



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۲۱۰

تجدید نظر دوم

۱۳۹۳

INSO

1210

2nd.Revision

2015

اندازه‌گیری رسوب در نفت خام و نفت کوره
به روش استخراج

**Determination of sediment in crude oil and
fuel oil by extraction method**

ICS: 75. 040;75. 160. 20

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 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) و 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) و 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
« اندازه گیری رسوب در نفت خام و نفت کوره به روش استخراج »
(تجدید نظر دوم)

رییس:

برسلانی، علی
(دکترای مهندسی شیمی)

سمت و/یا نمایندگی

هیات علمی دانشگاه آزاد امیدیه

دبیر:

نجفی، زینب
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

ابراهیمی زاده، وحید
(فوق لیسانس مکانیک)

کارشناس اداره کل استاندارد استان خوزستان

ابوالحسنی، سمانه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

امانی، زینب
(لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت پارس لیان اروند

پوزش، سجاد
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس شرکت نفت پاسارگاد

خطیبی، زهره
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت مهتاب صنعت پارس اکسین

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان خوزستان

دوستی خواه، سمیرا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت کیمیا کنکاش جندی شاپور

رضایی نژاد، رامش
(فوق لیسانس شیمی)

سرپرست آزمایشگاه دانشکده نفت

کارشناس اداره کل استاندارد استان خوزستان

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت پارس لیان اروند

کریمی چشمه‌علی، مریم
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

موندنی‌زاده، مه‌راز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

مهرمولایی، فاطمه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

نظری رهبری، مرجان
(فوق لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصول آزمون
۲	۴ وسایل
۵	۵ مواد و/یا واکنشگرها
۵	۶ نمونه‌برداری
۶	۷ روش انجام آزمون
۷	۸ محاسبات
۷	۹ دقت و انحراف
۸	۱۰ گزارش آزمون
۱۰	پیوست الف (الزامی) اقدامات احتیاطی

پیش گفتار

استاندارد " اندازه گیری رسوب در نفت خام و نفت کوره به روش استخراج " نخستین بار در سال ۱۳۵۳ تدوین شد . این استاندارد بر اساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط شرکت پرشیا پژوهش شریف و تایید کمیسیون های مربوط برای دومین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در سی و ششمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فراورده های نفتی مورخ ۹۳/۱۱/۶ تصویب شد. اینک این استاندارد 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 پیشرفت های 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 تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۱۰ : سال ۱۳۸۸ است.

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

ASTM D473: 2012, Standard Test Method for Sediment in Crude Oils and Fuel Oils by the Extraction Method

اندازه‌گیری رسوب در نفت خام و نفت کوره به روش استخراج

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 می‌باشد. برای عبارات هشدار ویژه بندهای ۴-۱-۶ و ۵-۱ را ببینید.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری مقدار رسوب در نفت خام و نفت کوره به روش استخراج با تولوئن است.

این استاندارد برای اندازه‌گیری رسوب در گستره مقادیر ۰٫۱٪ تا ۰٫۴۰٪ جرمی کاربرد دارد، گرچه مقادیر بیشتر نیز ممکن است با این روش اندازه‌گیری شوند.

یادآوری- دقت این استاندارد برای اندازه‌گیری مقدار رسوب در روغن‌های بازیافتی و روغن‌های کارتر^۱ معلوم نیست و برای اندازه‌گیری دقت، روش‌های آزمون دیگر مورد نیاز است.

اطلاع از مقدار رسوب نفت خام و نفت کوره در عملیات پالایش و همچنین خرید یا فروش این کالاها اهمیت دارد.

۲ مراجع الزامی

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

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

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹، روش‌های نمونه‌برداری دستی از مواد و فراورده‌های نفتی

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۵۵۱، تولوئن مورد استفاده در صنعت- ویژگی‌ها

2-3 ASTM D4177, Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products

2-4 ASTM D5854, Practice for Mixing and Handling of Liquid Samples of Petroleum and Petroleum Products

2-5 ASTM E29, Practice for Using Significant Digits in Test Data to Determine Conformance with Specifications

۳ اصول آزمون

آزمونه از یک نمونه نفت نماینده موجود، در یک انگشتانه^۱ نسوز به وسیله تولوئن داغ استخراج می‌شود تا باقی‌مانده به جرم ثابتی برسد. جرم باقی‌مانده که بر حسب درصد محاسبه می‌شود، به عنوان "رسوب حاصل از استخراج" گزارش می‌شود.

۴ وسایل

وسایل و ظروف شیشه‌ای آزمایشگاهی معمول به همراه وسایل زیر برای این استاندارد مورد نیاز است.

۴-۱ دستگاه استخراج، از دستگاه نشان داده شده در شکل‌های ۱ و ۲ و شامل اجزای شرح داده شده در بندهای ۴-۱-۱ تا ۴-۱-۳ استفاده کنید.

۴-۱-۱ بالن استخراج، در این روش از یک بالن (ارلن مایر) دهانه گشاد با ظرفیت ۱ l و قطر خارجی دهانه حداقل ۵۰ mm استفاده کنید.

۴-۱-۲ متراکم‌کننده، یک متراکم‌کننده به شکل یک ماریچ فلزی به قطر تقریباً ۲۵ mm و طول mm ۵۰ به درپوشی با قطر کافی به منظور پوشاندن دهانه بالن به صورت نشان داده شده در شکل ۱ متصل می‌شود به طوری که دو انتهای ماریچ از میان درپوش عبور کند. ماریچ باید از جنس فولاد زنگ‌نزن، قلع، مس آبکاری شده با قلع یا لوله برنج آبکاری شده با قلع بوده و دارای قطر خارجی ۵ mm تا ۸ mm و ضخامت دیواره ۱/۵ mm باشد. در صورت ساخته شدن ماریچ از مس یا برنج آبکاری شده با قلع، پوشش قلع باید دارای ضخامت حداقل ۰/۰۷۵ mm باشد. سطح در معرض قرار داده شده ماریچ برای اهداف خنک‌سازی حدود ۱۱۵ cm² است.

یادآوری - به منظور پایش ورود جریان آب به متراکم‌کننده از یک جریان سنج/کنترل‌کننده جریان آب استفاده کنید تا هنگام افت سرعت جریان پایین‌تر از یک حد از پیش تنظیم شده، منبع حرارت را قطع کند. استفاده از چنین ابزاری که برای جلوگیری از اشتعال تولوئن تبخیر شده مناسب است، توصیه می‌شود.

۴-۱-۳ انگشتانه استخراج، انگشتانه استخراج باید از جنس یک ماده متخلخل نسوز با اندازه منفذ ۲۰/۰ μm تا ۳۰/۰ μm (تایید شده به وسیله سازنده)، قطر ۲۵ mm، ارتفاع ۷۰ mm و جرم حداقل ۱۵ g و حداکثر ۱۷ g باشد. انگشتانه را به وسیله یک سبد از ماریچ متراکم‌کننده معلق کنید به طوری که تقریباً در وسط فاصله بین سطح حلال استخراج‌کننده و ته ماریچ متراکم‌کننده آویزان شود.

۴-۱-۴ سبد انگشتانه^۲، سبد انگشتانه باید در برابر خوردگی مقاوم و از جنس پلاتین، فولاد زنگ‌نزن، آلیاژ نیکل-کروم یا مواد مشابه باشد. شکل ۲، طرح و ابعاد دو سبد نوعی را نشان می‌دهد که در صنعت به طور موفقیت‌آمیزی کاربرد داشته اند.

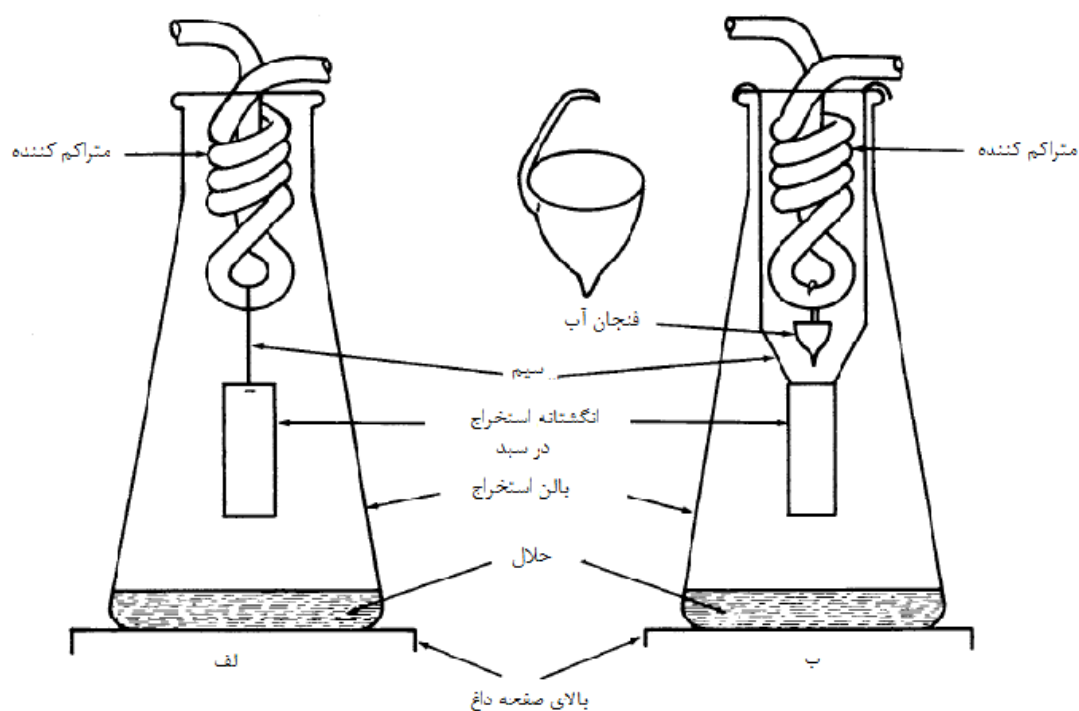
۴-۱-۵ فنجان آب^۳، هنگام آزمون یک نمونه تعیین شده با مقدار آب بیشتر از ۱۰٪ حجمی، از یک فنجان آب استفاده کنید (شکل ۱، دستگاه ب را ببینید). فنجان باید از جنس شیشه، مخروطی شکل به قطر حدود

1 - Thimble
2 - Thimble Basket
3- Water Cup

۲۰ mm و عمق ۲۵ mm و دارای ظرفیت تقریباً ۳ ml باشد. یک قلاب شیشه‌ای روی لبه در یک طرف فنجان جوش داده می‌شود تا به شکلی درآید که هنگام آویختن آن روی متراکم‌کننده، لبه فنجان در سطح مناسب آویزان شود. در این روش، سبد انگشتانه را به صورت نشان داده شده در شکل ۱، دستگاه الف با استفاده از سیم مقاوم در برابر خوردگی که به انتهای مارپیچ متراکم‌کننده حلقه شده و به نگه‌دارنده‌های سبد متصل می‌شود یا طبق شکل ۱، دستگاه ب، در جایی که نگه‌دارنده‌های سیمی سبد به قلاب‌های لچیم شده به زیر درپوش متراکم‌کننده متصل می‌شود، معلق کنید.

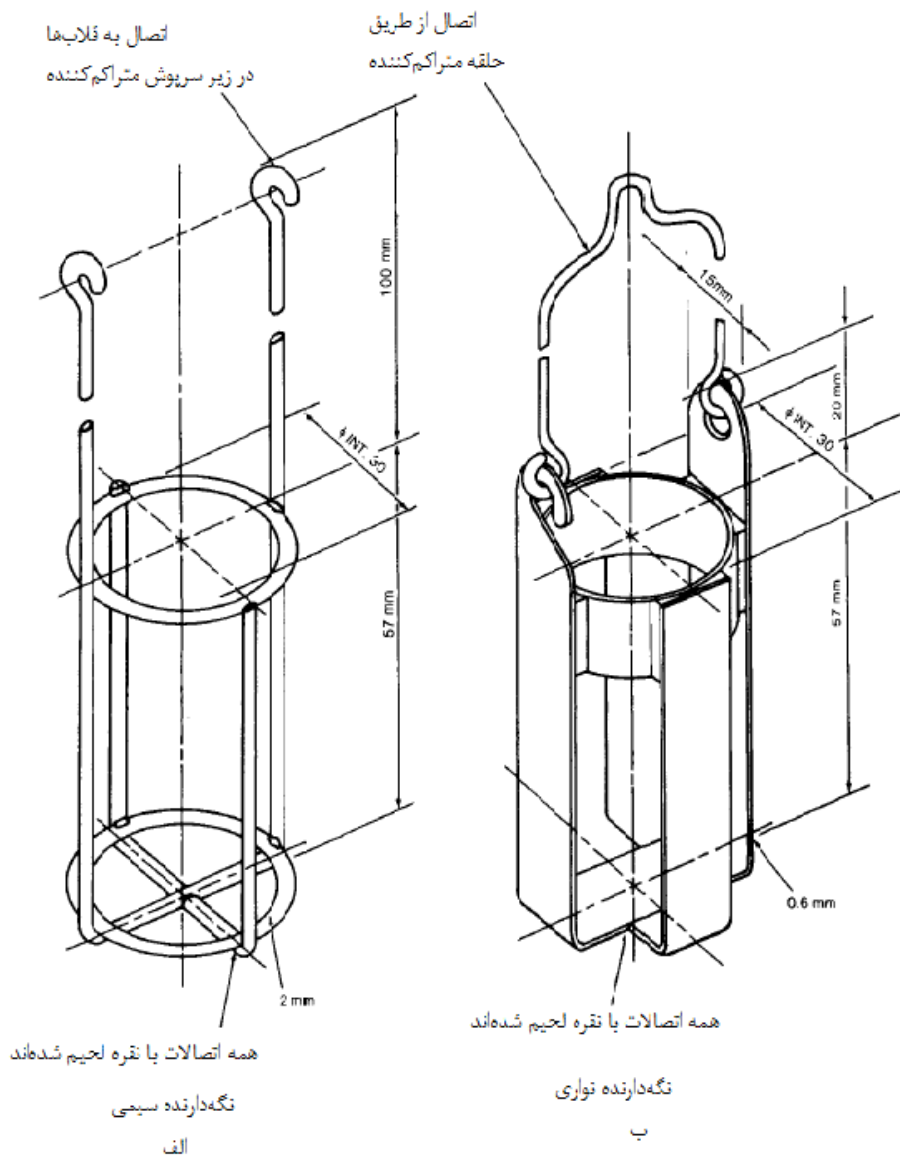
۴-۱-۶ منبع حرارت، از یک منبع حرارت ترجیحاً یک صفحه داغ که زیر یک هود تهویه‌دار کار می‌کند و برای تبخیر تولوئن مناسب است، استفاده کنید. هشدار- تولوئن قابل اشتعال است.

۴-۲ ترازوی تجزیه‌ای، از یک ترازوی تجزیه‌ای با درستی ۰/۱ mg استفاده کنید. ترازو را حداقل سالی یک‌بار در برابر وزنه‌های قابل ردیابی با مجموعه‌ای از استانداردهای ملی مانند انجمن ملی استانداردها و تکنولوژی (NIST)^۱، تصدیق کنید.



یادآوری- دستگاه ب فنجان آب در موقعیت مورد نظر را نشان می‌دهد.

شکل ۱- دستگاه استخراج برای اندازه‌گیری رموب



شکل ۲- سبد نگهدارنده انگشتانه

۳-۴ مخلوط کن بدون هوادهی^۱، از یک مخلوط کن بدون هوادهی مطابق با تصدیق الزامات کارایی مخلوط کردن تعیین شده در استاندارد ASTM D5854 استفاده کنید. مخلوط کن های تعبیه شده^۲ یا مخلوط کن های گردش^۳ یا مخلوط کن های خارجی گردش^۴ قابل قبول هستند، مشروط بر این که با معیارهای ذکر شده در استاندارد ASTM D5854 مطابقت داشته باشند.

۴-۴ گرم خانه، از یک گرم خانه قادر به نگهداری دمای 115°C تا 120°C استفاده کنید.

۵-۴ ظرف خنک سازی، از یک دسیکاتور بدون ماده خشکاننده به عنوان ظرف خنک سازی استفاده کنید.

-
- 1- Non-aerating Mixer
 - 2 - Insertion mixers
 - 3 - Circulating mixers
 - 4 - Circulating external mixers

۴-۶ وسیله اندازه‌گیری دما، مثلاً از یک دماسنج قادر به اندازه‌گیری دمای نمونه با تقریب 1°C استفاده کنید.

۵ مواد و/یا واکنشگرها

۵-۱ تولوئن، با درجه واکنشگر مطابق جدول ۱ یا درجه ۲ مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۵۵۱ هشدار- تولوئن قابل اشتعال است. آن را دور از حرارت، جرقه و شعله باز نگه‌دارید. تولوئن سمی و بخارات حاصل از آن مضر است. برای جلوگیری از تنفس بخارات آن و محافظت چشم‌ها باید مراقبت‌های ویژه به کار رود. ظرف حاوی تولوئن را دربسته نگه‌دارید. هنگام کار با آن از تهویه مناسب استفاده کنید. از تماس طولانی مدت یا مکرر آن با پوست جلوگیری شود.

جدول ۱- مشخصات نوعی برای تولوئن با درجه واکنشگر

خالص	بالاتر از ۹۹٫۵٪
رنگ (روش APHA)	۱۰
گستره جوش (ابتدا تا نقطه خشک شدن) ^a	210°C
باقی مانده پس از تبخیر	۰٫۰۰۱٪
مواد تیره‌شده با سولفوریک اسید (H_2SO_4)	در آزمون پذیرفته می‌شود
ترکیبات گوگردی (برحسب درصد گوگرد)	۰٫۰۰۳٪
آب (H_2O) (اندازه‌گیری شده به روش تیتراسیون کارل فیشر)	۰٫۰۳٪
^a نقطه جوش ثبت شده، 110.6°C است.	

۶ نمونه‌برداری

۶-۱ نمونه‌برداری باید شامل همه مراحل مورد نیاز برای به‌دست آوردن قسمتی از محتویات هر لوله، مخزن یا سیستم دیگر و قرار گرفتن نمونه در ظرف آزمون آزمایشگاهی باشد.

۶-۲ در این استاندارد فقط از نمونه‌های نماینده به‌دست آمده، به صورت مشخص شده در استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹ و استاندارد ASTM D4177 (API Chapter 8.2) استفاده کنید.

۶-۳ آزمون‌ها را بلافاصله پس از مخلوط کردن کامل از نمونه‌های آزمایشگاهی بردارید. نمونه‌های گرانبه را تا دمایی حرارت دهید که نمونه مایع شده و در صورت لزوم با استفاده از یک مخلوط‌کن به صورت شرح داده شده در بند ۴-۳ آن‌ها را همگن کنید. مشکلات برای به‌دست آوردن یک آزمون نماینده در این اندازه‌گیری معمولاً زیاد است، بنابراین در مراحل مخلوط کردن و تقسیم نمونه^۱ نیاز به توجه زیاد می‌باشد.

۶-۴ دمای نمونه را قبل از مخلوط کردن، به صورت شرح داده شده در استاندارد ASTM D5854 ثبت کنید. نمونه آزمایشگاهی را با به کار بردن زمان مخلوط کردن، قدرت مخلوط کردن (سرعت) و موقعیت نسبت به انتهای ظرف متناسب با نفت خام یا نفت کوره مورد آزمون و به صورتی که تصدیق کارایی مخلوط کردن برقرار باشد، در ظرف اولیه آن مخلوط کنید. به منظور جلوگیری از اتلاف ترکیبات پایانی

سبک حاصل از نفت خام یا سایر نمونه‌های حاوی مواد فرار، مخلوط‌کن را از طریق یک زائده آب‌بند^۱ در دریچه^۲ ظرف نمونه به کار ببرید. نمونه را بلافاصله پس از مخلوط کردن برای آنالیز بردارید. دمای نمونه را بلافاصله پس از مخلوط کردن ثبت کنید. در صورتی که افزایش دما در طول مخلوط کردن از 10°C بیشتر شود، نمونه را خنک کرده و مخلوط کردن را با انرژی ورودی کمتر تکرار کنید. افزایش دمای بیشتر از 10°C ممکن است منجر به کاهش گرانروی شود که این امر برای ته نشین شدن رسوب کافی است.

۷ روش انجام آزمون

۱-۷ برای آزمون‌های داوری، از یک انگشتانه استخراج جدید (بند ۴-۱-۳) که مطابق بند ۷-۲ تهیه شده استفاده کنید. برای آزمون‌های روزمره می‌توان انگشتانه‌ها را دوباره استفاده کرد. هنگام استفاده مجدد از انگشتانه‌ها، توصیه می‌شود استخراج تا رسیدن به جرم ثابت برای یک اندازه‌گیری به عنوان استخراج اولیه برای اندازه‌گیری بعدی در نظر گرفته شود. پس از چند اندازه‌گیری (رسوب انباشته شده ممکن است برای ایجاد مزاحمت با اندازه‌گیری‌های بعدی کافی باشد) برای برداشتن قسمت قابل احتراق رسوب انباشته شده روش شرح داده شده در بند ۷-۳ را دنبال کنید. از استفاده مجدد و بیش از اندازه انگشتانه‌ها اجتناب کنید چون به مرور زمان منافذ با مواد غیرآلی مسدود و منجر به نتایج اشتباه بالا می‌شود. در صورت تردید در نتیجه بالاتر از حد معمول، انگشتانه را کنار گذاشته و آزمون را با استفاده از یک انگشتانه جدید مجدداً انجام دهید.

۲-۷ آماده‌سازی یک انگشتانه جدید، سطح بیرونی انگشتانه را با یک کاغذ سنباده نرم بسایید و همه مواد سست شده را با یک برس زبر بردارید. انگشتانه را با استخراج مقدماتی با تولوئن در حالی که چکیدن قطرات حلال از انگشتانه به مدت حداقل یک ساعت ادامه می‌یابد، آماده کنید. سپس انگشتانه را به مدت یک ساعت در دمای 115°C تا 120°C خشک کنید. در ظرف خنک‌سازی به مدت یک ساعت خنک کرده و با تقریب 0.1 mg وزن کنید. استخراج را تکرار کنید تا جرم‌های انگشتانه پس از دو استخراج متوالی بیشتر از 0.2 mg اختلاف نداشته باشد.

۳-۷ آماده‌سازی انگشتانه استفاده شده، قسمت قابل احتراق رسوب انباشته شده را از طریق حرارت دادن انگشتانه به مدت ۲۰ دقیقه تا حد قرمز شدن، بردارید (ترجیحاً در یک کوره الکتریکی نگهداری شده در دمای تقریبی 750°C). انگشتانه را قبل از استفاده برای اندازه‌گیری دیگر، به صورت شرح داده شده در بند ۲-۷ تحت استخراج مقدماتی قرار دهید.

۴-۷ یک نمونه به جرم تقریبی 10 g از نمونه را بلافاصله پس از آن که نمونه مخلوط شد در انگشتانه قرار دهید. سعی نکنید این قسمت تقریباً 10 g را به هر مقدار دقیق از پیش تعیین شده تنظیم کنید. انگشتانه و نمونه را با تقریب 0.1 g وزن کنید. 150 ml تا 200 ml تولوئن را به بالن بیفزایید. انگشتانه را در دستگاه استخراج قرار دهید. آن را روی منبع حرارت قرار داده و استخراج را با تولوئن داغ به مدت ۳۰ دقیقه بعد از

1- Gland
2 - Closure

بی‌رنگ شدن حلال چکیده شده از انگشتانه انجام دهید. اطمینان حاصل کنید که سرعت استخراج به قدری است که سطح مخلوط نفت و تولوئن در انگشتانه بیشتر از ۲۰ mm از نوک انگشتانه بالا نرود.

۵-۷ هنگام آزمون نمونه‌های تعیین شده دارای مقدار آب بیشتر از ۱۰٪ حجمی مجموعه نشان داده شده در شکل ۱، دستگاه ب را استفاده کنید. در این روش هر گونه آب موجود در آزمون که بر اساس خاصیت هم‌جوشی تولوئن آن به صورت یک لایه زیرین در فنجان آب جمع آوری و جدا می‌شود را بردارید. لایه تولوئن درون انگشتانه سرازیر می‌شود. در صورتی که فنجان پر از آب شد، بگذارید دستگاه خنک شده و فنجان را خالی کنید.

۶-۷ پس از آن که استخراج کامل شد، انگشتانه را به مدت یک ساعت در دمای 115°C تا 120°C در گرم‌خانه خشک کنید. آن را در ظرف خنک‌سازی به مدت یک ساعت خنک کرده و با تقریب 0.1 mg جرم کنید.

۷-۷ استخراج را در حالی که چکیدن قطرات حلال از انگشتانه به مدت حداقل یک ساعت اما نه بیشتر از ۸۵ دقیقه ادامه می‌یابد، تکرار کنید. انگشتانه را به صورت شرح داده شده در بند ۶-۷ خشک، خنک و وزن کنید. در صورت لزوم استخراج را برای چند دوره یک ساعتی دیگر تکرار کنید تا جرم‌های انگشتانه و رسوب خشک شده پس از دو استخراج متوالی بیشتر از 0.2 mg اختلاف نداشته باشد.

۸ محاسبات

۱-۸ مقدار رسوب نمونه بر حسب درصد جرمی نمونه اولیه را با استفاده از رابطه ۱ محاسبه کنید.

$$S = \frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \times 100 \quad (1)$$

که در آن :

S مقدار رسوب نمونه بر حسب درصد جرمی؛

m_1 جرم انگشتانه بر حسب گرم؛

m_2 جرم انگشتانه و آزمون بر حسب گرم؛

m جرم انگشتانه و رسوب بر حسب گرم.

۹ دقت و انحراف

۱-۹ دقت، بر اساس درصد جرمی و مطابق بررسی‌های آماری نتایج آزمون بین آزمایشگاهی در گستره صفر درصد تا ۰.۴ درصد، به صورت شرح داده شده در بندهای ۹-۱-۱ و ۹-۱-۲ می‌باشد.

۱-۱-۹ تکرارپذیری، اختلاف بین نتایج آزمون متوالی که توسط آزمون‌گر یکسان با وسایل یکسان تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمون یکسان به‌دست آمده است، در صورتی که در مدت زمان طولانی و عملیات صحیح و معمول روش آزمون انجام شود، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد از مقدار محاسبه شده از رابطه ۲ بیشتر می‌شود.

$$r = 0.017 + 0.255S \quad (2)$$

که در آن:

r تکرارپذیری آزمون؛

S میانگین نتایج مقادیر مقایسه شده بر حسب درصد جرمی.

۹-۱-۲ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون مستقل و منفرد که توسط آزمون‌گرهای متفاوت در آزمایشگاه‌های مختلف بر روی مواد آزمون یکسان به دست آمده است، در صورتی که در مدت زمان طولانی در عملیات صحیح و معمول روش آزمون انجام شود، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد از مقدار محاسبه شده از رابطه ۳ بیشتر می‌شود.

$$R = 0.033 + 0.255S \quad (3)$$

که در آن:

R تجدیدپذیری آزمون؛

S میانگین نتایج مقادیر مقایسه شده بر حسب درصد جرمی.

۹-۲ انحراف، در این روش آزمون انحرافی وجود ندارد. چون مقدار رسوب را فقط می‌توان بر حسب یک روش آزمون بیان کرد.

۱۰ گزارش آزمون

گزارش آزمون حداقل باید شامل اطلاعات زیر باشد.

۱۰-۱ روش آزمون استفاده شده مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۱۰؛

۱۰-۲ تمام جزئیات لازم برای شناسایی کامل فرآورده مورد آزمون؛

۱۰-۳ برای هر نمونه با مقدار رسوب محاسبه شده بیشتر از ۰.۰۵٪ جرمی/جرمی که از رابطه ۱ تعیین شده، مقدار رسوب نمونه به عنوان "رسوب حاصل از استخراج" بر حسب درصد جرمی با تقریب ۰.۱٪ جرمی/جرمی که مطابق استاندارد ASTM E29 گرد شده، گزارش کنید. برای هر نمونه با مقدار رسوب محاسبه شده مساوی و کمتر از ۰.۰۵٪ جرمی/جرمی که از رابطه ۱ تعیین شده، مقدار صفر درصد جرمی/جرمی گزارش کنید.

یادآوری - چون مقادیر آب و رسوب معمولاً بر حسب درصد حجمی گزارش می‌شوند، حجم رسوب را بر حسب درصد نمونه اولیه محاسبه کنید. چون احتمالاً قسمت عمده رسوب شامل شن (سیلیسیم دی اکسید که چگالی ۲/۳۲ دارد) و مقدار کمی از مواد طبیعی (با چگالی نسبی کمتر از شن) می‌باشد، از چگالی اختیاری ۲/۰ برای رسوب حاصل استفاده کنید. سپس برای به دست آوردن درصد حجمی رسوب، طبق رابطه ۴، درصد جرمی را بر ۲/۰ تقسیم کرده و در چگالی نسبی نفت خام یا نفت کوره ضرب کنید.

$$S_v = \frac{S}{2.0} \times \text{چگالی نسبی نفت} \quad (4)$$

که در آن:

S_v مقدار رسوب نمونه بر حسب درصد حجمی؛

S مقدار رسوب نمونه بر حسب درصد جرمی می‌باشد.

۴-۱۰ روش مخلوط کردن نمونه مطابق روش‌های مشخص شده در استاندارد ASTM D5854 (API Chapter 8.3) و دمای نمونه قبل و بعد از مخلوط کردن؛

۵-۱۰ هر گونه انحراف از روش آزمون مشخص شده با توافق یا به صورت دیگر؛

۶-۱۰ کلیه مشخصات مشاهده شده در حین اندازه‌گیری و تمامی عملیاتی که در این استاندارد مشخص نشده و ممکن است تاثیری روی نتیجه به دست آمده در مورد آزمایشه و ماده یا / موارد مرجع تایید شده تاثیر داشته باشد؛

۷-۱۰ تاریخ انجام آزمون؛

۸-۱۰ نام و امضای آزمون‌گر.

پیوست الف
(الزامی)
اقدامات احتیاطی

الف-۱ تولوئن

الف-۱-۱ تولوئن را دور از حرارت، جرقه و شعله رو باز نگاهدارید.

الف-۱-۲ بخارات تولوئن مضر است.

الف-۱-۳ تولوئن سمی است.

الف-۱-۴ به منظور اجتناب از تنفس بخار تولوئن و حفاظت چشم‌ها باید مراقبت ویژه به کار برده شود.

الف-۱-۵ در ظرف حاوی تولوئن را به صورت بسته نگاهدارید.

الف-۱-۶ از تولوئن در زیر هود تهویه‌دار استفاده کنید.

الف-۱-۷ از تماس طولانی مدت یا مکرر تولوئن با پوست اجتناب کنید.