



جمهوری اسلامی ایران

Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۸۱۳۹

چاپ اول

مهر ۱۳۸۴

ISIRI

8139

1 St- Edition

OCT. 2005

نفت خام - تعیین آب به روش تقطیر - روش آزمون

Crude petroleum - 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
 بهاء: ۱۸۷۵ 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:	1875 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 مطابقت 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 آنها 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 "نفت خام- تعیین آب به روش تقطیر- روش آزمون"

رئیس

سمت یا نمایندگی

قاسمی، جهانبخش
(دکترای شیمی)

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، ژیللا
(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

فهرست افراد شرکت کننده در سیمینار و سی و یکمین اجلاس کمیته ملی شیمیایی و پلیمر مورخ ۸۳/۱۲/۱۹

<u>رئیس</u>	<u>سمت یا نمایندگی</u>
کامکار، اردشیر (دکترای شیمی)	مشاور موسسه
<u>اعضاء</u>	
احمدی، جعفر (فوق لیسانس مهندسی شیمی)	دانشگاه تهران
اکبری حقیقی، کریم (لیسانس شیمی)	موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
امینیان، وحید (فوق لیسانس شیمی)	موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
بلوری، فریده (لیسانس شیمی)	وزارت صنایع و معادن
حافظ امینی، طاهر (لیسانس شیمی)	مرکز تحقیقات وزارت کار و امور اجتماعی
دارابی، ژیلدا (فوق لیسانس شیمی)	اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان کرمانشاه
ذاکری، علیرضا (لیسانس شیمی)	شرکت نفت تهران
ملازوند، زهره (فوق لیسانس شیمی)	موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
قاسمی، جهانبخش (دکترای شیمی)	مرکز تحقیقات و مهندسی نفت کرمانشاه- دانشگاه رازی کرمانشاه
قنبریان، مرضیه (فوق لیسانس شیمی)	اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان ایلام
مهلری، آذر (دیپلم)	موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
<u>دبیر</u>	
فتحی رشتی، ام البنین (لیسانس شیمی)	موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

پیش گفتار

استاندارد «نفت خام-تعیین آب به روش تقطیر-روشن آزمون» که توسط کمیسیون فنی مربوطه تهیه و تدوین شده و در سیصد و سی و یکمین کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۸۳/۱۲/۱۹ مورد تأیید 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 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 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 9029:1990 Crude petroleum-Determination of water-Distillation method

نفت خام^۱ - تعیین آب به روش تقطیر - روش آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین آب در نفت خام به روش تقطیر می باشد. داده های دقیق، فقط برای مقادیر آب بالای یک درصد حجمی به دست می آید.

۲ مراجع الزامی

مذاکر 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 مذاکر مورد نظر نیست. معهذا بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه ها و تجدید نظرهای مذاکر الزامی زیر را مورد بررسی قرار دهند. در مورد مراجع بدون تاریخ چاپ و/یا تجدیدنظر، آخرین چاپ و/یا تجدیدنظر آن مذاکر الزامی ارجاع داده شده مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

۱- استاندارد ملی ایران ۵۱۸۹: سال ۱۳۷۷ - روش های نمونه برداری دستی از مواد و فرآورده های نفتی

۳ اهمیت

دانستن مقدار آب نفت خام در پالایش، خرید، فروش و انتقال فرآورده های نفتی مهم است. مقدار آب تعیین شده با این روش، جهت تصحیح حجم نهائی در حفظ انتقال محصول، می تواند مورد استفاده قرار گیرد.

۴ اصول روش

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

1 Crude petroleum

۵ دستگاه ها و وسایل مورد نیاز

علاوه بر وسایل و دستگاه های معمول آزمایشگاهی از وسایل زیر نیز استفاده می شود.

۱-۵ کلیات

در شکل یک، دستگاه معرفی شده (موردنظر) نشان داده شده است که شامل ظرف تقطیر شیشه ای، مبرد برگشتی، جمع کن مدرج شیشه ای و اجاق می باشد. انواع دیگری از دستگاه نیز ممکن است برای اجرای این روش آزمون استفاده شوند که دقت آن ها باید مدنظر قرار گیرد.

۲-۵ ظرف تقطیر^۱

ظرف تقطیر شیشه ای ته گرد با ظرفیت ۱۰۰۰ میلی لیتر که دارای اتصالات مناسب و قابل انطباق با لوله برگشتی از جمع کن باشد.

۳-۵ جمع کن^۲

جمع کن مدرج شیشه ای با ظرفیت پنج میلی لیتر و درجه بندی ۰/۰۵ میلی لیتر با در شیشه ای.

۴-۵ مبرد^۳

جمع کن "بند ۳-۵" مورد استفاده باید با مبرد ۴۰۰ میلی متری متناسب باشد.

۵-۵ لوله خشک کننده^۴

لوله خشک کننده با ماده جاذب رطوبت پر و در بالای مبرد قرار می گیرد.

یادآوری - این لوله از ورود رطوبت هوا جلوگیری می کند.

۶-۵ اجاق^۵

اجاق گازی یا برقی که بطور همگن گرما را به قسمت انتهایی بالن منتقل کند. از نظر ایمنی اجاق برقی پوشش دار^۶ ترجیح داده می شود.

۷-۵ اهنشانه^۷

برای شستن لوله داخلی مبرد "طبق بند ۵-۴" همانطور که در شکل دو نشان داده شده است.

۸-۵ میخ^۸

از جنس برنج یا مفرغ، یا خراشنده^۹ از جنس فولاد با نوک PTFE^{۱۰} باشد، این مورد در شکل دو نشان داده شده است.

1 Distillation flask

3 Condenser

5 Heater

7 Jet-spray tube

9 Scraper

2 Trap

4 Drying tube

6 Mantle

8 Pick

10 Polytetrafluoroethylene

[illegible]

Y

۵-۹ کالیبره کردن دستگاه

دستگاه بایستی برابر بند ۷ کالیبره و بازسنجی شود و مقادیر خوانده شده در گستره رواداری های مشخص شده باشند.

۶ مواد لازم

فقط از موادی که دارای درجه خلوص تجزیه ای باشند بایستی استفاده کرد.

۱-۶ ملال

حلال مورد استفاده زایلین^۱ (ISO5280) است، مقدار آب زایلین با روش آزمون شاهد "طبق بند ۶-۱"، تعیین می شود.

۷ کالیبراسیون و آزمون بازیابی

۱-۷ کلیات

پیش از استفاده اولیه، جمع کن "طبق بند ۵-۳" را برابر بند ۷-۲ کالیبره کرده و پیش از انجام هر آزمونی، دستگاه ها را برابر بند ۷-۳ بررسی و بازسنجی کنید.

۲-۷ کالیبراسیون جمع کن

پیش از شروع کار برای بررسی درستی خط های درجه بندی جمع کن "طبق بند ۵-۳"، با استفاده از بورت دقیق پنج میلی لیتری یا ریزپیت با دقت 0.01 میلی لیتر، مقادیر 0.05 میلی لیتر آب مقطر به جمع کن اضافه کنید. اگر انحراف بین دو مقدار آب افزوده و خوانده شده بیش از 0.05 میلی لیتر بود، جمع کن را کنار گذاشته یا مجدداً آن را کالیبره کنید.

۳-۷ آزمون بازیابی

با ریختن 400 میلی لیتر زایلین "طبق بند ۶-۱" خشک (حداکثر آب موجود 0.02 درصد) در دستگاه و انجام مطابق بند ۹، بازیابی نهایی آب را در دستگاه مورد بررسی قرار دهید. پس از اتمام این مرحله، مقادیر جمع شده در جمع کن "طبق بند ۵-۳" را دور بریزید و با بورت یا میکرو پیت مستقیماً به بالن تقطیر "طبق بند ۵-۲"، 1.01 ± 0.01 میلی لیتر آب مقطر افزوده و برابر بند ۹ پیش بروید. این روش اجرایی را دوباره تکرار کنید، اما در این مرحله 4.50 ± 0.01 میلی لیتر آب مقطر به زایلین داخل بالن تقطیر بیفزایید. عملکرد دستگاه هنگامی رضایتبخش است که مقادیر خوانده شده از جمع کن با گستره رواداری های مشخص شده در جدول ۱ منطبق باشد.

1 Xylene

2 Recovery test

جدول ۱- گستره بازیابی آب (حدود مجاز به میلی لیتر)

حداکثر ظرفیت جمع کن در ۲۰ درجه سلسیوس (mL)	حجم آب افزوده در ۲۰ درجه سلسیوس (mL)	گستره مجاز برای آب بازیابی شده در ۲۰ درجه سلسیوس (mL)
۵/۰۰	۱/۰۰	$1/00 \pm 0/025$
۵/۰۰	۴/۵۰	$4/50 \pm 0/025$

۴-۷ عملکرد ناقص^۱

بدست آمدن مقادیری اعداد خارج از گستره های مشخص، میتواند در نتیجه صحیح عمل نکردن ناشی از نفوذ بخار، جوشش سریع، دقیق نبودن درجه های جمع کن و یا ورود رطوبت از خارج باشد. اگر یک چنین ورودی را بتوانید تشخیص دهید، آن را برطرف کرده و آزمون بازیافت مشروح در بند ۳-۷ را تکرار کنید.

۸ نمونه برداری "رجوع شود به پیوست الف"

۱-۸ کلیات

نمونه برداری شامل تمام مراحل لازم جهت برداشتن مقداری نمونه از محتویات هر لوله، مخزن یا مجموعه های دیگر و قرار دادن نمونه در ظرف نمونه گیری آزمایشگاهی می شود.

۲-۸ نمونه آزمایشگاهی

نمونه برداری باید براساس استاندارد ملی ایران به شماره ۴۱۸۹ سال ۱۳۷۷ انجام شود.

۳-۸ آماده سازی آزمون^۲ ها

جهت آماده سازی نمونه آزمایشگاهی علاوه بر آنچه که در بند ۲-۸ مطرح شد، بایستی موارد زیر نیز در نظر گرفته شوند.

۱-۳-۸ مقدار نمونه مورد آزمون باید برابر جدول ۲ انتخاب شود و بر اساس مقدار آب مورد انتظار در نمونه باشد.

اگر تردیدی در مورد همگنی نمونه مخلوط شده وجود دارد و در صورتی که مقدار نمونه با آب مورد انتظار مطابقت داشته باشد، اندازه گیری ها باید روی کل حجم نمونه انجام شوند "رجوع شود به جدول دو".

اگر این امر ممکن نبوده، اندازه گیری باید دست کم سه نمونه مورد آزمون را در برگیرد. تمام نتایج را در گزارش آزمون منظور کنید و متوسط آن ها را به عنوان مقدار آب نمونه ثبت و گزارش کنید.

۸-۳-۲ برای تعیین آب بر پایه حجمی، مایعات سیال را در استوانه ای که ظرفیت آن مساوی با مقدار نمونه مورد آزمون انتخاب شده در بند ۸-۳-۱ است، اندازه بگیرید. دقت کنید جهت جلوگیری از تشکیل حباب هوا، نمونه به آرامی داخل استوانه مدرج ریخته شود، سپس تا جایی که امکان دارد سطح آنرا با درجه بندی تراز کنید. با دقت، محتویات استوانه را داخل ظرف تقطیر "طبق بند ۵-۲" ریخته و استوانه را با حجم مشخصی از زایلین که متناسب با اندازه آن است، در پنج مرحله بشوید و هر بار آن را به ظرف تقطیر بفرزاید. به منظور انتقال کامل نمونه مورد آزمون استوانه را کاملاً خالی کنید.

۸-۳-۳ برای تعیین آب بر پایه جرمی، نمونه مورد آزمون را وزن کرده "طبق بند ۸-۳-۱"، مستقیماً داخل ظرف تقطیر بریزید. در صورت لزوم از ظرف انتقال مانند بشر و یا استوانه استفاده کرده و این ظرف را همانگونه که در بند ۸-۳-۲ آورده شد در پنج مرحله با زایلین بشوید و هر بار حلال شستشو را به ظرف تقطیر اضافه کرده و سپس جرم نمونه مورد آزمون را محاسبه کنید.

جدول ۲-اندازه نمونه مورد آزمون

مقدار آب مورد انتظار برحسب درصد جرمی یا حجمی	اندازه تقریبی نمونه مورد آزمون برحسب گرم یا میلی لیتر
۵۰/۱-۱۰۰/۰	۵
۲۵/۱-۵۰/۰	۱۰
۱۰/۱-۲۵/۰	۲۰
۵/۱-۱۰/۰	۵۰
۱/۱-۵/۰	۱۰۰
۰/۵-۱/۰	۲۰۰
کمتر از ۰/۵	۲۰۰

۹ روش اجرای آزمون "رجوع شود به پیوست الف"

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.

۹-۱ قطرات آب چسبیده به سطوح دستگاه می تواند روی دقت این استاندارد تأثیر بگذارد، یعنی درون جمع کن وارد نشده و اندازه گیری نمی شوند. برای به حداقل رساندن این مشکل، تمام دستگاه را در با استفاده از مواد شیمیایی، دست کم هر روز تمیز کنید تا لایه های سطحی و باقیمانده هایی که مانع از گذر آزاد آب در دستگاه آزمون می شوند، حذف شوند. در صورتی که طبیعت نمونه های مورد آزمون سبب آلودگی مداوم دستگاه مورد آزمون شود، مواد تمیز کردن بیشتری توصیه می شود.

۹-۲ برای تعیین آب بر پایه حجمی، آنچه در بند ۸-۳-۲ شرح داده شده است اجرا کنید. بقدر کافی زایلین به ظرف بیفزایید تا حجم کل به ۴۰۰ میلی لیتر برسد.

۹-۲-۱ برای تعیین آب بر پایه جرمی، آنچه در بند ۸-۳-۳ شرح داده شده است اجرا کنید و بقدر کافی زایلین به ظرف بیفزایید تا حجم کل به ۴۰۰ میلی لیتر برسد.

۹-۲-۲ برای کاهش تبخیر ناگهانی توصیه می شود از همزن مغناطیسی استفاده شود. ضمناً استفاده از گنوله های شیشه ای (سنگ جوش) اگر چه تأثیر کمتری دارند، مفید می باشد.

۹-۳ اجزاء دستگاه را برابر شکل ۱ سوار کنید و مطمئن شوید تمام اتصالات در برابر نشت بخار و مایع محکم شده اند. لازم به یادآوری است که اتصالات شیشه ای نباید گریسکاری شوند. آب ۲۰ تا ۲۵ درجه سلسیوس را در میان جداره مبرد "طبق بند ۵-۴" به جریان بیندازید.

۹-۴ ظرف تقطیر "طبق بند ۵-۲" را حرارت دهید. نوع نفت خام مورد آزمون می تواند مشخصات جوشش مخلوط حلال/نفت خام را تغییر دهد. در طی مراحل اولیه تقطیر عمل حرارت دادن را به آرامی انجام دهید (تقریباً نیم الی یک ساعت) تا مانع از تبخیر ناگهانی و از دست رفتن آب از سیستم شود (مایع تغلیظ شده نباید بالاتر از سه چهارم فاصله لوله داخلی مبرد پیش برود، (نقطه A در شکل یک)، برای تسهیل در شستشوی مبرد، مایع سرد شده تا حد امکان نزدیک به خروجی مبرد باشد). بعد از حرارت اولیه، سرعت جوشش را طوری تنظیم کنید که مایع سرد شده بیشتر از سه چهارم لوله داخلی مبرد بالا نرود. با سرعت تقریبی دو تا پنج قطره در ثانیه، حاصل تقطیر را در جمع کن "طبق بند ۵-۳"، جمع آوری کنید و عمل تقطیر را تا زمانی ادامه دهید که در هیچ قسمت دستگاه به جزء جمع کن، مطلقاً آبی دیده نشود و حجم آب در جمع کن به مدت پنج دقیقه ثابت بماند.

اگر مانعی در جمع شدن قطرات آب در لوله داخلی مبرد وجود دارد، با زایلین آنرا بشوید (لوله سریع شور یا ابزار معادل پیشنهاد می شود). لازم است که به منظور جلوگیری از پرش، حرارت را حداقل ۱۵ دقیقه پیش از عمل شستشو قطع کنید.

اضافه کردن یک شککننده امولسیون قابل حل در روغن به غلظت 1000 ppm به زایلین به هدایت کردن قطرات آب بهم پیوسته کمک می کند. پس از شستشو، با حرارت ملایم جهت جلوگیری از تبخیر ناگهانی، عملیات تقطیر را دست کم به مدت پنج دقیقه انجام دهید.

این روش اجرایی را تا زمانی که هیچ آبی در میرد نباشد، و حجم آب در جمع کن به مدت پنج دقیقه ثابت بماند، ادامه دهید. اگر این روش نمی تواند آب را هدایت کند، از یک میخ یا خراشنده $PTFE$ "طبق بند ۵-۸" یا هر وسیله مناسب دیگر استفاده کرده تا سبب رفتن آب به سمت جمع کن شود.

۵-۹ وقتی که آب بطور کامل انتقال یافت، اجازه دهید که جمع کن و محتویات آن تا دمای اتاق سرد شود. تمام قطرات آب را که به اطراف جمع کن چسبیده، با یک میله شیشه ای یا هر وسیله مناسب دیگر به سطح آب هدایت کنید. حجم آب داخل جمع کن را یادداشت کنید. درجه بندی جمع کن 0.05 میلی لیتر است، اما حجم آب را با دقت 0.25 میلی لیتر تخمین بزنید.

۶-۹ برای نمونه شاهد، 40 میلی لیتر حلال را در ظرف تقطیر ریخته و مراحل ۹-۱ تا ۹-۵ را انجام دهید.

۱۰ شرح نتایج

مقدار آب موجود در نمونه را با استفاده از رابطه های یک تا سه محاسبه کنید:

$$\% (V/V) = \frac{V_T - V_0}{V_1} \times 100 \quad \text{رابطه ۱}$$

$$\% (V/V) = \frac{V_T - V_0}{m/\rho} \times 100 \quad \text{رابطه ۲}$$

$$\% (m/m) = \frac{V_T - V_0}{m} \times 100 \quad \text{رابطه ۳}$$

که در آن ها: V_0 = حجم آب در جمع کن هنگام اندازه گیری شاهد حلال بر حسب میلی لیتر (با دقت 0.25 میلی لیتر گرد شود)

V_1 = حجم نمونه مورد آزمون بر حسب میلی لیتر

V_T = حجم آب داخل جمع کن بر حسب میلی لیتر (با دقت 0.25 گرد شود)

m = جرم نمونه مورد آزمون بر حسب گرم

ρ = چگالی نمونه بر حسب گرم بر میلی لیتر

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

در صورت وجود مواد فرار محلول در آب، ممکن است آن ها به عنوان آب اندازه گیری شوند. نتایج را همانند مقدار آب موجود که با دقت 0.25 درصد گرد شده است، گزارش کنید.

۱۱ دقت

دقت روش که بر اساس بررسی های آماری نتایج درون آزمایشگاهی بدست می آید، در دامنه ۰/۰۱ تا یک درصد بصورت زیر بیان می شود.

۱۱-۱ تکرار پذیری^۱

اختلاف بین نتایج آزمون پی در پی 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 زیر می تواند بیشتر باشد:
از صفر تا ۰/۱ درصد حجمی آب، به شکل ۳ رجوع شود.
از ۰/۱ تا یک درصد حجمی آب برابر با ۰/۰۸ درصد حجمی می باشد.

۱۱-۲ تکرارپذیری^۲

تفاوت بین دو نتیجه آزمون مستقل و تک که توسط آزمایشگرهای متفاوت در آزمایشگاه های مختلف، 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 زیر می تواند بیشتر باشد:
از صفر تا ۰/۱ درصد حجمی آب، به شکل ۳ رجوع شود.
از ۰/۱ تا یک درصد حجمی آب برابر با ۰/۱۱ درصد حجمی می باشد.

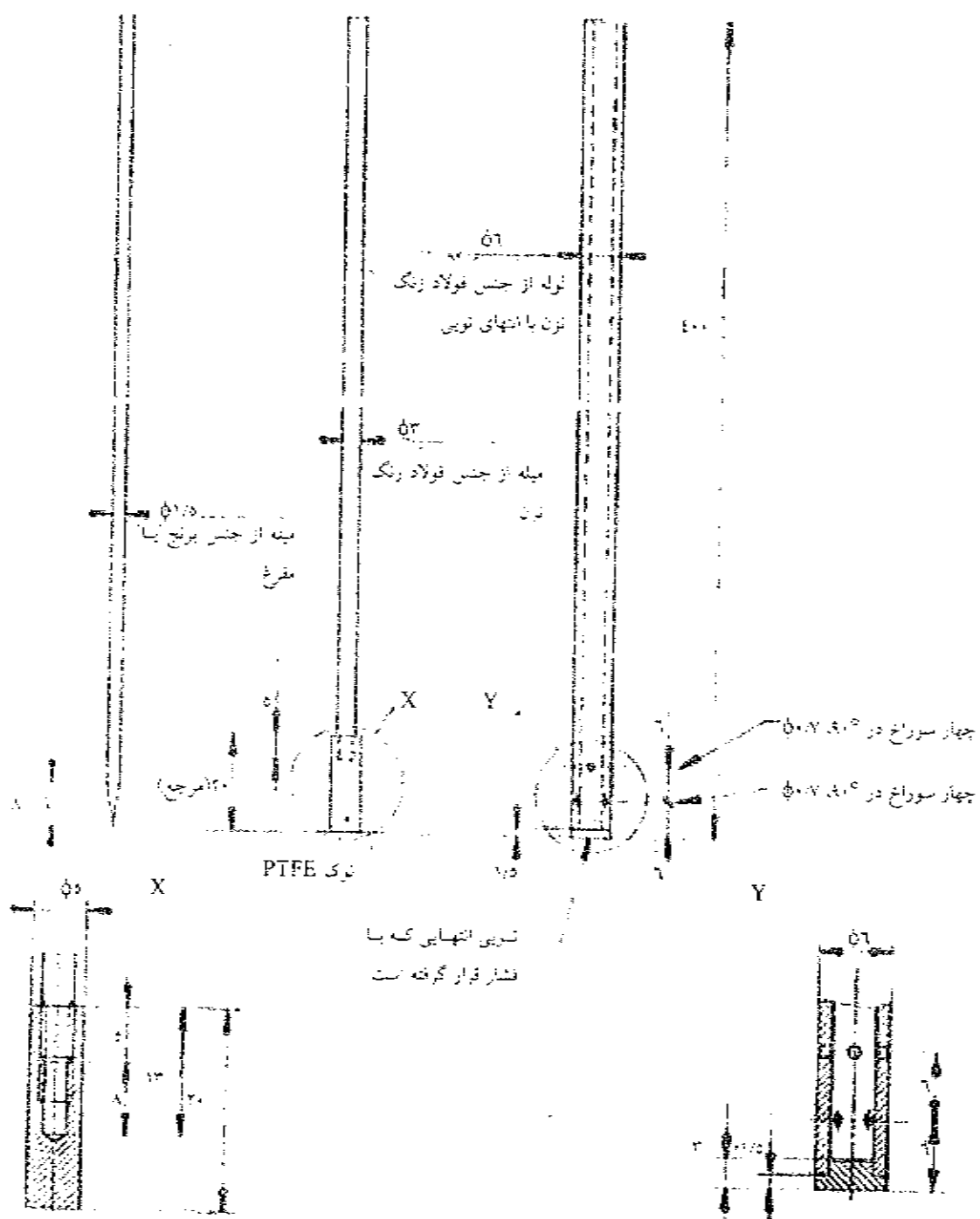
۱۲ گزارش آزمون

- گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:
- الف- تمام شرح لازم برای مشخص کردن فرآورده آزمایش شده.
 - ب- شماره استاندارد ملی ایران که آزمون بر اساس آن انجام می شود.
 - پ- نتیجه آزمون "بر اساس بند ۱۰".
 - ت- نتایج جداگانه برای هر قسمت مورد آزمون در صورتی که بیش از یک قسمت بررسی شود "رجوع شود به بند ۸-۳".
 - ث- هرگونه تغییر در جهت یا خلاف جهت روش مشخص شده.
 - ج- تاریخ انجام آزمون.

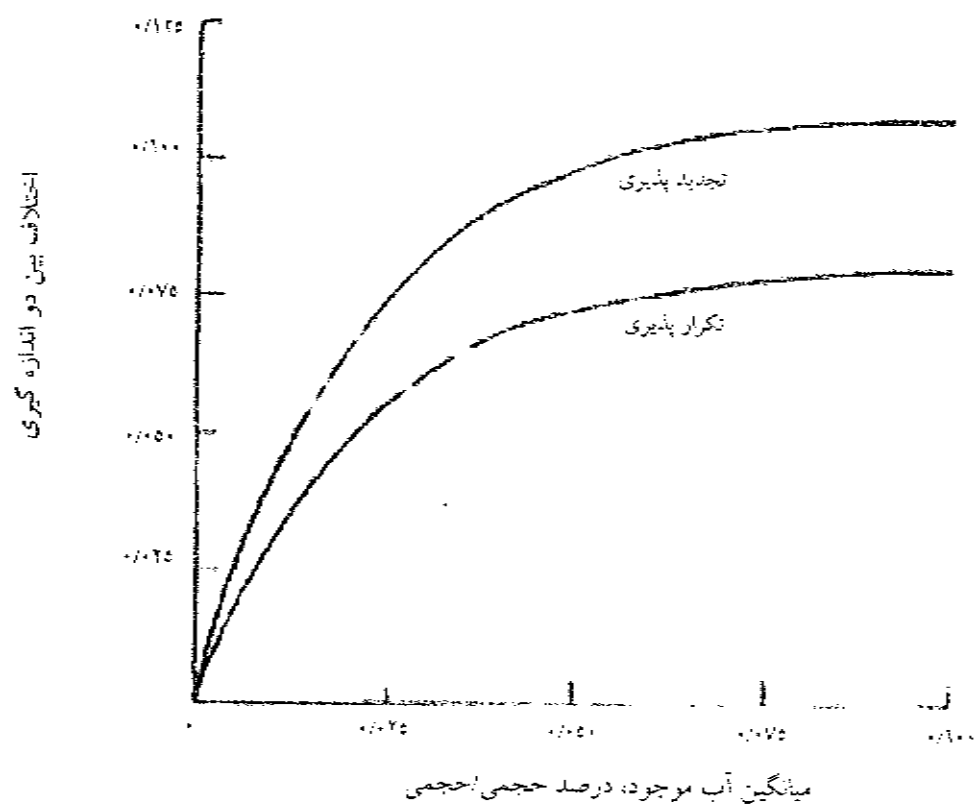
1 Repeatability

2 Reproducibility

5



شکل ۲- میخ خراشنده و نقشانه دستگاه تقطیر



شکل ۳- دقت روش برای مقادیر آب در دامنه صفر درصد حجمی تا ۰/۱ درصد حجمی

پیوست الف

(الزامی)

تهیه نمونه

یادآوری ۲- این پیوست راهنمای تهیه نمونه بر اساس استاندارد ملی شماره ۴۱۸۹ می باشد و بنا بر بند های موجود مطابقت دارد.

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 به وسیله 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 ۲۰۰۰ 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. معمولاً مدت زمان پنج دقیقه کافی است، اما اندازه ظرف و ماهیت نمونه در زمان همگن سازی مؤثر است.

یکنواختی نمونه را تأیید کنید "رجوع شود به بند الف-۳".

یادآوری ۱-۳-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. از هرگونه افزایش زیاد دما در طی مخلوط کردن اجتناب شود.

1 High-shear mechanical mixer

2 Light ends

الف-۲-۳ دوران با مخلوط کن هاری^۱

این روش برای ظرف های نمونه ثابت و غیر قابل حمل و قابل حمل کاربرد دارد، برای ظروف قابل حمل از اتصال سریع جداشونده استفاده کنید. 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. 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. 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 برای بدست آوردن نمونه از مخلوط غیر همگن هر وسیله ای انتخاب می شود، مناسب بودن فن مخلوط کردن و زمان لازم برای بدست آمدن نمونه مخلوط شده مطلوب را مورد تحقیق و بررسی قرار دهید.

الف-۳-۲ 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 ۴- 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-۳-۳ 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-۳-۴ شرح داده شده، برای بررسی مخلوط شدن استفاده کنید.

یادآوری ۵- 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-۳-۴ 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-۳-۵ مقدار آب را با روش سانتریفوژ 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.

