخراج کننده یادآوری- اندازه‌های ۲۹/۴۳، ۲۴/۲۹، ۲۴/۳۹، یا ۲۹/۳۲ مناسب هستند.

۵-۵ درپوش، از جنس شیشه بوروسیلیکات با اندازه مناسب بالن مخروطی

۶-۵ ظرف تبخیر، از جنس شیشه بوروسیلیکات. یک ظرف نیم کروی با قطر حدود ۹۰ mm، یا ظرف مناسب دیگر متصل به تبخیر کننده چرخان^۲

یادآوری- یک تبخیر کننده چرخان متصل به اتمسفر نیتروژن، خطر تبخیر تولوئن (بند ۱۰-۷ را ببینید) را کاهش می‌دهد.

۷-۵ قیف صافی، از جنس شیشه بوروسیلیکات و قطر حدود ۱۰۰ mm

۸-۵ کاغذهای صافی، از نوع واتمن ۴۲ با قطر ۱۱۰ mm یا ۱۲۵ mm

۹-۵ ترازوی تجزیه‌ای، با درستی ۰/۱ mg

۱۰-۵ انبرک، از جنس فولاد زنگ نزن، با انتهای پهن

۱۱-۵ زمان سنج، دستی یا الکترونیکی، با درستی ۱/۰ ثانیه

۱۲-۵ گرم‌خانه، با قابلیت تامین دمای ۱۰۰ °C تا ۱۱۰ °C

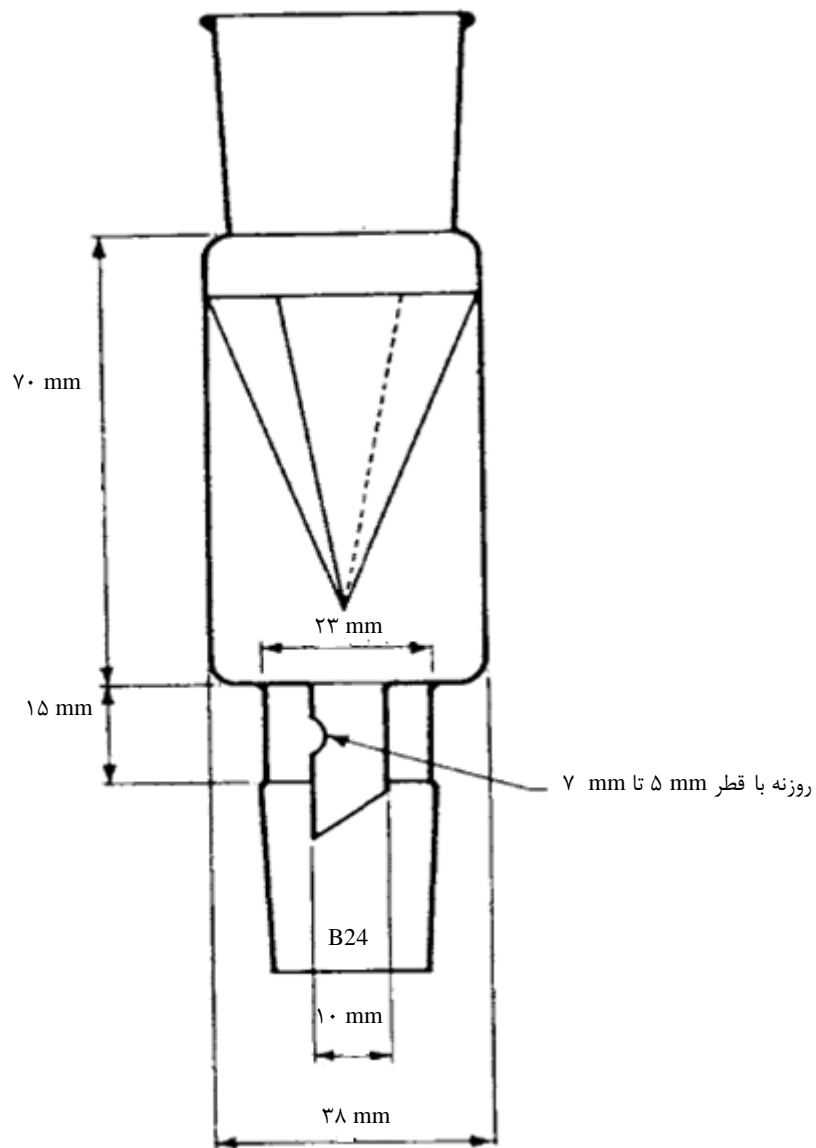
۱۳-۵ استوانه مدرج، با ظرفیت ۵۰ ml و ۱۰۰ ml

۱۴-۵ میله‌های هم‌زن، از جنس شیشه یا پلی تترا فلورو اتیلن (PTFE)^۳، طول ۱۵۰ mm و قطر ۳ mm

۱۵-۵ ظرف خنک کننده، شامل یک دسیکاتور بدون خشکانه، یا ظرف مناسب دیگر که با درپوش محکم بسته شده است.

1- double surface
2- rotovapor
3- Polytetrafluoroethylene

۱۶-۵ مخلوط کن، با سرعت بالا، به صورتی که هوا در آن جریان پیدا نکند.



شکل ۱- استخراج کننده

۶ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۶ تولوئن (متیل بنزن) $[C_6H_5CH_3]$ ، با درجه نیتراسیون یا خلوص تجزیه‌ای

۲-۶ هپتان $[C_7H_{16}]$ ، با خلوص تجزیه‌ای

جدول ۱- اندازه آزمونه، بالن و حجم‌های هپتان

مقدار آسفالتن تخمین زده شده (%جرمی/جرمی)	اندازه آزمونه g	حجم بالن ml	حجم هپتان ml
کمتر از ۰٫۵	۱۰±۲	۱۰۰۰	۳۰۰±۶۰
بیشتر از ۰٫۵ تا ۲٫۰	۸±۲	۵۰۰	۲۴۰±۶۰
۲٫۰ تا ۵٫۰	۴±۱	۲۵۰	۱۲۰±۳۰
۵٫۰ تا ۱۰٫۰	۲±۱	۱۵۰	۶۰±۱۵
۱۰٫۰ تا ۲۵٫۰	۰٫۸±۰٫۲	۱۰۰	۳۰ تا ۲۵
بیشتر از ۲۵٫۰	۰٫۵±۰٫۲	۱۰۰	۲۵±۱

۷ نمونه برداری

۷-۱ به جز در موارد مشخص شده، نمونه‌ها را مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹ و استاندارد ASTM D4177 بردارید.

۸ آماده‌سازی آزمونه

۸-۱ آزمونه را پس از مخلوط کردن کامل و تقسیم نمونه‌های آزمایشگاهی به قسمت‌های فرعی، بردارید. نمونه‌های گرانبه سوخت‌های باقی‌مانده را حرارت دهید تا دمایی که نمونه مایع می‌شود، ولی دما بالاتر از ۸۰°C نشود و در صورت لزوم با استفاده از یک مخلوط‌کن (بند ۵-۱۶) نمونه را همگن کنید.

۸-۲ نمونه‌های قیر با درجه نفوذپذیری را تا دمای حداکثر ۱۲۰°C حرارت داده و تا پیش از برداشتن یک قسمت به‌خوبی هم بزنید.

۸-۳ نمونه‌های قیرهای سخت را باید پیش از برداشتن یک قسمت به صورت پودر آسیاب کنید.

۸-۴ نمونه‌های نفت خام باید مطابق روش شرح داده شده در پیوست الف آماده شود، مگر این‌که معلوم شود نفت خام حاوی مقادیر ناچیزی از مواد با نقطه جوش کمتر از ۸۰°C است.

۹ آماده‌سازی دستگاه

۱-۹ تمام بالن‌های شیشه‌ای (بند ۵-۴ را ببینید) و ظرف‌ها (بند ۵-۵ را ببینید) را با استفاده از یک عامل اکسید کننده قوی، مانند: کروموسولفوریک اسید، آمونیوم پروکسی دی‌سولفات در سولفوریک اسید غلیظ با غلظت حدود ۸ g/l، یا سولفوریک اسید به تنهایی به مدت حداقل ۱۲ ساعت بخیسانید، سپس به شرح زیر با آب شیر، آب مقطر و سپس استون شستشو دهید، در حین جابجایی ظروف فقط از انبرک استفاده کنید.

هشدار- کروموسولفوریک اسید برای سلامتی خطرناک است. سمی بوده و سرطان‌زا است، زیرا شامل ترکیبات کروم (VI) است، که بسیار خورنده بوده و در تماس با مواد آلی خطرناک است. هنگام استفاده از محلول تمیزکاری کروموسولفوریک اسید، ضروری است از چشم‌ها محافظت کرده و لباس‌های محافظ بپوشید. هرگز محلول تمیزکاری را با دهان پی‌پت نکنید. پس از استفاده، محلول تمیزکاری را تخلیه نکنید و به دلیل وجود سولفوریک اسید غلیظ آن را با مراقبت زیاد خنثی کرده و مطابق با روش‌های استاندارد موجود باقی مانده‌های آزمایشگاهی سمی (کروم برای محیط زیست بسیار خطرناک است) دور بریزید. محلول‌های تمیزکاری اسید اکسید کننده قوی بدون کروم نیز بسیار خورنده بوده و در تماس با مواد آلی به صورت بالقوه خطرناک هستند، اما حاوی کروم نبوده و مشکلات ویژه دور ریختن آن را ندارند.

۲-۹ در تجزیه‌های معمول، از یک شوینده آزمایشگاهی اختصاصی برای تمیز کردن ظروف شیشه‌ای استفاده کنید و سپس شستشو را مطابق (بند ۹-۱ را ببینید) ادامه دهید. هنگامی که شوینده براساس مشاهدات چشمی، تمیزی لازم را تامین نکند، از یک عامل اکسیدکننده قوی استفاده کنید.

۳-۹ بعد از شستشو، ظروف شیشه‌ای را به مدت ۳۰ دقیقه در گرم‌خانه (بند ۵-۱۲ را ببینید) قرار داده و قبل از توزین به مدت ۳۰ دقیقه، در ظرف خنک‌کننده (بند ۵-۱۵ را ببینید)، خنک کنید.

۱۰ روش انجام آزمون

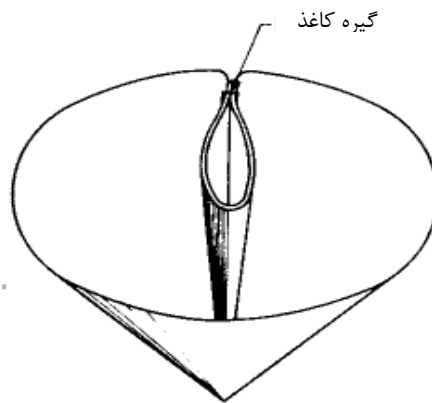
۱-۱۰ مقدار آسفالتن نمونه، یا بافی مانده حاصل از روش ارایه‌شده در پیوست الف را تخمین زده و مقدار آن را با تقریب ۱ mg برای جرم‌های بیش‌تر از ۱ g و با تقریب ۰٫۱ mg برای جرم‌های ۱ g و کم‌تر (جدول ۱ را ببینید) درون یک بالن (بند ۴-۵ را ببینید) با ظرفیت مناسب (جدول ۱ را ببینید) وزن کنید.

۲-۱۰ اگر مقدار آسفالتن مورد انتظار کم‌تر از ٪ ۲۵ (جرمی/جرمی) است، هپتان (بند ۶-۲ را ببینید) را به نمونه درون بالن به نسبت ۳۰ ml به ازای هر ۱ g از نمونه اضافه کنید. برای نمونه‌هایی با مقدار آسفالتن مورد انتظار بالاتر از ٪ ۲۵ (جرمی/جرمی)، حداقل حجم هپتان ۲۵ ml (جدول ۱ را ببینید) باید استفاده شود.

۳-۱۰ مخلوط را به مدت (5 ± 60) دقیقه تحت تقطیر برگشتی بجوشانید. بالن و محتویات آن را در پایان این دوره جدا کرده، خنک کرده و با درپوش (بند ۵-۵ را ببینید) ببندید و به مدت ۹۰ دقیقه تا ۱۵۰ دقیقه با احتساب از لحظه جدا شدن، در یک محفظه تاریک قرار دهید.

۴-۱۰ کاغذ صافی که را مطابق شکل ۲ تا شده (به طوری که از اتلاف آسفالتن‌ها در اثر وارفتگی^۱ کاغذ جلوگیری شود)، با استفاده از انبرک در قیف صافی قرار دهید. پس از آن، کاغذ صافی را فقط با انبرک جابجا کنید. بدون هم‌زدن، مایع را روی کاغذ صافی سرریز کنید و سپس باقی مانده درون بالن را در حد امکان به طور کامل با مقادیر متوالی از هپتان داغ و با استفاده از میله هم‌زن (بند ۵-۱۴ را ببینید) در صورت لزوم به کاغذ صافی منتقل کنید. بالن را با هپتان داغ شستشوی نهایی دهید و محلول حاصل از شستشو را درون صافی بریزید. بالن را بدون شستشو، برای استفاده مطابق بند ۱۰-۵ کنار بگذارید.

۵-۱۰ کاغذ صافی و محتویات آن را از قیف برداشته و در استخراج‌کننده تقطیر برگشتی (بند ۵-۳ را ببینید) قرار دهید. با استفاده از یک بالن متفاوت با آن چه که در ابتدا استفاده شده، تقطیر برگشتی را با هپتان (بند ۶-۲ را ببینید) با سرعت ۲ تا ۴ قطره در هر ثانیه از انتهای متراکم‌کننده برای یک دوره استخراج حداقل ۶۰ دقیقه یا تا زمانی انجام دهید که چند قطره هپتان خارج شده از انتهای استخراج‌کننده در اثر تبخیر هیچ باقی مانده‌ای روی دیواره جانبی شیشه باقی نگذارد.



شکل ۲- کاغذ صافی

۶-۱۰ بالنی که در ابتدا استفاده شد را عوض کرده و ۳۰ ml تا ۶۰ ml تولوئن (بند ۶-۱ را ببینید) به آن اضافه کرده و تقطیر برگشتی را تا زمانی ادامه دهید که کل آسفالتن از روی کاغذ صافی حل شود.

۷-۱۰ محتویات بالن را به یک ظرف تبخیر (بند ۵-۶ را ببینید) خشک و تمیز (بند ۹ را ببینید) که با تقریب 0.2 mg با صفر کردن در مقابل یک ظرف مشابه وزن شده، منتقل کنید. بالن را با مقادیر اندک متوالی از تولوئن،

1- creeping

به طوری که کل آن بیش تر از ۳۰ ml نشود، بشویید. تولوئن را از طریق تبخیر در یک حمام آب جوش، یا از طریق تبخیر در یک تبخیرکننده چرخان تحت اتمسفری از نیتروژن خارج کنید.
 هشدار- عمل تبخیر را در زیر هود انجام دهید.

۸-۱۰ ظرف و محتویات آن را به مدت ۳۰ دقیقه در گرم‌خانه (بند ۵-۱۲ را ببینید) با دمای °C ۱۰۰ تا °C ۱۱۰ خشک کنید. سپس به مدت ۳۰ دقیقه تا ۶۰ دقیقه در ظرف خنک‌کننده (بند ۵-۱۵ را ببینید) خنک کنید و با صفر کردن در مقابل ظرفی که از قبل برای این منظور استفاده شده در معرض گرمایش و سرماییش یکسان مانند ظرف حاوی آسفالتن‌ها قرار گرفته، دوباره وزن کنید.

بادآوری- آسفالتن‌ها بسیار مستعد اکسایش هستند و اهمیت دارد که روش مشخص شده در مرحله نهایی خشک کردن دقیقاً در توافق با دما و زمان ۱ ± دقیقه باشد.

۱۱ محاسبات

۱-۱۱ مقدار آسفالتن فراورده‌های نفتی، A، را بر حسب درصد جرمی/جرمی با استفاده از رابطه ۱ محاسبه کنید:

$$A = 100 \left(\frac{M}{G} \right) \quad (1)$$

که در آن:

M جرم آسفالتن‌ها، بر حسب گرم؛

G جرم آزمون، بر حسب گرم.

۲-۱۱ مقدار آسفالتن نفت خام آماده‌شده به روش پیوست الف، C، را بر حسب درصد جرمی/جرمی با استفاده از رابطه ۲ محاسبه کنید:

$$C = 100 \left(\frac{MR}{GD} \right) \quad (2)$$

که در آن:

M جرم آسفالتن‌ها، بر حسب گرم؛

R جرم باقی مانده حاصل از تقطیر، بر حسب گرم؛

G جرم باقی مانده، بر حسب گرم؛

D جرم نمونه نفت خام تقطیر شده، بر حسب گرم.

۱۲ دقت و انحراف

۱۲-۱ دقت، مقادیر دقت در یک برنامه بین آزمایشگاهی، با استفاده از بنزن به عنوان حلال، در سال ۱۹۵۶ تعیین شد. یک برنامه بین آزمایشگاهی دوم، با استفاده از تولوئن به عنوان حلال، در سال ۱۹۷۵ برای تایید دقت انجام شد. داده‌ای از برنامه ارزیابی سال ۱۹۵۶ نمی توان یافت.

یادآوری- اخیرا (سال ۱۹۹۸) برنامه بین آزمایشگاهی در فرانسه روی چهار نمونه با مقادیر آسفالتن در محدوده‌ای 0.50% جرمی/جرمی تا 22.0% جرمی/جرمی، منجر به حصول مقادیر دقت تخمینی بسیار مشابه مقادیر ارایه شده در بندهای ۱۲-۲ و ۱۲-۳ شد، به استثنای این که برای تجدیدپذیری در سطوح بسیار پائین (کمتر از 2.0% جرمی/جرمی)، که به طور قابل توجهی نادرست بود.

۱۲-۲ تکرارپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون متوالی به دست آمده توسط یک آزمون گر با وسایل یکسان تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمون مشابه، در عملیات معمول و صحیح روش آزمون، فقط یک مورد از ۲۰ مورد از مقدار A 0.1 بیشتر شد. که A نتیجه میانگین، بر حسب درصد جرمی/جرمی است.

۱۲-۳ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه مستقل و منفرد بدست آمده توسط آزمونگرهای مختلف در آزمایشگاه های مختلف روی مواد آزمون مشابه از نظر اسمی، در عملیات معمول و صحیح روش آزمون، فقط یک مورد از ۲۰ مورد از مقدار A 0.2 بیشتر شد. که A نتیجه میانگین، بر حسب درصد جرمی/جرمی است.

۱۲-۴ انحراف، از آنجا که آسفالتن های نامحلول در هپتان با این روش آزمون تعیین شدند، نمی توان انحرافی به این روش اختصاص داد. اصطلاح آسفالتن ها ممکن است با دیگر روش های مشابه با استفاده از آلکان ها به عنوان عوامل رسوب دهنده ای غیر از هپتان مرتبط باشد. به طور کلی، آلکان های سبک تر نتایج بالاتری ارایه می دهند و آلکان های سنگین تر نتایج پایین تری نسبت به هپتان ارایه می دهند، اما نسبت ثابتی نمی توان به آن ها اختصاص داد.

۱۳ گزارش آزمون

گزارش آزمون حداقل باید حاوی اطلاعات زیر باشد:

۱۳-۱ روش آزمون استفاده شده مطابق با این استاندارد ملی؛

۱۳-۲ نتایج آزمون:

یادآوری- مقدار آسفالتن نامحلول در هپتان با مقادیر کم تر از 1.00% جرمی/جرمی، با تقریب 0.05% جرمی/جرمی و مقدار آسفالتن نامحلول در هپتان با مقادیر 1.0% جرمی/جرمی و بیشتر، با تقریب 0.1% جرمی/جرمی را گزارش کنید.

۱۳-۳ نام و نام خانوادگی آزمون گر؛

۱۳-۴ تاریخ انجام آزمون.

پیوست الف

(الزامی)

آماده‌سازی باقی‌مانده نفت خام از طریق تقطیر

الف-۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از این روش، آماده‌سازی باقی‌مانده نفت خام (تا دمای 260°C نفت و فراورده‌های نفتی) است. این روش برای اندازه‌گیری مقدار آسفالتن (بند ۸-۴ را ببینید) کاربرد دارد.

الف-۲ اصطلاحات و تعاریف

الف-۲-۱

باقی‌مانده نفت خام

باقی‌مانده حاصل از تقطیر در یک دمای روغن 260°C که تحت شرایط این روش آماده‌سازی خاص انجام می‌شود.

الف-۳ اصول آزمون

یک نمونه وزن شده از نمونه نفت خام تحت شرایط معینی از گرمای ورودی و سرعت تقطیر، در دستگاه شیشه‌ای مشخص تقطیر می‌شود. تقطیر نفت و فراورده‌های نفتی در دمای 260°C متوقف شده و جرم باقی‌مانده تعیین می‌شود.

الف-۴ وسایل

الف-۴-۱ دستگاه تقطیر

الف-۴-۲ دستگاه تقطیر باقی‌مانده، مطابق با الزامات استاندارد ASTM D 86. حس‌گر دما باید یک دماسنج مایع در شیشه از نوع غوطه‌وری کل^۱ با طول ۳۰۰ mm تا ۳۲۰ mm، با یک محدوده دمایی از 4°C تا 360°C و خطایی در مقیاس حداکثر 2°C ، یا یک وسیله یا سیستم جایگزین برای اندازه‌گیری دما با حداقل درستی معادل. یک حمام شفاف، نگه‌داشته شده در دمای از $3^{\circ}\text{C} \pm 15^{\circ}\text{C}$ ، برای ظرف گیرنده الزامی است.

1 -Total immersion

یادآوری - دماسنج مناسب، IP 4C، مطابق با دماسنج های استاندارد IP می باشد.

الف-۴-۳ دستگاه تقطیر خشک کن، مطابق با بند الف-۴-۲، به استثنای این که به جای بالن مشخص شده از یک بالن تقطیر ۵۰۰ ml و به جای ظرف گیرنده از یک قیف جداکننده ۲۰۰ ml در یخ خردشده استفاده کنید.

الف-۴-۲ دستگاه خشک کن، شامل یکی از موارد زیر است:

الف-۴-۲-۱ سانتریفیوژ

الف-۴-۲-۲ دستگاه صافی، قادر به کار در فشار افزایش یافته

الف-۴-۲-۳ ظرف فولادی، با قابلیت تحمل فشار ۱۰۰۰ kPa و گرمای 200°C

الف-۴-۲-۴ جداکننده الکتروستاتیک نوع کاترل^۱

الف-۵ آماده سازی نمونه

الف-۵-۱ اگر نفت خام حاوی آن مقدار آب باشد که منجر به مشکلاتی در تقطیر (کف بیش از حد) شود، نمونه را به روشی خشک کنید که از اتلاف ترکیبات فرار جلوگیری شود. روش های ارایه شده در بند الف-۵-۱-۱ تا بند الف-۵-۱-۵ مناسب هستند.

الف-۵-۱-۱ آب را از طریق نیروی جاذبه یا از طریق سانتریفیوژ در یک ظرف بسته در پایین ترین دمای ممکن جداسازی کنید.

الف-۵-۱-۲ نمونه را در پایین ترین دمای ممکن و فشار اعمالی، با استفاده از کلسیم کلرید بدون آب، سدیم سولفات یا سایر عوامل خشک کننده مناسب در یک ظرف بسته صاف کنید.

الف-۵-۱-۳ نمونه را در یک ظرف فولادی بسته (بند ۱-۴-۲-۳) مجهز به حس گر دما و حس گر فشار گرم کنید. ظرف را تا حدود ۷۰٪ ظرفیت آن پر کنید و تا زمانی که روغن به دمای 200°C یا فشار به ۷۰۰ kPa برسد، حرارت دهید. بگذارید ظرف تا دمای محیط خنک شود و سپس روغن را از آب جدا شده، سرریز کنید.

الف-۵-۱-۴ یک جداکننده نوع کاترل از یک بشر شیشه ای بلند با یک استوانه توری شکل برنجی که با پارچه فلانل^۲ اشباع شده با آب آستر دار شده بسازید، فلانل را باید فشرده تا رطوبت آن خارج شود. استوانه توری برنجی نصب شده روی دوک شیشه ای یک همزن آزمایشگاهی با سرعت حدود ۳۰ دور بر دقیقه می چرخد، الکتروود مرکزی را تشکیل می دهد. نمونه را درون بشر بریزید و یک ولتاژ به الکتروودها اعمال کنید. در فواصل زمانی به

1 -Cottrell

2 - Flannel

منظور جلوگیری از اتلاف ترکیبات فرار ریزش^۱ آب را متوقف کنید و بگذارید روغن خنک شود. روغن را از آبی که به هم آمیخته شده‌اند، جدا کنید و آستری فلانل را خارج کنید.

الف-۵-۱-۵ آب را با هیدروکربن‌های فرارتر در دستگاه شرح داده شده در بند الف-۴-۲ تقطیر کنید. بالن را با ۳۰۰ ml نمونه پر کنید و حس‌گر دما را به گونه‌ای قرار دهید که نقطه حس‌کننده (حباب) در نمونه فرو رود. بالن را به آرامی گرم کنید به طوری که دمای روغن به آهستگی تا 150°C بالا رود، در حالی که درون متراکم‌کننده به وسیله یک شعله گاز کوچک همه قطره‌های آب را که در دیواره‌های بالن جمع‌آوری شده، تبخیر می‌کند. تقطیر را هنگامی که آب بیشتری از دستگاه تقطیر عبور نمی‌کند، متوقف کنید. اجازه دهید باقی مانده خنک شود، آب جمع‌آوری شده در قیف جداسازی را خارج کنید و محصول تقطیر روغنی را به باقی مانده اضافه کنید و کاملاً مخلوط کنید. در صورتی که هنوز آب قابل مشاهده است، آن را با روش شرح داده شده در بند الف-۵-۱-۲ صاف کنید.

الف-۶ روش انجام آزمون

الف-۶-۱ چگالی نفت خام را در دمای 15°C مطابق استاندارد ASTM D1298 و استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹ تعیین کنید.

الف-۶-۲ بالن تقطیر را با تقریب 0.1 g وزن کنید و آن را با جرمی معادل ۱۰۰ ml از نمونه در 15°C تا حدود 0.1 g پر کنید. اطمینان حاصل کنید که در طول این عملیات روغن به پایین لوله بخار جریان نمی‌یابد. جرم روغن (D) را ثبت کنید. دماسنج مایع در شیشه را به گونه‌ای قرار دهید که ته حباب $0.5\text{ mm} \pm 0.2\text{ mm}$ از ته بالن فاصله داشته باشد، یا حس‌گر دمای جایگزین را در موقعیت ثابت کنید تا قرائت دمای یکسان را بدهد.

یادآوری- موقعیت حس‌گر دما در نگه‌دارنده ممکن است قبل از افزودن آزمون به بالن از قبل علامت‌گذاری شده باشد.

الف-۶-۳ لوله متراکم‌کننده را پاک کنید و دستگاه را با کشیدن لوله بخار بالن به درون لوله متراکم‌کننده با فاصله‌ای بین ۲۵ mm و ۵۰ mm سوار کنید. اتصال بین بالن و متراکم‌کننده را از طریق درپوش محکم کنید یا دریچه مجرای که از لوله بخار عبور می‌کند، محکم کنید.

الف-۶-۴ یک ظرف گیرنده خشک تمیز در خروجی متراکم‌کننده قرار دهید، به طوری که لوله متراکم‌کننده یا رابط^۲ تا حداقل ۲۵ ml در آن ادامه یابد، اما کمتر از خط نشانه ۱۰۰ ml نباشد. ظرف گیرنده را تا حداکثر خط نشانه ۱۰۰ ml در حمام شفاف (بند الف-۴-۱-۱ را ببینید) فرو ببرید. قسمت بالایی ظرف گیرنده را در طول تقطیر با یک تکه کاغذ وزن شده به منظور جلوگیری از اتلاف بخار و هم‌چنین برای غلبه بر شناور بودن گیرنده، در حمام آب به دقت بپوشانید. آب سرد-یخ (کمتر از 4°C) را از میان متراکم‌کننده بگردش درآورید.

1- Precipitation
1 -Adaptor

الف-۶-۵ بالن را حرارت دهید و نفت خام را با سرعت حداکثر ۲/۵ ml/min تقطیر کنید تا زمانی که تشکیل کف متوقف شود. پس از آن سرعت تقطیر را در ۲/۰ ml/min تا ۲/۵ ml/min (حدود ۱ قطره در هر ثانیه) نگه دارید. تقطیر را بدون وقفه تا دمای °C ۲۶۰ ادامه دهید. حرارت را قطع کنید و بگذارید متراکم کننده به درون ظرف گیرنده تخلیه شود.

الف-۶-۶ بگذارید باقی مانده موجود در بالن خنک شود، حس گر دما را خارج کنید. بالن و باقی مانده را وزن کنید. جرم باقی مانده (R) را ثبت کنید.

الف-۶-۷ از این باقی مانده برای آزمون (بند ۱۰ را ببینید) به منظور اندازه گیری مقدار آسفالتن استفاده کنید.