

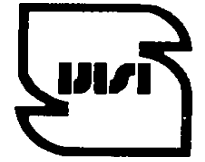


جمهوری اسلامی ایران

Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۴۰۸۱

تجدید نظر اول


ISIRI


4081


1 St- Revision


**فرآورده‌های نفتی و مواد قیری – تعیین آب به روش
تقطیر – روش آزمون**


**Petroleum products and bituminous
materials – Determination of water –
Distillation – 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](mailto:Standard@isiri.or.ir) 

بهاء: ۲۰۰۰ 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: | 2000 RLS |

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 پیشنهادها 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 و مواد قیری-تعیین آب به روش
تقطیر-روش آزمون"
«تمدیدنظر»**

رئیس

قاسمی، جهانبخش
(دکترای شیمی)

سمت یا نمایندگی

مرکز تحقیقات و مهندسی نفت کرمانشاه-هیئت
علمی دانشگاه رازی کرمانشاه

اعضاء

ایدون، پرویز
(لیسانس مهندسی شیمی)

شرکت ملی پخش فرآورده های نفتی منطقه ایلام

دارابی، ژیلا
(فوق لیسانس شیمی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان کرمانشاه

سلیم بیگی، حمزه
(فوق لیسانس مهندسی نفت)

شرکت مهندسی محیط سازان ایلام

قلعه گلاب، علی
(لیسانس مهندسی شیمی)

شرکت پالایش نفت آبادان

والیانی، حسینعلی
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

شرکت پتروسعید

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

پیش گفتار

استاندارد «فرآورده های نفتی و مواد قیری-تعیین آب به روش تقطیر-روش آزمون» نخستین بار در سال ۱۳۷۶ تهیه شد. سپس بر اساس پیشنهادهای رسیده و بررسی و تأیید کمیسیون های مربوط برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در سیصد و سی و یکمین جلسه کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۸۳/۱۲/۱۹ تصویب شد. اینک این استاندارد 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 میشود.

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 نظرخواهد شد و هرگونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استاندارد ارائه شود، در تجدید نظر بعدی مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ملی ایران باید همواره از آخرین تجدیدنظر آنها استفاده کرد. در تهیه و تجدیدنظر 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.

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

۱- استاندارد ملی ایران ۴۰۸۱ سال ۱۳۷۶: روش آزمون اندازه گیری مقدار آب در فرآورده های نفتی و مواد قیری به وسیله تقطیر

2-ISO 3733:1999 Petroleum products and bituminous materials-Determination of water-Distillation method

فرآورده های نفتی^۱ و مواد قیری^۲ - تعیین آب به روش تقطیر - روش آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد ارائه روشی برای تعیین مقدار آب تا ۲۵ درصد در فرآورده های نفتی، قیرها، قیر ذغال سنگ (قطران)^۳ و محصولات مشتق شده از این مواد، بجز امولسیونها، به روش تقطیر است. فهرست فرآورده های ویژه ای که با این روش در نظر گرفته شده اند در جدول ۳ آورده شده است.

این استاندارد ممکن است برای تعیین مقدار آب بیشتر از ۲۵ درصد نیز استفاده شود. بهرحال، داده های دقیقی در محدوده بیشتر از ۲۵ درصد بدست نمی آید. مواد فرار قابل حل در آب، در صورت حضور، به عنوان آب اندازه گیری می شوند.

یادآوری ۱- آگاهی در مورد مقدار آب فرآورده های نفتی در پالایش، خرید، فروش و انتقال محصولات مهم می باشد.

یادآوری ۲- مقدار آب تعیین شده با این روش، جهت تصحیح حجم نهانی حفظ انتقال محصول می تواند مورد استفاده قرار گیرد.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آن ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می شود. در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و/یا تجدیدنظر، اصلاحیه ها و تجدید نظرهای بعدی این مدارک مورد نظر نیست. معهذاً بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه ها 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- استاندارد ملی ایران ۴۱۸۹: سال ۱۳۷۷ - روش های نمونه برداری دستی از مواد و فرآورده های نفتی

1 Petroleum products

2 Bituminous

3 Tars

۳ اصول روش

نمونه مورد آزمون تحت بازگشت، با حلال غیر قابل امتزاج با آب حرارت داده می شود و حلال همراه با آب موجود در نمونه تقطیر می شود. حلال و آب متراکم شده، در جمع کن بطور مداوم جدا می شوند. آب در قسمت مدرج جمع کن جمع شده و حلال به بالن تقطیر برمی گردد.

۴ مواد لازم

یادآوری ۳- در این استاندارد عبارت (V/V) درصد حجمی را بیان می کند.

مطابق جدول ۳ و با توجه به نوع مواد مورد آزمون بایستی مایع حامل حلال^۱ مناسب انتخاب شود.

۱-۴ ملال آروماتیکی

حلال های آروماتیک بدون آب (حداکثر ۰/۰۲ درصد) زیر، مناسب هستند.

الف- زایلین^۲ صنعتی (مخلوط زایلین ها)

ب- مخلوطی از ۲۰ درصد حجمی تولوئن^۳ صنعتی و ۸۰ درصد حجمی زایلین صنعتی (مخلوط زایلین ها)

پ- ماده تقطیر نفتی^۴، با بازده کمتر از پنج درصد حجمی مواد تقطیری در ۱۲۵ درجه سلسیوس و بیشتر از ۲۰ درصد حجمی در ۱۶۰ درجه سلسیوس می باشد و چگالی آن کمتر از ۸۵۵ کیلوگرم بر مترمکعب در ۱۵ درجه سلسیوس نباشد.

۲-۴ ملال مقطر نفتی

یک حلال نفتی بدون آب است که پنج درصد حجمی آن بین دمای ۹۰ و ۱۰۰ درجه سلسیوس می جوشد، و ۹۰ درصد حجمی آن زیر ۲۱۰ درجه سلسیوس تقطیر می شود.

۳-۴ ملال های پارافینی^۵

حلال های پارافینی بدون آب زیر، مناسب می باشند:

الف- نفت سبک^۶ با دامنه جوش ۱۰۰ تا ۱۲۰ درجه سلسیوس.

ب- ۴،۲،۲- تری متیل پنتان^۷ (ایزواکتان) با حداقل خلوص ۹۵ درصد یا بهتر.

۵ دستگاه ها و وسایل مورد نیاز

۱-۵ کلیات

دستگاه شامل ظرف تقطیر فلزی یا شیشه ای، یک اجاق، مبرد برگشتی و جمع کن مدرج

1 Solvent-carrier liquid

2 Xylene

3 Toluene

4 Petroleum distillate

5 Paraffinic solvents

6 Light petroleum

7 2,2,4-trimethylpentane(iso-octane)

شیشه ای می باشد. ظرف تقطیر، جمع کن و مبرد بایستی به روش مناسب بهم وصل شوند بطوری که یک اتصال بدون نشت ایجاد شود. اتصالات سمباده ای برای اتصال شیشه آلات و واشرهای حلقوی برای اتصال فلز به شیشه مناسب می باشند. دستگاه ها و شیشه آلات مناسب در شکل های ۱ تا ۳ نشان داده شده و ابعاد آن ها در جدول ۱ آورده شده است. هر نوع دستگاه آزمون، در صورتی که نتایج صحیحی با بکارگیری روش های بند ۶-۲ و ۶-۳ بدست آید مناسب فرض می شود. بهر حال توصیه می شود از مبرد مستقیم با طول ۴۰۰ میلی متر استفاده شود. ظرف تقطیر و جمع کن بایستی طوری انتخاب شوند که دامنه مقادیر مواد و آب مورد انتظار را بپوشاند. اگر مقدار آب جمع شده در حدود ۲۵ میلی لیتر باشد، جمع کن ۲۵ میلی لیتری باید مورد استفاده قرار گیرد و اضافی آب برای برآورده کردن شرایط بند ۶-۲ و ۶-۳ به استوانه مدرج بریزد.

جدول ۱- الزامات اساسی برای جمع کن ها

| اندازه جمع کن، mL | ۲ | ۵ | ۱۰ | ۲۵ |
|---------------------------|--------|---------|-------------|-------------|
| گستره مقیاس، mL | ۰-۲ | ۰-۵ | ۰-۱۰ > ۱-۱۰ | ۰-۱۰ > ۱-۲۵ |
| حداقل رتبه بندی مقیاس، mL | ۰/۰۵ | ۰/۰۵ | ۰/۱ ۰/۲ | ۰/۱ ۰/۲ |
| حداکثر خطای مقیاس، mL | ۰/۰۲۵ | ۰/۰۵ | ۰/۱ ۰/۰۵ | ۰/۱ ۰/۰۵ |
| ته لوله مدرج | گرد | گرد | مخروطی | گرد |
| طول قسمت مدرج، mm | ۸۵-۱۰۵ | ۱۲۰-۱۴۰ | ۱۲۰-۱۴۰ | ۱۲۰-۱۴۰ |

۲-۵ ظرف تقطیر^۱

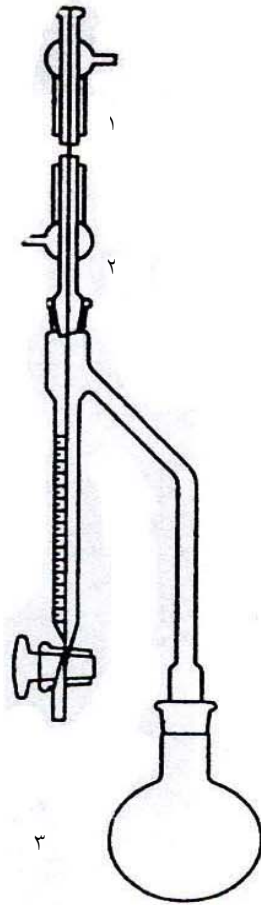
از جنس فلز یا شیشه با گردن کوتاه و یک اتصال مناسب و قابل انطباق با لوله برگشتی از جمع کن باشد. ظرف های با حجم ۵۰۰، ۱۰۰۰ و ۲۰۰۰ میلی لیتر مناسب می باشند. ظرف تقطیر فلزی باید با یک واشر مقاوم به گرما به غیر از پنبه نسوز، مجهز شود.

۳-۵ اجاق^۲

یک اجاق برقی مناسب ممکن است با ظرف تقطیر شیشه ای مورد استفاده قرار گیرد. یک اجاق همراه با همزن مغناطیسی برای جلوگیری از تبخیر شدید و ناگهانی مؤثر می باشد. ضمناً بایستی از اجاق گاز گرد با منافذی در محیط داخلی آن، برای ظرف تقطیر فلزی استفاده کرد. ابعاد اجاق گاز حلقوی باید چنان باشد که هنگام آزمون موادی که تمایل به تشکیل کف^۳ و یا مواد جامد^۴ دارند، امکان حرکت به بالا و پایین ظرف وجود داشته باشد.

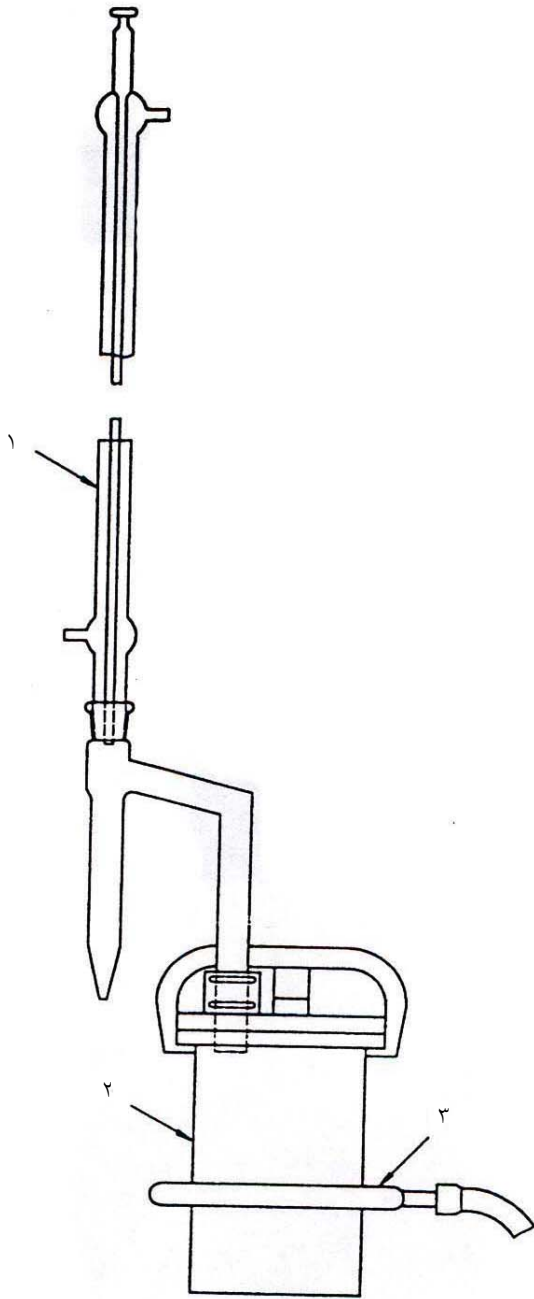
1 Still
3 Foam

2 Heater
4 Solidify



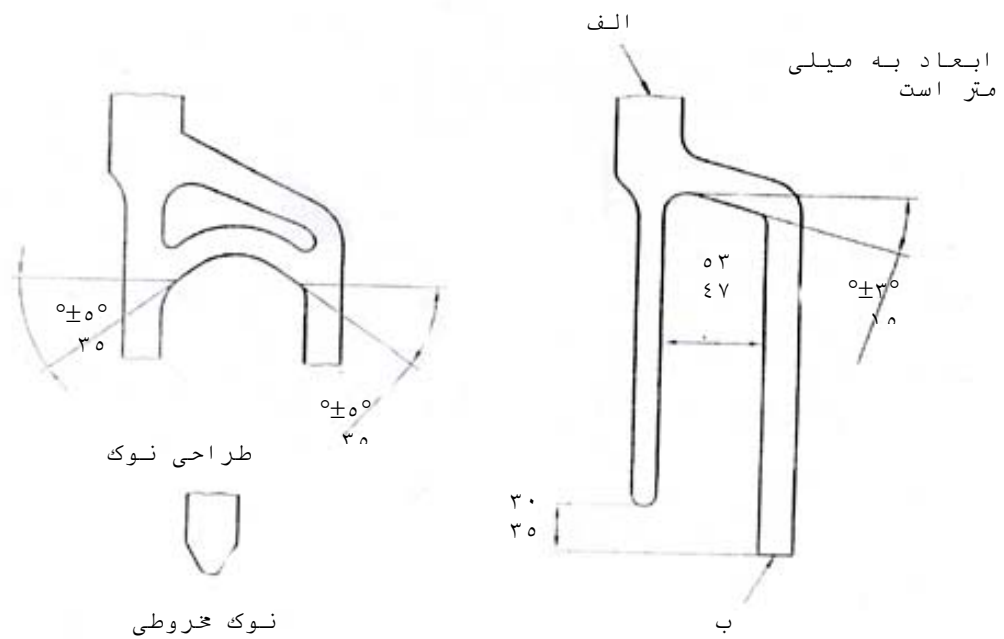
۱ میزد
۲ جمع کننده
۳ ظرف تقطیر

شکل ۱- دستگاه با ظرف تقطیر شیشه ای (دستگاه دین و استارک)



- ۱ میزد
- ۲ ظرف تقطیر
- فلزی
- ۳ اجاق حلقوی

شکل ۲- دستگاه با ظرف تقطیر فلزی



الف - انتهای بالایی:

لبه، یا اتصال شیشه ای مخروطی سنباده ای، یا اتصال شیشه ای کروی سنباده ای

ب - انتهای پایینی:

صیقلی شده با شعله، یا اتصال شیشه ای مخروطی سنباده ای، یا اتصال شیشه ای کروی سنباده ای

شکل ۳-جزئیات نمونه هایی از جمع کن

یادآوری ۱- به جز ابعادی که در جدول ۱ نشان داده شده اند بقیه برای راهنمایی می باشد.

یادآوری ۲- جمع کن های ۲۵ میلی لیتری ممکن است اگر لازم باشد با یک شیر باز و بسته کردن مجهز شوند.

۴ درستی سنجی^۱ و آزمون سلامت^۲ دستگاه

۱-۴ کلیات

پیش از استفاده اولیه، صحت جمع کن را برابر بند ۶-۲ ثابت کنید. هم چنین پیش از استفاده از دستگاه ها یک آزمون سلامت برابر بند ۶-۳ انجام دهید.

۲-۶ دستی سنجی

صحت خط های درجه بندی جمع کن را قبل از انجام آزمون با افزودن مقادیر ۰/۰۵ میلی لیتری آب مقطر از یک میکروبوورت پنج میلی لیتری یا میکروپیپت دقیق با دقت ۰/۰۱ میلی لیتر، بررسی کنید. اگر انحراف بین دو مقدار آب افزوده شده و خوانده شده بیش از ۰/۰۵ میلی لیتر بود، جمع کن را کنار گذاشته یا مجدداً آنرا کالیبره کنید.

۳-۶ آزمون بازگیری

پیش از استفاده از دستگاه برای تعیین آب، بازگیری کلی آب در دستگاه کامل را با وارد کردن ۲۵۰ تا ۱۰۰۰ میلی لیتر زایلین خشک (حداکثر آب آن ۰/۰۲ درصد باشد) مطابق با اندازه ظرف به دستگاه (ظرف ۵۰۰ تا ۲۰۰۰ میلی لیتری مشخص شده در بند ۵-۲) بررسی کرده و برابر بند ۸ پیش بروید. پس از کامل شدن، محتویات جمع کن را دور ریخته و اجازه دهید محتویات ظرف تقطیر سرد شوند، مقدار مناسبی آب مقطر را برابر جدول ۲ از یک بوورت مستقیماً به بالن تقطیر افزوده و برابر بند ۸ پیش بروید. نتایج خوانده شده باید از نظر صحت مورد بررسی قرار گیرند و نباید از حدود مجاز داده شده در جدول ۲ برای جمع کن های مدرج در اندازه های مختلف تجاوز نکند.

مقادیر به میلی لیتر می باشد

جدول ۲- حدود مجاز برای بازگیری آب

| ظرفیت جمع کن در ۲۰°C | حجم آب اضافه شده به ظرف در ۲۰°C | گستره مجاز برای آب گرفته شده در ۲۰°C |
|----------------------|---------------------------------|--------------------------------------|
| ۲ | ۱/۰۰ | ۱/۰±۰/۰۲۵ |
| ۵ | ۱/۰۰ | ۱/۰±۰/۰۲۵ |
| ۵ | ۴/۵۰ | ۴/۵±۰/۰۲۵ |
| ۱۰ | ۱/۰ | ۱±۰/۱ |
| ۱۰ | ۵/۰ | ۵±۰/۲۵ |
| ۲۵ | ۱۲/۰ | ۱۲±۰/۲۵ |

خواندن اعداد خارج از محدوده مجاز، صحیح عمل نکردن ناشی از نفوذ بخار، سریع جوشیدن، یا ورود رطوبت از خارج را نشان می دهد. این عوامل را حذف کرده و آزمون سلامت دستگاه را تکرار کنید.

۷ نمونه برداری "مجموع شود به پیوست الف"

۱-۷ کلیات

نمونه برداری شامل تمام مراحل لازم جهت بدست آوردن نمونه مشخص از محتویات هر لوله، مخزن یا مجموعه دیگر و جای دادن نمونه در ظرف نمونه گیری آزمایشگاهی می شود.

۲-۷ نمونه آزمایشگاهی

نمونه برداری باید بر اساس استاندارد ملی ایران به شماره ۴۱۸۹ سال ۱۳۷۷ (روش های نمونه برداری دستی از مواد و فرآورده های نفتی) انجام شود. اندازه نمونه مورد آزمون باید بر پایه مقدار آب مورد انتظار در نمونه باشد، بطوری که آب حاصل شده از ظرفیت جمع کن تجاوز نکند، مگر آنکه جمع کن شیردار مورد استفاده قرار گیرد که بتوان آب اضافی را در یک استوانه مدرج جمع کرد.

۳-۷ تهیه نمونه های مورد آزمون

جهت تهیه نمونه آزمایشگاهی علاوه بر آنچه که در استاندارد ملی شماره ۴۱۸۹ آورده شده، بایستی موارد زیر نیز در نظر گرفته شوند.

۱-۳-۷ نمونه های جامد که بقدر کافی شکننده هستند باید خرد شده و کاملاً مخلوط شوند. نمونه مورد آزمون بایستی از نمونه های خرد و مخلوط شده، انتخاب شود.

۲-۳-۷ نمونه های مایع باید در ظرف اولیه مخلوط شوند و در صورت لزوم قبل از مخلوط شدن، گرم شوند. زمان مخلوط کردن، سرعت (قدرت) مخلوط کردن و ارتفاع نسبت به ته ظرف بایستی برای نمونه مورد آزمون از شرایط تعیین شده در روش داده شده در پیوست الف پیروی کنند. حجم و مقدار آب نمونه نباید بالغ بر حداکثر تأیید شده در پیوست الف باشد.

یادآوری ۴- در صورت وجود هرگونه ابهام در مورد همگنی نمونه های مخلوط شده که برابر بند ۱-۳-۷ یا ۲-۳-۷ تهیه شده اند، تعیین ها باید بر پایه حجم کل نمونه باشند، اگر اندازه نمونه با آب موجود مورد انتظار تطابق دارد. در صورتی که این امر ممکن نباشد، یک تعیین بایستی دست کم روی سه نمونه مورد آزمون انجام شود. تمام نتایج باید در گزارش آزمون آورده شده و میانگین آن ها به عنوان مقدار آب در نمونه گزارش شود.

۸ روش اجرای آزمون

هشدار- این استاندارد ممکن است شامل مواد، عملیات و وسایل خطرناک باشد و همه مسایل ایمنی مربوطه را تعیین نمی کند. مسئولیت رعایت مسایل ایمنی و بهداشت به عهده کسی است که از این استاندارد استفاده می کند و باید قبل از استفاده اصول آن را مطالعه و رعایت کند.

۱-۸ نمونه را پیش از گرفتن نمونه آزمایشی برابر بند ۷-۳ همگن کنید.

۲-۸ نمونه مورد آزمون را با دقت $\pm 1\%$ اندازه گیری کرده و به ظرف تقطیر برابر بند ۳-۸ یا ۴-۸، بسته به نوع نمونه، انتقال دهید.

۳-۸ نمونه های مایع سیال را در استوانه مدرّجی با حجم مناسب اندازه گیری کنید. مواد چسبیده به استوانه را با یک قسمت ۵۰ میلی لیتری و دو قسمت ۲۵ میلی لیتری مایع حامل حلال (برابر بند ۴ و جدول ۳) بشویید. استوانه را پس از انتقال نمونه و هر بار شستشو کاملاً تخلیه کنید.

جدول ۳- نوع مایع حامل حلال در مقابل موادی که باید آزمون شوند

| نوع مایع حامل حلال | مواد |
|---------------------------------------|--|
| آروماتیک | قیر ^۱ ، قیر ذغال سنگ ^۲ ، مواد تهیه شده از قیر و قیر ذغال سنگ به غیر از امولسیون ها |
| فرآورده تقطیر نفتی | روغن راه سازی ^۳ ، سوخت سنگین، روغن روان کننده، سولفونات های نفتی |
| پارافینی | گریس های روان کننده |
| 1 Bitumen 2 Coal tar 3 Road oil | |

۴-۸ مواد جامد یا با گرانروی بالا را مستقیماً در ظرف تقطیر توزین کرده و ۱۰۰ میلی لیتر مایع حامل حلال انتخابی "رجوع شود به جدول ۳" را به آن بیفزایید. در مواردی که مقدار آب مواد مورد آزمون کم می باشد و نمونه های مورد آزمون بیشتری لازم است، ممکن است حجم مایع حامل حلال بیشتر از ۱۰۰ میلی لیتر بکار برد.

۵-۸ استفاده از همزن مغناطیسی مؤثرتر است، اما گلوله های شیشه ای یا مواد کمک جوش دیگری را نیز در صورت نیاز، برای کاهش تبخیر شدید ممکن است اضافه کرد.

۶-۸ اجزاء دستگاه را مانند شکل های ۱ و ۲ وصل کرده، جمع کن را متناسب با مقدار آب مورد انتظار نمونه انتخاب کنید، تمام اتصالات بخار و مایع را محکم کنید. اگر از ظرف تقطیر فلزی با درپوش جداشدنی استفاده می شود، یک واشر از جنس کاغذ ضخیم که با حلال مرطوب شده را بین بدنه و درپوش ظرف تقطیر قرار دهید. لوله میرد و جمع کن باید از نظر شیمیایی تمیز باشند تا از تخلیه کامل آب به انتهای جمع کن اطمینان حاصل آید. یک تویی پنبه ای غیر فشرده را در بالای میرد، برای ممانعت از نفوذ رطوبت هوا به داخل آن، قرار دهید. آب سرد را در جداره میرد به جریان بیندازید.

۷-۸ ظرف تقطیر را حرارت داده، سرعت جوشش را طوری تنظیم کنید که سرعت خارج شدن فرآورده تقطیر شده متراکم از میرد دو تا نه قطره در ثانیه باشد. در صورت استفاده از ظرف تقطیر فلزی، با اجاق حلقوی که حدود ۷۵ میلی متر بالای انتهای ظرف تقطیر قرار دارد، آنرا حرارت دهید و در حین تقطیر بتدریج آنرا پایین بیاورید. تقطیر را تا زمانی ادامه دهید تا دیگر آبی در هیچ قسمت دستگاه بجز جمع کن مشاهده نشود، و حجم آب در جمع کن به مدت پنج دقیقه ثابت بماند. اگر در لوله میرد حلقه پایداری از آب وجود دارد، با دقت جریان آب میرد را برای چند دقیقه زیاد یا قطع کنید.

۸-۸ وقتی که آب بطور کامل جدا شد، اجازه دهید که جمع کن و محتویات آن تا دمای اتاق خنک شوند. هر قطره آب چسبیده به دیواره های جمع کن را با میله شیشه ای، یا هر وسیله مناسب دیگر به سطح آب انتقال دهید. حجم آب موجود در جمع کن را با کوچکترین تقسیم بندی مقیاس بخوانید.

۹-۸ هر موقع که یک بهر جدیدی از حلال بکار برده می شود، شاهد حلال باید با قرار دادن حجم معینی از حلال که در طی اندازه گیری واقعی در ظرف تقطیر بکار می رود بیشتر شود و برابر بندهای ۸-۵ تا ۸-۸ آزمون شود.

۹ محاسبات

مقدار آب نمونه، φ برحسب درصد (حجمی/حجمی)، یا w برحسب درصد (جرمی/جرمی)، را بر اساسی که بر آن نمونه گرفته شد، نمونه از روابط یک تا سه محاسبه کنید:

$$\text{رابطه ۱: } \varphi = \frac{V_1 - V_2}{V_0} \times 100$$

$$\text{رابطه ۲: } \varphi = \frac{V_1 - V_2}{m/\rho} \times 100$$

$$\text{رابطه ۳: } w = \frac{V_1 - V_2}{m} \times 100$$

که در آن ها:

V_0 = حجم نمونه مورد آزمون برحسب میلی لیتر

V_1 = حجم آب در جمع کن برحسب میلی لیتر، وقتی که اندازه گیری روی نمونه شناخته نشده انجام می شود.

V_2 = حجم آب داخل جمع کن برحسب میلی لیتر، وقتی که اندازه گیری روی شاهد حلال انجام می شود.

m = جرم نمونه آزمون بر حسب گرم

ρ = چگالی نمونه بر حسب گرم بر میلی لیتر در ۱۵ درجه سلسیوس

چگالی آب یک گرم بر میلی لیتر در نظر گرفته شده است.

یادآوری ۵- در صورت وجود مواد فرار محلول در آب، آن ها نیز بعنوان آب اندازه گیری می شوند.

۱۰ شرح نتایج

نتایج را بعنوان مقدار آب، در صورت استفاده از جمع کن دو میلی لیتری با دقت ۰/۰۵ درصد، و اگر از جمع کن ۱۰ یا ۲۵ میلی لیتری، با ۱۰۰ میلی لیتر یا ۱۰۰ گرم نمونه استفاده شود، با دقت ۰/۱ درصد گزارش کنید.

۱۱ دقت

معیار توصیف شده در بندهای ۱۱-۱ و ۱۱-۲ در صورت استفاده از جمع کن با ظرفیت ۱۰ یا ۲۵ میلی لیتری، بایستی برای داوری پذیرش نتایج (با تقریب ۹۵ درصد) استفاده شود. دقت برای جمع کن دو میلی لیتری منظور نشده است.

۱-۱۱ تکرار پذیری^۱

اختلاف بین دو نتیجه آزمون که توسط یک آزمایشگر، یک دستگاه و تحت شرایط عملیاتی ثابت و روی مواد آزمون یکسان در طول آزمایش و در اجرای صحیح و معمول آزمایشی بدست آمده فقط در یک مورد از بیست مورد، از مقادیر داده شده در جدول ۴ می تواند بیشتر باشد.

۲-۱۱ تجدید پذیری^۲

تفاوت بین دو نتیجه آزمون مستقل و مجزا که توسط آزمایشگرهای مختلف در آزمایشگاه های متفاوت، با مواد آزمون یکسان در طول آزمایش و در شرایط اجرای صحیح و معمول آزمایشی بدست آمده فقط در یک مورد از بیست مورد، از مقادیر داده شده در جدول ۴ می تواند بیشتر باشد.

جدول ۴-دقت

مقادیر برحسب میلی لیتر می باشد

| تجدیدپذیری | تکرارپذیری | آب جمع شده |
|--|---|------------|
| ۰/۲ | ۰/۱ | ۰/۰-۱/۰ |
| ۰/۲ml یا ۰/۱۰٪ میانگین، هرکدام که بزرگتر است | ۰/۱ml یا ۰/۲٪ میانگین، هرکدام که بزرگتر است | ۱/۱-۲۵ |

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون حداقل باید شامل اطلاعات زیر باشد:

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

ب- نوع و مشخصات کامل محصول مورد آزمون.

پ- نتیجه آزمون "طبق بند ۱۰".

ت- هرگونه تغییر در جهت یا خلاف جهت روش اجرای تعیین شده.

ث- تاریخ انجام آزمون.

پیوست الف

(الزامی)

تهیه نمونه

الف-۱ کلیات

الف-۱-۱ روش تهیه و جابجایی نمونه ها بین نقطه ای که در آن استخراج یا گرفته می شوند و میز آزمایش آزمایشگاه یا نگهداری نمونه باید طوری باشد که ماهیت و سلامت نمونه حفظ شود.

الف-۱-۲ روش تهیه و جابجایی بستگی به منظوری دارد که نمونه برای آن گرفته شده است. روش اجرای تجزیه آزمایشگاهی که بکار گرفته می شود اغلب نیاز به روش خاص جابجایی و آماده سازی دارد که باید همراه آن باشد. به همین دلیل روش های مناسبی برای آزمون بکار ببرید که هرگونه مقدمات لازم برای تهیه و جابجایی نمونه به شخصی که نمونه را بر می دارد، بدهد. اگر روش اجرای تجزیه ای که باید بکار رود در تضاد با نیازمندی هاست، نمونه های مجزایی بردارید و برای هر نمونه روش مطلوبی اجرا کنید.

الف-۱-۳ به منظور تهیه نمونه ها، موارد زیر را در نظر داشته باشید:

الف-مایعات دارای مواد فرار، ممکن است با عمل تبخیر مقداری از آن از دست برود.

ب-مایعات دارای آب و/یا رسوب، چون جداسازی در ظرف نمونه میل اتفاق افتادن دارد.

پ-مایعات با قابلیت رسوب واکس^۱، چون اگر دمای مناسب ایجاد نشود، رسوب تشکیل می شود.

الف-۱-۴ هنگام ساخت نمونه های چند سازه ای، دقت زیادی باید بکار رود که مواد سبک انتهایی مایعات فرار، از دست نرود و آب و رسوب موجود تغییر نکنند. در عمل این کار دشوار است و تا حد امکان باید از آن جلوگیری کرد.

الف-۱-۵ نمونه های مایعات فرار را به ظروف دیگر در محل نمونه برداری منتقل نکنید اما آن ها را در همان ظرف نمونه اولیه سرد و در صورت لزوم به آزمایشگاه منتقل کنید. در موردی که نمونه هم دارای اجزاء فرار و هم آب آزاد باشد دقت زیادی لازم است.

الف-۲ همگن سازی نمونه ها

الف-۲-۱ مقدمه

روش های اجرایی برای همگن سازی نمونه هایی که دارای آب و رسوب هستند یا به عبارت دیگر همشکل نیستند تعیین شده است که پیش از انتقال آن ها از ظرف نمونه به ظروف کوچکتر یا به دستگاه آزمون آزمایشگاهی، قابل اجرا هستند. روش های اجرایی برای تأیید این که نمونه بطور رضایتبخشی قبل از انتقال مخلوط شده است، در بند الف-۳ آورده شده است.

هم زدن دستی نمونه های کوچک مایعات دارای آب و رسوب ممکن نیست تا بطور کافی آب و رسوب در نمونه پخش شوند و نیاز به مخلوط کردن مکانیکی یا هیدرولیکی می باشد تا نمونه را پیش از انتقال با نمونه گیری فرعی همگن کند. ممکن است به روش های مختلفی همگن سازی انجام گیرد. هر روشی بکار گرفته شود، توصیه می شود که سیستم همگن سازی قطرات آب کمتر از $50\mu m$ اما نه کمتر از $1\mu m$ تولید کند. قطرات آب کمتر از $1\mu m$ امولسیون پایداری تشکیل می دهند و مقدار آب توسط روش های سانتریفوژی نمی تواند تعیین شود.

الف-۲-۲ همگن سازی بوسیله مخلوط کن مکانیکی با قدرت برشی بالا^۱

مخلوط کن مکانیکی را در ظرف نمونه قرار دهید بطوری که پره های آن به ۳۰ میلی متری ته ظرف برسد. مخلوط کنی با پره های چرخان متقابل که بطور تقریبی در حدود ۳۰۰۰ دور در دقیقه کار می کند معمولاً مناسب است. دستگاه های دیگر در صورتی که کارایی آن ها مطلوب باشد، ممکن است استفاده شود. دمای نمونه را پیش از مخلوط کردن یادداشت کنید. به منظور به حداقل رساندن از دست رفتن برش های سبک^۲ نفت خام یا نمونه های دیگر دارای ترکیبات فرار، همزن را با یک کلاهک در انتهای ظرف نمونه بکار ببرید و نمونه را تا زمانی که کاملاً همگن شود، مخلوط کنید.

یادآوری ۴- گاهی زمان مخلوط کردن پنج دقیقه ای کافی می باشد، اما اندازه ظرف و ماهیت نمونه در زمان همگن سازی مؤثر است.

دمای نمونه را بلافاصله پس از مخلوط کردن یادداشت کنید. اگر افزایش دما در حین مخلوط کردن بیش از ۱۰ درجه سلسیوس می باشد، نمونه را سرد کرده و مخلوط کردن را با انرژی کمتری تکرار کنید.

یادآوری ۷- افزایش بیش از ۱۰ درجه سلسیوس ممکن است باعث کاهش ویسکوزیته کافی برای رسوب دهی شود.

مطمئن شوید که نمونه کاملاً همگن می باشد "رجوع شود به بند الف-۳".

1 High-shear mechanical mixer

2 Light ends

یادآوری ۸- مخلوط کن های با قدرت برشی بالا اغلب امولسیون های پایداری تشکیل می دهند و مقادیر آب موجود بعد از هم زدن به روش سانتریفوژ قابل اندازه گیری نیست.

الف-۲-۳ دوران با مخلوط کن خارجی^۱

محتویات را بطور بیرونی با استفاده از پمپ کوچکی از طریق یک مخلوط کن ثابت که در دهانه یک لوله کوچک نصب شده است، بچرخانید. برای مخازن قابل حمل، از یک اتصال سریع جدا شونده استفاده کنید. توصیه های اجرایی سازنده را دنبال کنید. از سرعت جریان دوران مناسب برای به گردش درآوردن محتویات به مدت حداقل یکبار در دقیقه استفاده کنید.

یادآوری ۹- زمان مخلوط کردن معمولاً ۱۵ دقیقه می باشد، اما این مدت بر اساس مقدار آب، نوع هیدروکربن و طراح سیستم فرق می کند.

وقتی که کل نمونه کاملاً مخلوط شد، مقدار مورد نیاز نمونه را در حالی که پمپ روشن است، از طریق شیری که در خط دوران است بردارید. سپس ظرف را خالی کرده و تمام مجموعه را با پمپ کردن حلال تمیز کنید تا زمانی که تمام باقیمانده های هیدروکربن حذف شوند.

الف-۳ بررسی زمان مخلوط کردن

الف-۳-۱ اگر نمونه پس از مخلوط کردن همگن و پایدار بماند (بعنوان مثال، اجزایی که کاملاً با هم ممزوج می شوند مانند افزودنی های روان کننده) مخلوط شده باشد، عمل مخلوط کردن را تا زمانی که نمونه های قابل قبول از قسمت عمده و اصلی نمونه، نتایج یکسانی بدهند ادامه دهید، این عمل حداقل زمان مخلوط کردن را ثبت می کند.

یادآوری ۱۰- به محض اینکه نمونه بعد از این زمان همگن شد و به همین حالت باقی ماند، انتقال از محتوای اصلی بدون مخلوط کردن بیشتر، انجام می شود.

الف-۳-۲ اگر نمونه بیش از یک مدت زمان کوتاه پس از مخلوط کردن بصورت همگن باقی نمی ماند (مثلاً اگر آب و رسوب، قسمتی از مخلوط باشند) از روش ویژه ای که در بند الف-۳-۳ شرح داده شده، برای بررسی مخلوط شدن استفاده کنید.

یادآوری ۱۱- در صورت لزوم با توجه به ویژگی های هیدروکربن، نمونه را به نمونه های فرعی، ضمن اینکه مخلوط کردن هنوز ادامه دارد، تقسیم کنید.

1 External mixer

الف-۳-۳ مطمئن شوید که نمونه خارج شده در حدود سه چهارم ظرف را پر می کند و در مدت زمان مشخصی نمونه همگن می شود. این مراحل باید ثبت شوند. در طی این مدت، قسمت های کوچک را در فواصل منظم خارج کنید و فوراً با یک روش استاندارد مقدار آب را آزمایش کنید "طبق بند الف-۳-۴". وقتی نتایج آزمون مطابقت داشت، مقدار بدست آمده را به عنوان مقدار آب شاهد یادداشت کنید. با دقت مقدار اندازه گیری شده ای آب را که بین یک و دو درصد می باشد، اضافه کرده و در همان مدت زمانی که برای شاهد صرف شد، همگن کرده و نمونه ها را مانند قبل بردارید. اگر بین مقدار آب موجود تعیین شده، که به عنوان آب شاهد در نظر گرفته می شود و مقدار آب افزوده شده توافق خوبی برقرار بود، با افزودن بیشتر آب (با دقت) باز هم بین یک و دو درصد، کار را تکرار کنید. اگر نتایج مطابقت خوبی داشتند، پس زمان مخلوط کردن، کافی می باشد.

در صورتی که نتایج با هم همخوانی خوبی نداشتند (در طی تکرار روش)، آن ها را حذف کرده و روش را مجدداً شروع کنید و مدت مخلوط کردن را طولانی تر کنید.

الف-۳-۴ مقدار آب را با روش سانتیفریژ برای تأیید سیستم مخلوط کردن، تعیین نکنید، همانگونه که این روش مقدار آب کل را تعیین نمی کند.

الف-۴ انتقال نمونه ها

الف-۴-۱ اگر ظرف نمونه قابل حمل نیست یا اگر انتقال مستقیم نمونه ها از ظرف به دستگاه آزمایشگاه مشکل است، یک نمونه مشخص را به یک ظرف قابل حمل برای انتقال به آزمایشگاه، منتقل کنید.

الف-۴-۲ در هر مرحله از انتقال نمونه، لازم است که محتویات ظرفی را که از آن نمونه گرفته می شود، با بکارگیری یکی از روش های آورده شده در بند الف-۲ همگن شود.

الف-۴-۳ زمان مخلوط کردن برای هر ترکیب ظرف و مخلوط کن را طبق یکی از روش های بند الف-۳ بررسی کنید.

الف-۴-۴ هر انتقال نمونه را در مدتی که مخلوط همگن و پایدار می شود، کامل کنید. این مدت زمان کوتاه است، بیشتر از ۲۰ دقیقه برای کامل کردن هر انتقال وقت نگذارید.

