



جمهوری اسلامی ایران

Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۸۴۰۳

چاپ اول








ISIRI








8403

1 St- Edition

فرآورده‌های نفتی – اندازه‌گیری انواع هیدروکربن – روش
جذب سطحی شناساگر فلوئورسانس کننده – روش آزمون

Petroleum products – Determination of
hydrocarbon types – Flourescent indicator
adsorption method – Test method

نشانی مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران : کرج - شهر صنعتی، صندوق پستی ۳۱۵۸۵-۱۶۳ 
دفتر مرکزی : تهران - ضلع جنوبی میدان ونک، صندوق پستی ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹
تلفن مؤسسه در کرج: ۰۲۶۱-۲۸۰۶۰۳۱-۸ 
تلفن مؤسسه در تهران: ۰۲۱-۸۸۷۹۴۶۱-۵ 
دورنگار: کرج ۰۲۶۱-۲۸۰۸۱۱۴ - تهران ۰۲۱-۸۸۸۷۰۸۰ - ۸۸۸۷۱۰۳ 
بخش فروش - تلفن: ۰۲۶۱-۲۸۰۷۰۴۵ - دورنگار: ۰۲۶۱-۲۸۰۷۰۴۵ 
پیام نگار: Standard @ isiri.or.ir 
بهاء: ۱۵۰۰ ریال 

 **Headquarters : Institute Of Standards And Industrial Research Of Iran**
P.O.Box: 31585-163 Karaj – IRAN
 **Tel:** 0098 261 2806031-8
 **Fax:** 0098 261 2808114
Central Office : Southern corner of Vanak square, Tehran
P.O.Box: 14155-6139 Tehran-IRAN
 **Tel:** 0098 21 8879461-5
 **Fax:** 0098 21 8887080, 8887103
 **Email:** Standard @ isiri.or.ir
 **Price:** 1500 RLS

بسمه تعالی»

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب قانون، تنها مرجع رسمی کشور است که عهده دار وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) میباشد.

تدوین استاندارد در رشته های مختلف توسط کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط با موضوع صورت میگیرد. سعی بر این است که استانداردهای ملی، در جهت مطلوبیت ها و مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فنی و فن آوری حاصل از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع شامل: تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، بازرگانان، مراکز علمی و تخصصی و نهادها و سازمانهای دولتی باشد. پیش نویس استانداردهای ملی جهت نظرخواهی برای مراجع ذینفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال میشود و پس از دریافت نظرات و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که توسط مؤسسات و سازمانهای علاقمند و ذیصلاح و با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می شود نیز پس از طرح و بررسی در کمیته ملی مربوط و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی چاپ و منتشر می گردد. بدین ترتیب استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد مندرج در استاندارد ملی شماره ((۵)) تدوین و در کمیته ملی مربوط که توسط مؤسسه تشکیل میگردد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد میباشد که در تدوین استانداردهای ملی ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندیهای خاص کشور، از آخرین پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی استفاده می نماید.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون به منظور 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 استانداردها را با تصویب شورای عالی استاندارد اجباری نماید. مؤسسه می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آنرا اجباری نماید.

همچنین بمنظور اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و گواهی کنندگان سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاهها و کالیبره کنندگان وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد اینگونه سازمانها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران مورد ارزیابی قرار داده و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا نموده و بر عملکرد آنها نظارت می نماید. ترویج سیستم بین المللی یکاها، کالیبراسیون وسایل سنجش تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی از دیگر وظایف این مؤسسه می باشد.

کمیسیون استاندارد "فرآورده های نفتی مایع-اندازه گیری انواع هیدروکربن-روش مذب سطحی شناساگر فلئورسانس کننده-روش آزمون"

رئیس

قاسمی، جهانبخش
(دکترای شیمی)

سمت یا نمایندگی

مرکز تحقیقات و مهندسی نفت کرمانشاه-
دانشگاه رازی کرمانشاه

اعضاء

دارابی، ژیلا
(فوق لیسانس شیمی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان کرمانشاه

شریفی، مهدی
(لیسانس مدیریت)

سازمان حمایت از مصرف کنندگان و تولیدکنندگان

قلعه گلاب، علی
(لیسانس مهندسی شیمی)

شرکت پالایش نفت آبادان

نوروزی، محمد
(فوق لیسانس شیمی)

مرکز تحقیقات و مهندسی نفت کرمانشاه

هاشمی، مجید
(فوق لیسانس شیمی)

مرکز تحقیقات و مهندسی نفت کرمانشاه

همتی، مهناز
(لیسانس مهندسی شیمی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان ایلام

دبیر

قنبریان، مرضیه
(فوق لیسانس شیمی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان ایلام

**فهرست افراد شرکت کننده در سیمد و هشتاد و سومین اجلاسیه کمیته ملی شیمیایی و
پلیمر مورف ۱۳۸۴/۹/۳۰**

رئیس

قاسمی، جهانبخش
(دکترای شیمی تجزیه)

سمت یا نمایندگی

دانشگاه رازی کرمانشاه

اعضاء

دانیالی، شهرام
(لیسانس شیمی کاربردی)

سازمان حمایت از مصرف کنندگان و تولیدکنندگان

ذاکری، علیرضا
(لیسانس شیمی)

شرکت نفت بهران

شیرخانی، مژگان
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

پژوهشگاه صنعت نفت

عباسی، سمانه
(دیپلم)

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

عطایی، منیژه
(لیسانس صنایع)

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

قنبریان، مرضیه
(فوق لیسانس شیمی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان ایلام

کاظمی، عبدالقادر
(لیسانس بهداشت محیط)

مرکز تحقیقات وزارت کار

نیرومند، سارا
(فوق لیسانس شیمی)

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

دبیر

فتحی رشتی، ام البنین
(لیسانس شیمی)

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

پیش گفتار

استاندارد «فرآورده های نفتی مایع-اندازه گیری انواع هیدروکربن-روش جذب سطحی شناساگر فلوئورسانس کننده-روش آزمون» که توسط کمیسیون های مربوط تهیه و تدوین شده و در سیصد و هشتاد و سومین جلسه کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۸۴/۹/۳۰ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه 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، استاندارد های ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظرخواهند شد و هرگونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استاندارد ارائه شود، در هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ملی ایران باید همواره از آخرین تجدیدنظر آن ها استفاده کرد .

در تهیه و تدوین این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه، در حد امکان بین این استاندارد و استانداردهای بین المللی و استاندارد ملی کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود.

منبع و مأخذی که برای تهیه این استاندارد به کار رفته به شرح زیر است:

1-ISO 3837:1993, Liquid petroleum products-Determination of hydrocarbon types-Fluorescent indicator adsorption method.

فرآورده های نفتی مایع^۱-اندازه گیری انواع هیدروکربن-روش جذب سطحی شناساگر فلوئورسانس کننده^۲-روش آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد اندازه گیری انواع هیدروکربن در محدوده غلظت ۵ تا ۹۹ درصد حجمی هیدروکربن های آروماتیک، ۰/۳ تا ۵۵ درصد حجمی الفین ها^۳ و ۱ تا ۹۵ درصد حجمی هیدروکربن های سیر شده^۴ در برش های نفتی که زیر ۳۱۵ درجه سلسیوس تقطیر شده اند، می باشد. محدودیت های ذاتی در این روش و تعیین دقت ممکن است کاربرد روش را محدود کند.

یادآوری ۱- این روش ممکن است برای غلظت های خارج از این محدوده بکار رود، اما دقت آن تعیین نشده است.

یادآوری ۲- این روش آزمون برای محصولات با دامنه جوش وسیع ترکیبات کاربرد دارد. داده های دقیقی برای برش های نفتی با دامنه جوش نزدیک به ۳۱۵ درجه سلسیوس بدست نمی آید. چنین نمونه هایی بطور کامل از ستون خارج نمی شوند، بنابراین نتایج دارای خطا هستند.

یادآوری ۳- دامنه کاربرد این روش آزمون برای محصولات حاصل از سوخت های فسیلی^۵ به غیر از نفت همانند زغال سنگ^۶، سنگ رستی^۷ یا دانه های قیری^۸ تعیین نشده است و عبارت دقت برای چنین محصولاتی بکار برده نمی شود.

یادآوری ۴- عبارت دقت برای این روش آزمون برای سوخت های اکسیژن دار تعیین نشده است و بنابراین برای بنزین های خودرو^۹ شامل مخلوط های ضد کوبش سرب^{۱۰} بکار نمی رود.

یادآوری ۵- ترکیبات مخلوط شده اکسیژن دار^{۱۱} متانول، اتانول، متیل ترشیو بوتیل اتر^{۱۲}، ترشیو آمیل متیل اتر^{۱۳} و اتیل ترشیو بوتیل اتر^{۱۴} در تعیین انواع هیدروکربن در غلظت های معمولی یافت شده در مخلوط های نفتی تجاری، دخالت نمی کنند. این ترکیبات اکسیژن دار به دلیل آنکه توسط واجذب کننده الکل شسته می شوند، شناسایی نمی گردند. سایر ترکیبات اکسیژن دار باید بررسی شوند. هنگامی که نمونه های شامل اجزاء اکسیژن دار تجزیه می شوند، نتایج نوع هیدروکربن می تواند بر اساس یک پایه عاری از اکسیژن گزارش شود، یا هنگامی که مقدار اکسیژن دار شده، معلوم است نتایج می تواند بر اساس کل نمونه تصحیح شود.

1 Liquid petroleum products

3 Olefin

5 Fossil fuels

7 Shale

9 Automotive gasolines

11 Oxygenated blending components

13 Tert-amyl methyl ether

2 Fluorescent indicator adsorption

4 Saturated hydrocarbons

6 Coal

8 Tar sands

10 Lead anti-knock mixtures

12 Methyl tert-butyl ether

14 Ethyl tert-butyl ether

یادآوری ۶- نمونه‌های شامل اجزاء تیره رنگ که با قرائت نوارهای کروماتوگرافی تداخل دارند، نمی‌توانند تجزیه شوند.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می‌شود. در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و/یا تجدیدنظر، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای بعدی این مدارک مورد نظر نیست. معهذاً بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای مدارک الزامی زیر را مورد بررسی قرار دهند. در مورد مراجع بدون تاریخ چاپ و/یا تجدیدنظر، آخرین چاپ و/یا تجدیدنظر آن مدارک الزامی ارجاع داده شده مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

- ۱-۲ استاندارد ملی ایران ۴۱۸۹: سال ۱۳۷۷- روش‌های نمونه برداری دستی از مواد و فرآورده‌های نفتی
2-2 ISO 3171:1988. *Petroleum liquids-Automatic pipeline sampling*
2-3 ISO 756-1:1981, *Propane-2-ol for industrial use- Methods of test- Part 1: General*
2-4 ASTM D 3663-84, *Test method for surface area of catalysts.*
2-5 ASTM D 4815-89, *Test method for analysis of C₁ to C₄ alcohols and MTBE in gasoline by gas chromatography.*
2-6 ANSI/ASTM D2001-86, *Test method for depentanization of gasolines and naphthas.*

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و/یا واژه‌ها با تعاریف زیر بکار می‌روند.

- ۱-۳ **هیدروکربن‌های سیر شده^۱**، درصد حجمی آلکان‌ها^۲ و سیکلو آلکان‌ها^۳.
۲-۳ **الفین‌ها^۴**، درصد حجمی آلکن‌ها^۵ و سیکلو آلکن‌ها^۶ و برخی آلکادی‌ان‌ها^۷.
۳-۳ **آروماتیک‌ها**، درصد حجمی هیدروکربن‌های آروماتیک تک حلقه ای^۸ و چندحلقه ای متراکم، و هیدروکربن‌های الفینی آروماتیک، برخی از دی‌ان‌ها، ترکیبات شامل گوگرد و نیتروژن، یا ترکیبات اکسیژن دار با نقطه جوش بالا (شامل ترکیباتی که در یادآوری ۵ ذکر شده اند).

1 Saturates
3 Cycloalkanes
5 Alkenes
7 Alkadienes

2 Alkanes
4 Olefins
6 Cycloalkenes
8 Monocyclic

۴ اساس روش

تقریباً ۰/۷۵ میلی لیتر نمونه وارد ستون شیشه‌ای جذب سطحی^۱، که با سیلیکاژل فعال^۲ پر شده، می شود. لایه کوچکی از سیلیکاژل شامل مخلوط مواد رنگی فلئورسانس کننده^۳ می باشد. وقتی تمام نمونه روی سیلیکاژل جذب سطحی شد، الکل برای واجذبی نمونه از ستون اضافه می شود. هیدروکربن‌ها بر اساس تمایل به جذب سطحی شان بر روی ستون، به آروماتیک‌ها، الفین‌ها و هیدروکربن‌های سیر شده جدا می شوند. مواد رنگی فلئورسانس کننده نیز بصورت انتخابی با انواع هیدروکربن جدا شده، و مرز نواحی آروماتیک، الفین و هیدروکربن سیر شده را تحت نور ماوراء بنفش نشان می دهد. درصد حجمی هر نوع از هیدروکربن از طول هر ناحیه در ستون محاسبه می شود.

یادآوری- برای ترکیبات حاوی مقادیر بالای ترکیبات سیر شده و مقادیر پایین آروماتیک و الفین، اگر نمونه شامل ۳ C یا هیدروکربن‌های سبکتر، یا بیش از ۵ درصد هیدروکربن‌های C_۴، یا بیش از ۱۰ درصد هیدروکربن‌های C_۵ و C_۶ باشد، خطا در نتایج حاصل می شود. بنابراین این نوع ترکیبات باید قبل از آزمون طبق استاندارد بند ۲-۶ پتان زدایی شوند.

۵ دستگاه‌ها

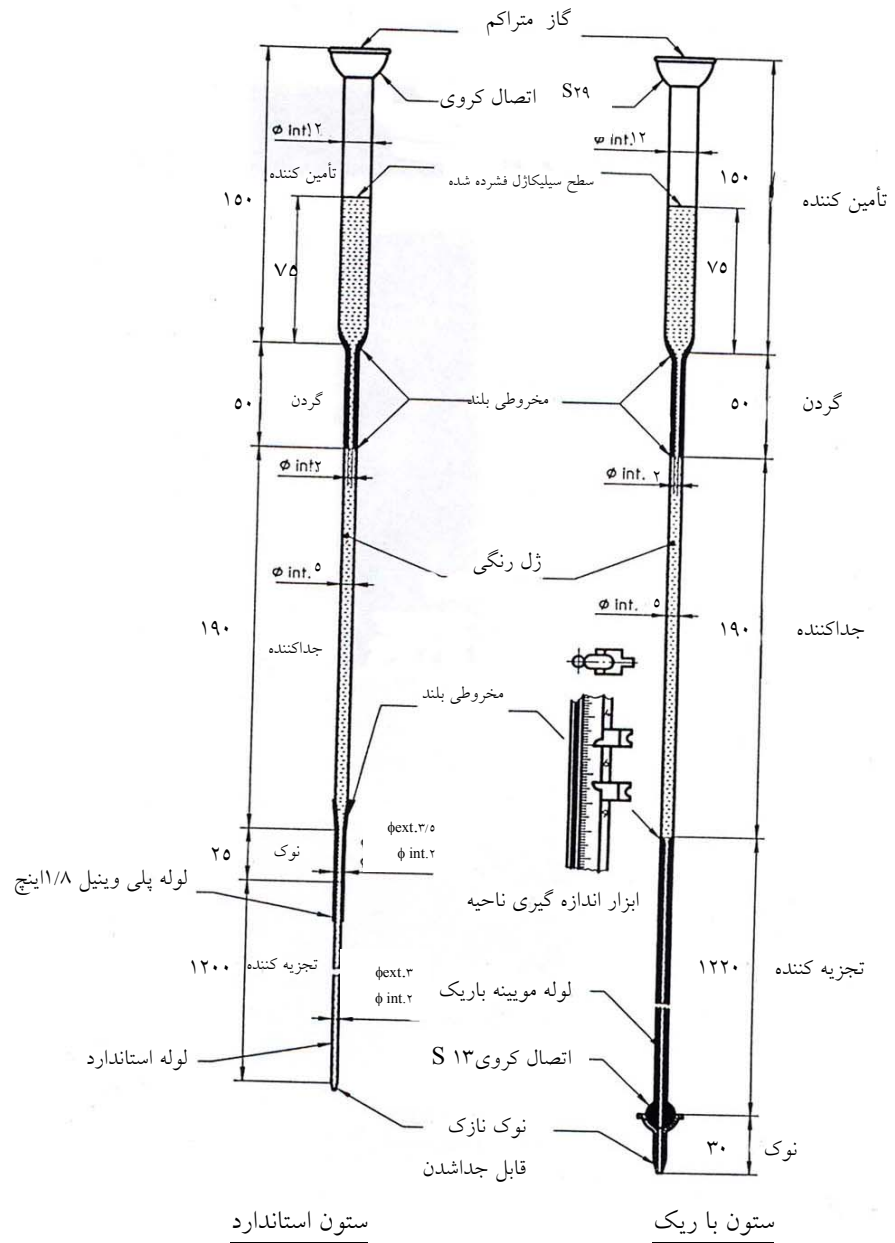
۱-۵ ستون‌های جذب سطحی^۴

از لوله شیشه‌ای باریک، همانگونه که در سمت راست شکل ۱ نشان داده شده است، شامل یک مخزن تأمین کننده^۵ با یک گردن موئی^۶، یک بخش جداکننده^۷، و یک بخش تجزیه کننده^۸، و یا از لوله استاندارد^۹، همانطور که در سمت چپ شکل ۱ نشان داده شده است، استفاده کنید.

قطر داخلی بخش تجزیه کننده برای لوله باریک^{۱۰} باید ۱/۶۰ تا ۱/۶۵ میلی متر باشد و تقریباً رشته جیوه ۱۰۰ میلی‌متری باید بیش از ۰/۳ میلی‌متر در هر قسمت از بخش تجزیه کننده تغییر نکند. در سمت شیشه‌ای بخش‌های مختلف نسبت به سایر بخش‌ها، اتصالات مخروطی بلند باید به جای اتصالات زاویه‌ای قرار گیرد. سیلیکاژل را در انتهای پایین ستون با بکارگیری بخش کوچکی از پشم شیشه که بین حفره گلوله‌ای اتصال کروی ۲ / ۱۲ قرار گرفته و خروجی تجزیه کننده را می پوشاند، نگهدارید. نوک ستون که به حفره ۲ / ۱۲ متصل است باید دارای قطر داخلی دو میلی‌متر باشد. حفره و گلوله‌ها را با هم گرفته و مطمئن شوید که نوک تمایل به لغزش از موقعیت خط مستقیم با بخش تجزیه کننده، در طی پر شدن و استفاده بعدی ستون، ندارد.

1 Glass adsorption column
3 Fluorescent dyes
5 Charger section
7 Separator section
9 Standard wall tubing

2 Activated silica gel
4 Adsorption columns
6 Capillary neck
8 Analyzer section
10 Precision bore tubing



یادآوری ۱- ابعاد به میلی متر است.

یادآوری ۲- ϕ_{ext} و ϕ_{int} به ترتیب بیانگر قطر داخلی و قطر خارجی می باشند.

شکل ۱- ستونهای جذب سطحی با لوله استاندارد (چپ) و لوله باریک (راست) در بخش تجزیه کننده

ستون‌های جذب سطحی با لوله استاندارد نظیر آنچه که در سمت چپ شکل ۱ نشان داده شده، ممکن است استفاده شود. هنگام استفاده از لوله استاندارد برای بخش تجزیه کننده، لازم است که لوله با حفره یکنواخت انتخاب شود و یک اتصال بدون نشت، بین جداکننده و بخش‌های تجزیه کننده ایجاد شود. کالیبراسیون لوله استاندارد غیر عملی است، بهر حال هر تغییر ۰/۵ میلی متری یا بیشتر که با کولیس معمولی اندازه گیری می شود، در قطر خارجی لوله ممکن است بعنوان یک تشخیص نامنظمی در قطر داخلی در نظر گرفته شود و چنین لوله ای نباید استفاده شود. انتهای لوله انتخاب شده برای بخش تجزیه کننده به یک لوله موئین مناسب برای ماندن ژل، وصل می شود. برای اطمینان از اینکه دو بخش شیشه ای با هم تماس دارند، انتهای دیگر را به یک بخش جداکننده با طول ۳۰ میلی متر از لوله پلی وینیلی وصل کنید. برای اطمینان از عدم نشتی و اثر شیشه به پلی وینیل با بخش تجزیه کننده، لازم است که انتهای بالایی بخش تجزیه کننده را گرم کرده و تا زمان ذوب شدن پلی وینیل، گرم کردن را ادامه دهید. سپس انتهای بالایی بخش تجزیه کننده را در اتصال پلی وینیل وارد کنید. این و اثر می تواند با حفظ اتصال پلی وینیل به بخش تجزیه کننده از طریق پیچاندن آن با سیم نرم، ساخته شود.

۲-۵ ابزار اندازه گیری نامیه^۱

نواحی با قلم شیشه ای^۲ علامتگذاری شده و فواصل با یک خط کش متریک، که بطور افقی با بخش تجزیه کننده قرار گرفته، اندازه گیری می شوند. ممکن است خط کش نزدیک به ستون محکم شده باشد. در این حالت، مناسب است هر خط کش با چهار گیره شاخص فلزی متحرک^۳ "به شکل ۱ رجوع شود" برای علامتگذاری مرزهای ناحیه و اندازه گیری طول هر ناحیه، محکم شود.

۳-۵ منبع نور ماوراء بنفش^۴، با حداکثر تابش در طول موج ۳۶۵ نانومتر.

یک ترتیب مناسب شامل یک یا دو دستگاه با طول ۹۱۵ میلی متر یا ۱۲۲۰ میلی متر که بطور عمودی در کنار دستگاه نصب شده است، می باشد. برای بدست آوردن بهترین فلوئورسانس، منبع را تنظیم کنید.

۴-۵ مرتعش کننده الکتریکی^۵، برای ارتعاش ستون‌های منفرد یا برای ارتعاش نگهدارنده ستون‌های چندتایی.

۵-۵ سرنگ زیرجلدی^۶، با ظرفیت یک میلی لیتر با درجه بندی ۰/۰۱ یا ۰/۰۲ میلی لیتر، با طول سوزن

۱۰۲ میلی متر و قطر داخلی ۰/۷ تا ۱/۲ میلی متر. سوزن‌های با شماره‌های ۱۸، ۲۰ یا ۲۲ مناسب می باشند.

1 Zone-measuring-device

3 Movable metal index clips

5 Electric vibrator

2 Glass-writing pencil

4 Ultraviolet light source

6 Hypodermic syringe

۶ مواد لازم

۱-۶ سیلیکاژل^۱، سیلیکاژل باید با ویژگی‌های جدول ۱ مطابقت داشته باشد. مساحت سطحی سیلیکاژل بر طبق استاندارد ملی شماره^۲ تعیین می شود. pH سیلیکاژل را با روش زیر اندازه گیری کنید:

۵ گرم نمونه را در یک بشر ۲۵۰ میلی لیتری ریخته، ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر اضافه کرده و با استفاده از یک همزن به مدت ۲۰ دقیقه به آرامی بهم بزنید. پس از کالیبره کردن pH متر با محلول‌های استاندارد با pH ۴ و ۷، pH سیلیکاژل را اندازه گیری کنید. پیش از استفاده، سیلیکاژل را در ظرف کم عمقی در دمای ۱۷۶ درجه سلسیوس به مدت سه ساعت خشک کنید. سیلیکاژل خشک شده را تا زمانی که گرم است به مخزن غیر قابل نفوذ نسبت به هوا انتقال داده، و آن را از رطوبت هوا محافظت کنید.

یادآوری- بعضی از سیلیکاژل‌ها که ویژگی‌های متفاوتی دارند در مرز الفین بی رنگ می شوند. دلیل کامل این پدیده مشخص نیست اما روی صحت و دقت تأثیر می گذارد.

جدول ۱- ویژگی‌های سیلیکاژل

مساحت سطح: ۴۳۰ تا ۵۳۰ مترمربع بر گرم pH محلول پنج درصد سیلیکاژل: ۵/۵ تا ۷/۰ کاهش جرم در اثر احتراق در ۹۵۵ درجه سلسیوس: ۴/۵ تا ۱۰/۰ درصد جرمی آهن به صورت Fe_2O_3 ، بر پایه خشک: حداکثر ۵۰ ppm		
توزیع اندازه ذرات		
درصد جرم	شماره الک	میکرومتر
۱۰۰	روی ۶۰	۲۵۰
حداقل ۹۵	روی ۸۰	۱۸۰
حداکثر ۱۵	روی ۱۰۰	۱۵۰
	از میان ۲۰۰	۷۵

1 Silica gel

۲-تا تدوین این استاندارد از ASTM D3663-99 استفاده شود.

۶-۲ ژل شناساگر رنگی فلئورسانس کننده^۱، یک ژل رنگی استاندارد، شامل مخلوطی از قرمز پترول^۲ AB4 دوبار کریستاله شده و بخش های خالص شده از الفین و مواد رنگی آروماتیکی که بوسیله کروماتوگرافی جذب سطحی^۳ با استفاده از روش یکنواخت و نشان دادن روی سیلیکاژل بدست آمده است. ژل رنگی باید در مکان تاریکی تحت اتمسفر نیتروژن نگهداری شود. هنگامی که نگهداری تحت این شرایط باشد، ژل رنگی می تواند حداقل به مدت پنج سال ماندگاری داشته باشد. پیشنهاد می شود که در هنگام نیاز بخش هایی از ژل رنگی به ظرف کوچکی انتقال داده شود.

۶-۳ ۲-پروپانل^۴، با خلوص ۹۹ درصد، طبق استاندارد ملی شماره^۵.

۶-۴ گاز تمت فشار^۶، هوا (یا نیتروژن) اعمال شده در بالای ستون در فشار قابل کنترل توسط فشارسنج در گستره صفر تا ۱۰۳ کیلوپاسکال.

۷ نمونه برداری

نمونه مشخصی را مطابق با استاندارد بند ۲-۱ یا ۲-۲ تهیه کنید. تا زمان انجام آزمون، نمونه را در دمای دو تا چهار درجه سلسیوس نگهداری کنید.

۸ روش آزمون

۸-۱ دستگاه را در اتاق یا فضای تاریک برای مشاهده بهتر مرز نواحی نصب کنید. برای اندازه گیری های چندتایی، یک دستگاه که شامل: منبع نور ماوراء بنفش، پایه برای نگهداشتن ستون ها، و سیستم انشعاب گاز با اتصالات کروی برای وصل شدن به تعدادی ستون است را بکار ببرید.

۸-۲ ستون را از گیره ای که شل بسته شده و دقیقاً در زیر اتصال کروی مخزن تأمین کننده قرار دارد، آزادانه آویزان کنید. هنگامی که ستون در محدوده طول خود ارتعاش می کند، مقادیر کم سیلیکاژل را با قیف شیشه ای به مخزن تأمین کننده اضافه کرده تا اینکه بخش جداکننده نیمه پر شود. ارتعاش را متوقف کرده و یک لایه سه تا پنج میلی متری ژل رنگی اضافه کنید. وسیله ارتعاش کننده را روشن کرده و ستون را همزمان با افزودن سیلیکاژل مرتعش کنید. افزودن سیلیکاژل را تا زمانی که ژل ریخته شده به ۷۵ میلی متری مخزن تأمین کننده برسد، ادامه دهید. طول ستون را با پارچه نماداری در حین ارتعاش ستون، خشک و پاک کنید. این کار کمکی برای پر کردن ستون، با از بین بردن الکتریسیته ساکن است. ستون را پس از آنکه عملیات پر کردن کامل شد به مدت چهار دقیقه ارتعاش دهید.

1 Fluorescent indicator-dyed gel

2 Petrol red AB4

3 Chromatographic adsorption

4 Propan-2-ol

۵- تا تدوین این استاندارد از ISO 756-1:1981 استفاده شود.

6 Pressurizing gas

یادآوری ۱- این استاندارد مستلزم کار کردن با مواد، دستگاه و تجهیزات خطرناک می باشد و مسائل ایمنی لازم در آن عنوان نشده است، مسئولیت رعایت مسائل ایمنی به عهده کسی است که از این استاندارد استفاده می کند، لذا لازم است آزمایشگر قبلاً مشورت کرده و کلیه نکات ایمنی و سلامتی را در حین کار رعایت کند و مقررات معین کاربرد این استاندارد را قبل از استفاده در نظر داشته باشد.

یادآوری ۲- با نصب چند ستون روی یک قالب یا پایه که به یک ارتعاش دهنده الکتریکی وصل شده اند، می توان ستون‌ها را بطور همزمان تهیه کرد.

ستون پر شده را به دستگاهی که در اتاق یا منطقه تاریک راه اندازی شده است، متصل کنید. اگر از خط کش نصب شده استفاده می شود، به منظور تنظیم شدن خط کش انتهای پایین ستون را با نوار پلاستیکی محکم کنید.

۳-۸ نمونه و سرنگ زیر جلدی را تا دمای دو تا چهار درجه سلسیوس سرد کنید. 0.3 ± 0.075 میلی لیتر از نمونه نفتی را با سرنگ بیرون کشیده و نمونه را ۳۰ میلی متر زیر سطح ژل در مخزن تأمین کننده، تزریق کنید.

۴-۸ مخزن تأمین کننده را تا اتصال کروی، با ۲-پروپانل پر کنید. ستون را به گاز وصل کرده و برای حرکت مایع در ستون، فشار گاز معادل با ۱۴ کیلوپاسکال به مدت ۲/۵ دقیقه برقرار کنید. فشار را تا ۳۴ کیلوپاسکال برای ۲/۵ دقیقه دیگر افزایش داده و سپس فشار مورد نیاز برای تحویل زمان عبور از ستون را تا حدود یکساعت تنظیم کنید. معمولاً برای نمونه‌هایی از نوع بنزین فشار ۲۸ تا ۶۹ کیلوپاسکال، و برای سوخت‌های خروجی موشک ۶۹ تا ۱۰۳ کیلوپاسکال مورد نیاز می باشند. فشار مورد نیاز بستگی به میزان فشردگی ژل و جرم ملکولی نمونه نیز خواهد داشت. زمان انتقال یک ساعت مناسب است، در هر حال در نمونه‌های با جرم ملکولی بالا ممکن است به زمان‌های انتقال طولانی تری نیاز باشد.

۵-۸ پس از قرمز شدن، الکل-آروماتیک به اندازه ۳۵۰ میلی متر در قسمت تجزیه کننده ستون وارد شده است (پیش رفته). به سرعت حدود مرزهای مربوط به سه نوع هیدروکربن را با کمک نور ماوراء بنفش علامتگذاری کرده و بوسیله خط کش، آن‌ها را بخوانید. از لمس کردن ستون در حین انجام آزمایش اجتناب کنید.

یادآوری- تماس مستقیم با نور ماوراء بنفش باعث صدمه زدن مخصوصاً به چشم ها می شود. کاربران باید تا حد امکان از تماس با آن اجتناب ورزند.

در اثر تابش نور ماوراء بنفش ستون محتوی نمونه به سه قسمت تقسیم می شود:

۱- قسمت پایینی که ناحیه وجود هیدروکربن‌های سیر شده غیر فلئورسانسی می باشد.
۲- قسمت بالای این ناحیه، وجود هیدروکربن‌های آروماتیکی را نشان می‌دهد که در مقابل نور ماوراء بنفش زرد رنگ می باشد.

۳- در قسمت بالای این ناحیه هیدروکربن‌های الفینی می باشند که در مقابل نور ماوراء بنفش آبی رنگ است و در انتهای بالایی، این حلقه قرمز رنگ یا قهوه‌ای می باشد. چنانچه در نمونه، سوخت‌هایی که در اثر عمل شکسته شدن ملکولها بوجود آمده‌اند، باشد این حلقه قرمز را غیر واضح می کند و رنگ قهوه‌ای تولید شده در طول لوله مختلف خواهد بود. ابتدا و انتهای هر ناحیه هیدروکربن را سریعاً علامتگذاری کرده و سپس بخوانید.

وقتی نمونه ۵۰ میلی متر در ستون پیش رفت، سری دوم قرائت‌ها را با علامتگذاری مناطق به ترتیب عکس آنچه در بالا شرح داده شد انجام دهید بطوری که خطاها در نواحی مرزی در حین خواندن، به حداقل برسد. اگر علامتگذاری با قلم شیشه‌ای انجام شده است، دو رنگ می تواند برای علامت هر سری اندازه گیری استفاده شود و فواصل در انتهای آزمون با بخش تجزیه کننده اندازه گیری شوند. اگر مرزها با گیره‌های شاخص علامتگذاری می شوند، اندازه گیری‌ها را ثبت کنید.

یادآوری- فشردن ناقص ژل، یا کامل نشستن هیدروکربن بوسیله ۲- پروپانل ممکن است منجر به نتایج نادرست شوند. ستون‌های باریک با حداقل طول ۵۰۰ میلی متر برای یک تجزیه رضایتبخش مورد نیاز می باشد. با ستون استاندارد این معیار طولی کاربرد ندارد چون قطر داخلی در تمام ستون‌ها یکسان نمی باشد. برای نمونه‌های حاوی بیش از ۲۰ درصد حجمی ماده با نقطه جوش بالای ۲۰۴ درجه سلسیوس، شستشو ممکن است با ۳- متیل-۱- بوتانل^۱ به جای ۲- پروپانل انجام شود.

۸-۶ فشار گاز را کاهش دهید و ستون را جدا کنید. برای برداشتن ژل استفاده شده از ستون باریک، آن را از بالا در سینک وارونه کرده و به داخل انتهای پهن قسمت بلند لوله زیر جلدی با قطر خارجی یک تا ۱/۵ میلی‌متر و زاویه ۴۵ درجه بریزید. بوسیله لوله مسی شش میلی‌متری در انتهای مخالف، لوله پلاستیکی را متصل کرده و به شیر آب وصل کنید و جریان سریع آب را عبور داده و پس از خروج کامل سیلیکاژل از ستون، آن را با استن شسته و با خلأ خشک کنید.

1 3-methyl butan-1-ol

۹ محاسبات

۱-۹ برای هر سری مشاهدات، انواع هیدروکربن را با تقریب ۰/۱ درصد حجمی با استفاده از روابط

۱ تا ۳ محاسبه کنید:

$$\% (V/V) = (L_a / L) \times 100$$

رابطه ۱: آروماتیک‌ها

$$\% (V/V) = (L_o / L) \times 100$$

رابطه ۲: الفین‌ها

$$\% (V/V) = (L_s / L) \times 100$$

رابطه ۳: هیدروکربن‌های سیرشده

که: L_a = طول ناحیه آروماتیک برحسب میلی‌متر

L_o = طول ناحیه الفین برحسب میلی‌متر

L_s = طول ناحیه هیدروکربن سیر شده برحسب میلی‌متر

L = جمع $L_s + L_o + L_a$ ، برحسب میلی‌متر

میانگین مقادیر مشخص را برای هر نوع محاسبه کرده و آن را در گزارش آزمون منظور کنید. در صورت لزوم، نتیجه را برای بزرگترین جزء طوری تنظیم کنید که جمع میانگین اجزاء ۱۰۰ درصد شود.

۲-۹ با استفاده از روابط داده شده در بند ۹-۱، غلظت‌ها را بر مبنای ترکیبات بدون اکسیژن محاسبه کنید، این محاسبات برای ترکیبات هیدروکربنی خالص صحیح می‌باشد. برای نمونه‌هایی که شامل اجزاء اکسیژن‌دار هستند "رجوع شود به یادآوری ۵"، نتایج بالا را می‌توان بر پایه کل نمونه بر اساس رابطه ۴ تصحیح کرد:

$$C' = C \times \frac{100 - B}{100}$$

رابطه ۴:

که: C' = غلظت نوع هیدروکربن (درصد حجمی) بر پایه کل نمونه

C = غلظت نوع هیدروکربن (درصد حجمی) بر پایه ترکیبات بدون اکسیژن

B = غلظت اجزاء اکسیژن‌دار (درصد حجمی) در نمونه.

۱۰ شرح نتایج آزمون

۱-۱۰ مقادیر میانگین را بعنوان درصد حجمی برای هر نوع هیدروکربن با تقریب ۰/۱ درصد حجمی

نمونه تجزیه شده، گزارش کنید.

۲-۱۰ نتایج مربوط به نمونه‌هایی که پنتان زدایی شده اند، باید برای C_6 و بخش سنگین تر نمونه

مشخص شوند. برای الفین‌ها و هیدروکربن‌های سیرشده، C_6 و بخش سبکتر نمونه می‌تواند مورد آزمون

قرار گیرد. با استفاده از این مقادیر و درصدهای بدست آمده، توزیع نوع هیدروکربن در کل نمونه را می توان محاسبه کرد.

۱۱ دقت

دقت روش که توسط بررسی های آماری نتایج آزمایشگاهی بدست می آید، به شرح ذیل بیان می شود.

۱-۱۱ تکرار پذیری

اختلاف بین نتایج آزمون پی در پی که توسط یک آزمایشگر، یک دستگاه و تحت شرایط عملیاتی و مواد آزمون یکسان، در طول آزمایش و در شرایط صحیح آزمایشی بدست آمده فقط در یک مورد از بیست مورد، از مقادیر داده شده در جدول ۲ می تواند تجاوز کند.

۲-۱۱ تمدید پذیری

اختلاف بین دو نتیجه آزمون مستقل و منفرد که توسط آزمایشگرهای مختلف در آزمایشگاه های مختلف، با مواد آزمون یکسان در طول آزمایش و در شرایط صحیح آزمایشی بدست آمده فقط در یک مورد از بیست مورد، از مقادیر داده شده در جدول ۲ می تواند بیشتر باشد.

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

الف- شماره استاندارد ملی ایران که آزمون بر اساس آن انجام می شود.

ب- نوع و مشخصات فرآورده مورد آزمون

پ- نتیجه آزمون "رجوع شود به بند ۸"

ت- هرگونه تغییر در جهت یا خلاف جهت از فرآورده ویژه

ث- تاریخ انجام آزمون.

جدول ۲- تمديدپذیری و تکرارپذیری (درصد مهمی)

تجدید پذیری	تکرار پذیری	سطح نتیجه (درصد)	
۱/۵	۰/۷	۵	آروماتیک‌ها
۲/۵	۱/۲	۱۵	
۳/۰	۱/۴	۲۵	
۳/۳	۱/۵	۳۵	
۳/۵	۱/۶	۴۵	
۳/۵	۱/۶	۵۰	
۳/۵	۱/۶	۵۵	
۳/۳	۱/۵	۶۵	
۳/۰	۱/۴	۷۵	
۲/۵	۱/۲	۸۵	
۱/۵	۰/۷	۹۶	
۰/۷	۰/۳	۹۹	
۱/۷	۰/۴	۱	
۲/۹	۰/۷	۳	
۳/۷	۰/۹	۵	
۵/۱	۱/۲	۱۰	
۶/۱	۱/۵	۱۵	
۶/۸	۱/۶	۲۰	
۷/۴	۱/۸	۲۵	
۷/۸	۱/۹	۳۰	
۸/۲	۲/۰	۳۵	
۸/۴	۲/۰	۴۰	
۸/۵	۲/۰	۴۵	
۸/۶	۲/۱	۵۰	
۸/۵	۲/۰	۵۵	
۱/۱	۰/۳	۱	هیدروکربن‌های سیر شده
۲/۴	۰/۸	۵	
۴/۰	۱/۲	۱۵	
۴/۸	۱/۵	۲۵	
۵/۳	۱/۷	۳۵	
۵/۶	۱/۷	۴۵	
۵/۶	۱/۷	۵۰	
۵/۶	۱/۷	۵۵	
۵/۳	۱/۷	۶۵	
۴/۸	۱/۵	۷۵	
۴/۶	۱/۲	۸۵	
۲/۴	۰/۳	۹۵	

