



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۵۳۲

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

19532

1st.Edition

2015

اندازه‌گیری مواد قابل استخراج از حلال در
موم‌های نفتی

**Determination of solvent extractables in
petroleum waxes**

ICS: 75. 140

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 مواد قابل استخراج از حلال در موم‌های نفتی»

رئیس:

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

سمت و / یا نمایندگی

کارشناس اداره کل استاندارد استان خوزستان

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

احمدنژاد، سید عبدالوهاب
(لیسانس مهندسی نفت)

کارشناس آزمایشگاه شرکت نفت پاسارگاد

اکبری، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت نفت پارس

جولاباف، الهام
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

چرمزاده، مهرناز
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت صنایع شیمیایی شب‌نم
خوزستان

خطیبی، زهره
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت مه‌هاب صنعت پارس اکسین

طهماسبی دزفولی، حسن
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس بهره‌برداری شرکت پتروشیمی رازی

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان خوزستان

کارشناس اداره کل استاندارد استان خوزستان

مهرمولایی، فاطمه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

نظری رهیری، مرجان
(فوق لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

| صفحه | عنوان |
|------|------------------------------------------------------------------------------------|
| ۵ | آشنایی با سازمان استاندارد |
| ب | کمیسیون فنی تدوین استاندارد |
| ج | پیش‌گفتار |
| و | هدف و دامنه کاربرد ۱ |
| ۱ | مراجع الزامی ۲ |
| ۱ | اصول آزمون ۳ |
| ۱ | وسایل ۴ |
| ۴ | مواد و/یا واکنشگرها ۵ |
| ۵ | نمونه‌برداری ۶ |
| ۶ | روش انجام آزمون ۷ |
| ۸ | محاسبات ۸ |
| ۸ | دقت و انحراف ۹ |
| ۸ | گزارش آزمون ۱۰ |
| | پیوست الف (الزامی) روش آزمون برای اندازه‌گیری حداکثر قطر روزنه صافی‌های متخلخل سخت |
| ۱۱ | |

پیش گفتار

استاندارد " اندازه‌گیری مواد قابل استخراج از حلال در موم‌های نفتی " که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت پرشیا پژوهش شریف تهیه و تدوین شده است و در پنجاه و یکمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فراورده‌های نفتی مورخ ۹۳/۱۲/۰۵ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود .

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود ، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

ASTM D 3235 : 2011, Standard Test Method for Solvent Extractables in Petroleum Waxes

اندازه‌گیری مواد قابل استخراج از حلال در موم‌های نفتی

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

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری مواد قابل استخراج از حلال در موم‌های نفتی می‌باشد.

این مواد قابل استخراج از حلال در یک موم روی چند خاصیت موم از قبیل استحکام، سختی، انعطاف‌پذیری، مقاومت در برابر خراش، ضریب اصطکاک، ضریب انبساط، نقطه ذوب و مشخصات لکه‌گذاری اثرات قابل توجهی دارد. این اثرات بسته به کاربرد مورد نظر موم، مطلوب یا نامطلوب هستند.

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 ۱۵۵۱، تولوئن مورد استفاده در صنعت- ویژگی‌ها

2-2 ASTM E1, Specification for ASTM Liquid-in-Glass Thermometers

2-3 ASTM E128, Test Method for Maximum Pore Diameter and Permeability of Rigid Porous Filters for Laboratory Use

۳ اصول آزمون

نمونه در مخلوطی شامل ۵۰٪ حجمی متیل اتیل کتون و ۵۰٪ حجمی تولوئن حل می‌شود. محلول حاصل تا دمای 32°C - خنک می‌شود تا موم رسوب کند، سپس صاف می‌شود. مقدار مواد قابل استخراج از حلال از طریق تبخیر حلال از مایع زیر صافی و توزین باقی‌مانده، اندازه‌گیری می‌شود.

۴ وسایل

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

۱-۴ **لوله و مجموعه صافی دار^۱**، شامل یک لوله صافی دار شیشه‌ای متخلخل به قطر ۱۰mm و حداکثر قطر منفذ ۱۰ μm تا ۱۵ μm (که با استفاده از روش ذکر شده در پیوست الف تعیین می‌شود) و مجهز به یک لوله ورود فشار هوا و نازل انتقال^۲ است. این مجموعه مجهز به یک رابط شیشه-سنباده‌ای متناسب با لوله آزمونی به ابعاد (۲۵ × ۱۷۰) mm می‌باشد. ابعاد برای یک مجموعه صافی مناسب در شکل ۱ نشان داده شده است.

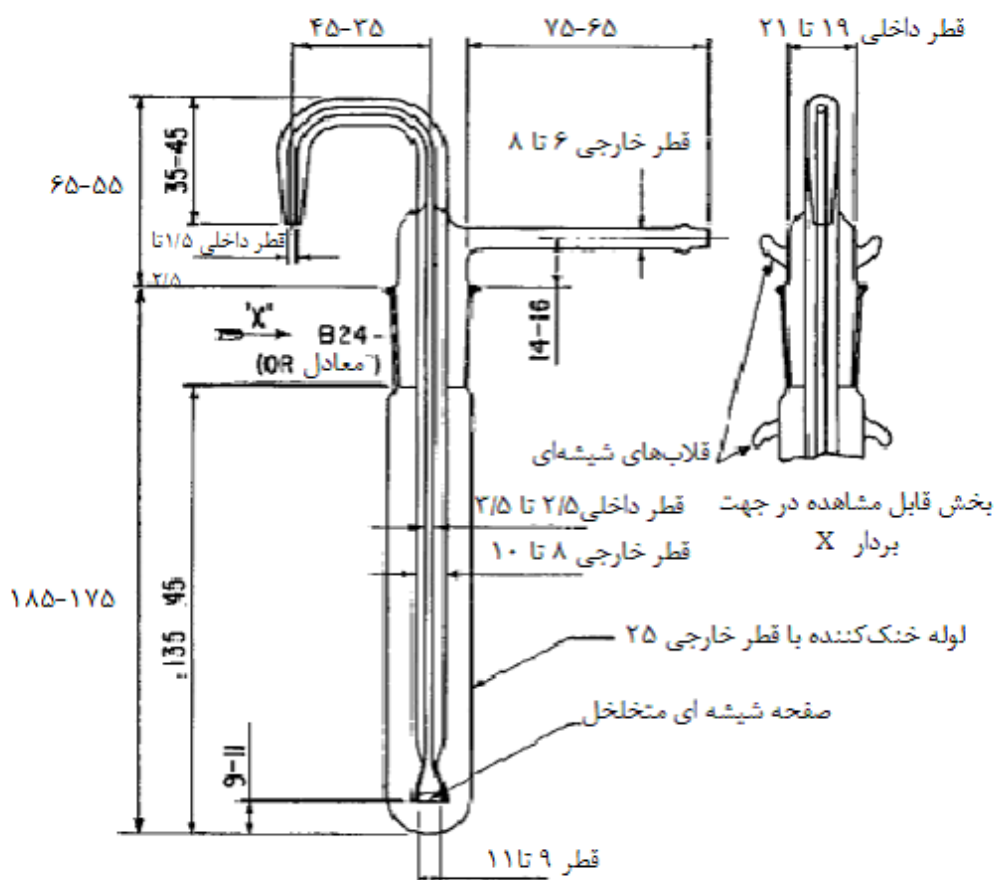
یادآوری- به طور دلخواه می‌توان از یک لوله صافی دار فلزی استفاده کرد. یک لوله صافی دار ساخته شده از فولاد زنگ نزن و دارای یک صفحه ۱۲/۷ mm با حداکثر قطر منفذ ۱۰ nm تا ۱۵ nm به صورت تعیین شده در استاندارد ASTM E128 برای این کار مطلوب می‌باشد. وسیله فلزی داخل یک لوله آزمایش با ابعاد (۲۵ × ۱۵۰) mm قرار گرفته و با استفاده از یک چوب پنبه در جای خود نگه‌داشته می‌شود.

۲-۴ **حمام خنک‌سازی**، شامل یک محفظه عایق‌شده که به منظور جادادن هر تعداد لوله آزمایش مورد نظر دارای سوراخ‌های (۵ ± ۳۰) mm در مرکز می‌باشد. حمام را می‌توان با یک ماده واسط مناسب مثل نفت سفید پر کرده و از طریق گردش یک ماده خنک‌کننده از میان مارپیچ‌ها یا با استفاده از کربن دی-اکسید جامد، خنک کرد. یک حمام خنک‌سازی مناسب برای جادادن سه لوله آزمایش در شکل ۲ نشان داده شده است.

۳-۴ **پی‌یت قطره‌چکان**، وسیله توزیع‌کننده که قادر به انتقال (۰٫۵ ± ۰٫۰۵) g موم مذاب باشد.

۴-۴ **پی‌یت انتقال‌دهنده**، یا وسیله توزیع‌کننده حجم معادل که قادر به انتقال حجم (۰٫۰۶ ± ۱۵) ml باشد.

۵-۴ **تنظیم‌کننده فشار هوا**، که به منظور تأمین هوا برای مجموعه صافی (بند ۷-۵) به منظور جاری ساختن یکنواخت ماده زیر صافی تحت فشار کافی طراحی شده است. یک شیر کاهنده فشار متداول یا یک تنظیم‌کننده نوع حباب‌ساز جیوه‌ای برای این کار مطلوب می‌باشد. نوع دیگر تنظیم‌کننده که در شکل ۳ نشان داده شده، شامل یک استوانه شیشه‌ای ۲۵۰ml و لوله T شکل نگه‌داشته شده در استوانه به وسیله یک درپوش لاستیکی شیاردار در کناره‌ها است که خروج هوای اضافی را ممکن می‌کند. حجم و فشار هوای تأمین شده برای مجموعه صافی به وسیله عمقی که لوله T شکل در جیوه موجود در ته استوانه فرو می‌رود، تنظیم می‌شود. پارچه جاذب قرار داده شده در فضای بالای جیوه از اتلاف جیوه در اثر پاشش جلوگیری می‌کند. تنظیم‌کننده فشار هوا با استفاده از لوله لاستیکی به لوله و مجموعه صافی دار (بند ۴-۱) متصل می‌شود.



شکل ۱- لوله صافی دار

۶-۴ وسایل اندازه‌گیری دما

۱-۶-۴ دماسنج، دو دماسنج دارای گستره دمایی به صورت نشان داده شده در جدول ۱ و مطابق با الزامات تعیین شده در استاندارد ASTM E1 یا ویژگی‌های دماسنج‌های استاندارد IP، مناسب است. یک دماسنج برای حمام سرد و دماسنج دوم برای محلول نمونه مورد نیاز می‌باشد.

جدول ۱- گستره دمایی و شماره دماسنج مورد استفاده

| شماره دماسنج | گستره دما |
|-------------------|------------------|
| ASTM 71C / IP 72C | +۲۱ °C تا -۳۷ °C |

۲-۶-۴ غیر از وسایل شرح داده شده در جدول ۱، سایر وسایل اندازه‌گیری دما برای این استاندارد مطلوب هستند، مشروط به این که همان پاسخ دمایی معادل با دماسنج شیشه‌ای جیوه‌ای را نشان دهند.

۷-۴ بطری‌های توزین، با درپوش شیشه‌ای دارای ظرفیت معمول ۱۵ ml تا ۲۵ ml.

۸-۴ مجموعه تبخیر، شامل یک محفظه تبخیر و اتصالات، الزاما به صورت نشان داده شده در شکل ۴ و قادر به نگهداری دمای $C (35 \pm 1)$ اطراف بالن‌های تبخیر. به منظور انتقال یک جریان عمودی از هوای تمیز و خشک به سمت پایین در بطری توزین، فواره‌هایی با قطر داخلی (4 ± 0.2) mm ایجاد کنید. هر فواره را طوری حفظ کنید که در شروع تبخیر، نوک آن (15 ± 5) mm بالای سطح مایع قرار گیرد. هوای تصفیه شده برای ایجاد هر فواره را با سرعت 2 l/min تا 3 l/min تأمین کنید. یک راه تصفیه هوا، عبور آن از میان یک لوله با قطر داخلی تقریباً ۱ cm می‌باشد که به وسیله یک پارچه جاذب تا ارتفاع تقریباً ۲۰ cm به طور شل پر شده است. در فواصل زمانی معین، تمیزی هوا را با تبخیر ۴ ml از مخلوط حلال شرح داده شده در بند ۳-۵، به روش مشخص شده در بند ۵-۷ بررسی کنید. هنگامی که مقدار باقی‌مانده از 0.1 mg تجاوز نکند، تجهیزات تبخیر به طور رضایت‌بخش عمل می‌کنند.

یادآوری - بررسی‌ها نشان داده است که دقت بهبود یافته ممکن است از طریق کالیبره کردن مجزای هر نازل برای انتقال سرعت جریان 2 l/min تا 3 l/min به دست آید.

۹-۴ ترازوی تجزیه‌ای، قادر به توزین‌های تجدیدپذیر تا 0.1 mg

۱۰-۴ هم‌زن سیمی، یک قطعه سخت ساخته شده از آهن، فولاد زنگ‌نزن یا سیم نیکل کروم^۱ با نوارهای شماره ۲۰ (به قطر 0.9 mm) یا 16 swg.gage و به طول 250 mm . یک حلقه به قطر 10 mm در هر انتها تشکیل می‌شود و حلقه در انتهای پایینی طوری خمیده می‌شود که سطح حلقه در راستای عمود با سیم قرار بگیرد.

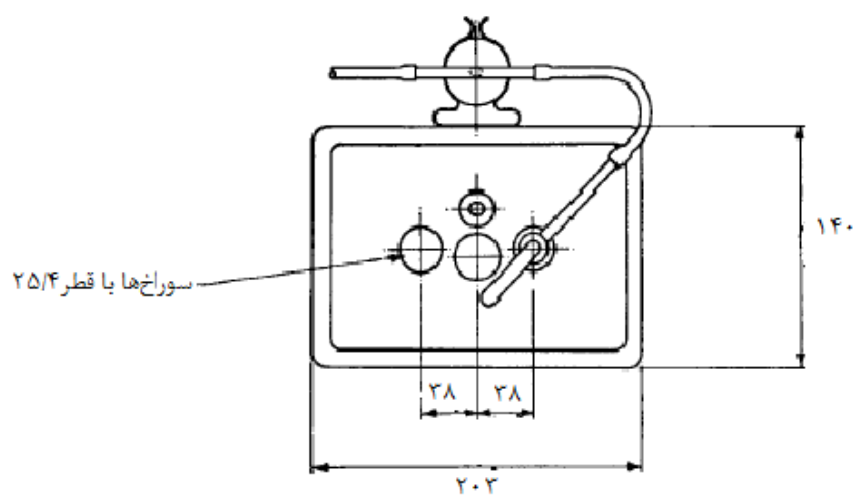
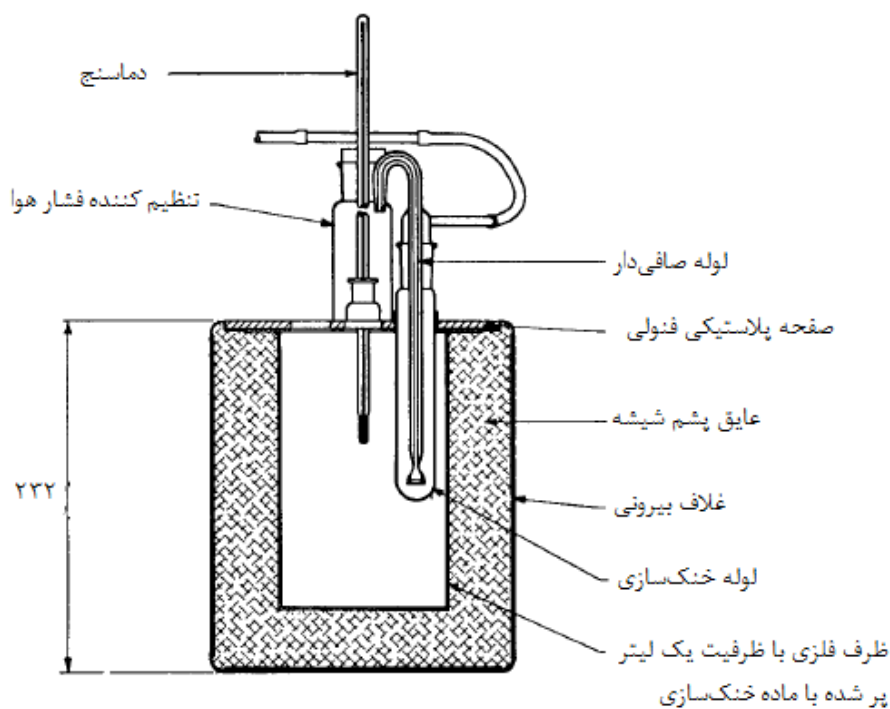
۵ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۵ متیل اتیل کتون، با درجه خلوص واکنشگر

۲-۵ تولوئن، با درجه خلوص واکنشگر

۳-۵ مخلوط حلال، مخلوطی از ۵۰٪ متیل اتیل کتون و ۵۰٪ حجمی تولوئن آماده کنید.

۴-۵ مخلوط حلال را روی کلسیم سولفات بدون آب نگهداری کنید (۵٪ وزنی از حلال). قبل از استفاده، آن را صاف کنید.



شکل ۲- حمام خنک سازی

۶ نمونه برداری

۱-۶ یک قسمت نماینده از طریق ذوب کردن کل نمونه و هم‌زدن کامل آن، تهیه کنید. این کار ضروری است چون مواد قابل استخراج ممکن است به طور یکنواخت در سرتاسر نمونه جامد شده، توزیع نشده باشند.

۷ روش انجام آزمون

۷-۱ یک قسمت نماینده از نمونه را با استفاده از یک حمام آب یا گرم‌خانه نگه‌داری شده در دمای 70°C تا 100°C ذوب کنید. به محض ذوب کامل موم نفتی، آن را کاملاً مخلوط کنید. پی‌پت یا وسیله اندازه‌گیری معادل آن را به منظور جلوگیری از جامد شدن موم نفتی در نوک پی‌پت، از قبل حرارت دهید و یک قسمت از نمونه را فوراً بعد از ذوب موم نفتی، بردارید. جرم موم انتقال یافته به لوله آزمایش باید 0.105 ± 0.01 g باشد. اجازه دهید لوله آزمایش خنک شود و سپس آن را با تقریب حداقل 1 mg وزن کنید.

یادآوری- وزن لوله آزمایشی که با استفاده از حلال تمیز می‌شود نباید تغییر قابل توجهی داشته باشد. بنابراین ممکن است یک وزن خالص به دست آید و مکرراً استفاده شود.

۷-۲ با استفاده از پی‌پت، 15 ml از مخلوط حلال را در لوله آزمایش ریخته و در یک حمام آب داغ یا بخار قرار دهید به طوری که فقط تا سطح محتویات آن در حمام قرار گیرد. مخلوط حلال- موم را در حالی که با هم‌زن سیمی به سمت بالا و پایین هم می‌زنید، حرارت دهید تا یک محلول همگن به دست آید. توجه کنید که از اتلاف حلال در اثر جوشیدن طولانی‌مدت جلوگیری شود.

یادآوری- نمونه‌های موم بسیار مذاب ممکن است محلول‌های شفاف تشکیل ندهند. در این صورت آن‌ها را هم بزنیید تا مواد حل نشده مانند یک ابر رقیق در محلول خوب پخش شوند.

۷-۲-۱ لوله آزمایش را درون یک بشر 800 ml از آب یخ فرو برده و هم‌زدن را ادامه دهید تا محتویات آن خنک شوند. هم‌زن را خارج کنید. لوله آزمایش را از حمام یخ برداشته و بیرون آن را با یک پارچه، خشک و با تقریب حداقل 0.1 g وزن کنید.

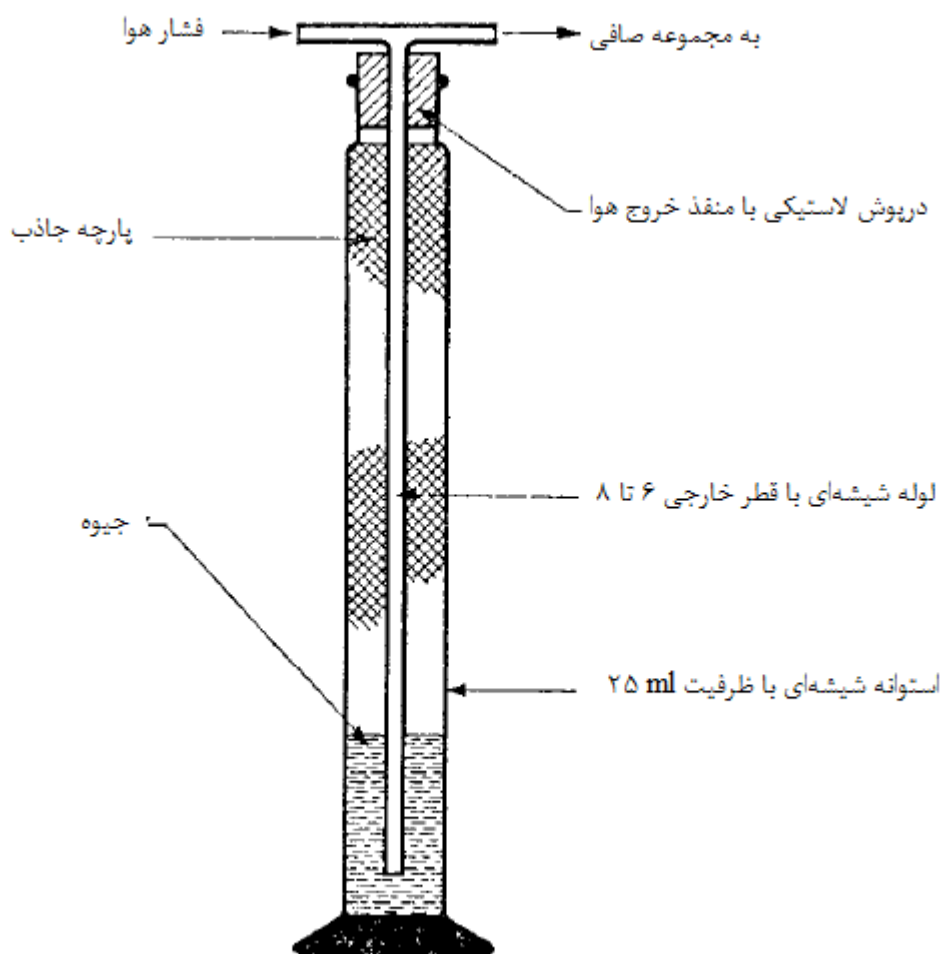
یادآوری- در طول این عملیات، توصیه می‌شود اتلاف حلال در اثر تبخیر کم‌تر از ۱٪ باشد. بنابراین عملاً وزن حلال یک عدد ثابت است و بعد از این که چند نمونه وزن شد، این وزن را می‌توان به عنوان یک ضریب ثابت استفاده کرد.

۷-۳ لوله آزمایش حاوی دوغاب موم- حلال را در حمام خنک‌سازی که دمای آن در $34.5^{\circ}\text{C} \pm 1.0$ تنظیم شده، قرار دهید. در طول عملیات خنک‌سازی، محتویات لوله را با استفاده از یک وسیله اندازه‌گیری دما که در لوله قرار می‌دهید، هم بزنیید. این امر حائز اهمیت است که هم‌زدن با استفاده از وسیله اندازه‌گیری دما تقریباً پیوسته باشد تا یک دوغاب با قوام یکنواخت به عنوان رسوب‌های موم باقی‌ماند. اجازه ندهید که موم روی دیواره‌های ظرف خنک‌سازی بماند و یا هر گونه کلوخه از بلورهای موم تشکیل شود. هم‌زدن را ادامه دهید تا دما به $31.7^{\circ}\text{C} \pm 0.3$ برسد.

۷-۴ وسیله اندازه‌گیری دما را از لوله خارج کرده و بگذارید برای یک لحظه مایعات چسبیده به آن درون لوله تخلیه شوند. سپس بلافاصله در مخلوط موجود در لوله صافی‌دار تمیز و خشک که قبلاً با قرار گرفتن در یک لوله آزمایش و نگه‌داری به مدت حداقل ۱۰ دقیقه در دمای $34.5^{\circ}\text{C} \pm 1.0$ در حمام خنک‌سازی خنک شده، فرو برید. رابط شیشه‌ای سنباده‌ای صافی را به منظور ایجاد یک درزبند نفوذناپذیر در برابر هوا، قرار دهید. یک بطری توزین بدون درپوش را که قبلاً همراه با درپوش شیشه‌ای با تقریب 0.1 mg وزن شده، زیر نازل انتقال مجموعه صافی قرار دهید.

یادآوری- هر گونه اقدام احتیاطی را به منظور اطمینان از درستی وزن بطری توزین درپوش‌دار به کار برید. قبل از اندازه‌گیری وزن، بطری توزین و درپوش تمیز و خشک را با مخلوط شرح داده شده در بند ۵-۳ شستشو داده، با یک پارچه خشک کرده و به منظور خشک کردن به مدت حدود ۵ دقیقه در مجموعه تبخیر قرار دهید. سپس بطری توزین و درپوش را برداشته و در نزدیکی ترازو قرار داده و اجازه دهید تا به مدت ۱۰ دقیقه قبل از توزین ساکن بماند. درپوش بطری را در طول دوره خنک‌سازی بگذارید. هنگامی که بطری توزین و درپوش در مجموعه تبخیر خشک شد، آن را فقط با انبرک بردارید. هنگام برداشتن و گذاشتن درپوش شیشه، از لمس زیاد آن اجتناب کنید.

ابعاد بر حسب میلی‌متر



شکل ۳- تنظیم کننده فشار هوا

۵-۷ فشار هوا را به مجموعه صافی اعمال کرده و فوراً حدود ۴ ml از مایع زیر صافی را در بطری توزین جمع‌آوری کنید. فشار هوا را آزاد کنید تا امکان تخلیه برگشتی آهسته مایع از نازل انتقال فراهم شود. بطری توزین را فوراً برداشته و درپوش آن را بگذارید و بدون این که منتظر رسیدن دمای آن به دمای اتاق باشید، آن را با تقریب حداقل ۱۰ mg وزن کنید. درپوش بطری توزین را برداشته و آن را زیر یکی از فواره‌ها در مجموعه تبخیر تثبیت شده در دمای $(35 \pm 1)^\circ\text{C}$ با فواره هوای متمرکز در داخل دهانه قرار دهید به طوری که نوک فواره (۵ \pm ۱۵) mm بالاتر از سطح مایع قرار گیرد. بعد از تبخیر حلال که معمولاً کمتر از ۳۰ دقیقه طول می‌کشد، بطری را برداشته، درپوش آن را گذاشته و در نزدیکی ترازو قرار دهید.

اجازه دهید بطری به مدت ۱۰ دقیقه ساکن بماند و آن را با تقریب ۰/۱ mg وزن کنید. فرآیند تبخیر را با به کار بردن دوره‌های تبخیر ۵ دقیقه‌ای تکرار کنید تا اتلاف وزن بین توزین‌های متوالی بیشتر از ۰/۲ mg نشود.

۸ محاسبات

۱-۸ مقدار مواد قابل استخراج در موم نفتی را بر حسب درصد وزنی با استفاده از رابطه ۱ محاسبه کنید.

$$(۱) \quad ۱۰۰ AC/BD = \text{مواد قابل استخراج از حلال}$$

که در آن :

A وزن مواد قابل استخراج باقی‌مانده بر حسب گرم؛

B وزن نمونه موم نفتی بر حسب گرم؛

C وزن حلال به‌دست آمده از طریق تفریق وزن لوله آزمایش به اضافه نمونه موم نفتی (بند ۷-۱) از وزن لوله آزمایش و محتویات (بند ۷-۲) بر حسب گرم؛

D وزن حلال تبخیر شده به‌دست آمده از طریق تفریق وزن بطری توزین به اضافه مواد قابل استخراج باقی‌مانده از وزن بطری توزین به اضافه مایع زیر صافی (بند ۷-۵) بر حسب گرم.

۹ دقت و انحراف

۱-۹ دقت، که از طریق بررسی آماری نتایج بین آزمایشگاهی تعیین شده، به صورت زیر می‌باشد:

۱-۱-۹ تکرارپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون که توسط آزمون گر یکسان با وسایل یکسان تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمون یکسان به دست آمده است، در مدت طولانی و عملیات صحیح و معمول روش آزمون، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد از ۲٪ برای گستره مقادیر ۱۵٪ تا ۵۵٪ بیشتر می‌شود.

۲-۱-۹ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون مستقل و منفرد به‌دست آمده توسط آزمون‌گرهای متفاوت در آزمایشگاه‌های مختلف بر روی مواد آزمون یکسان در مدت طولانی در عملیات صحیح و معمول روش آزمون، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد از ۵٪ برای گستره مقادیر ۱۵٪ تا ۵۵٪ بیشتر می‌شود.

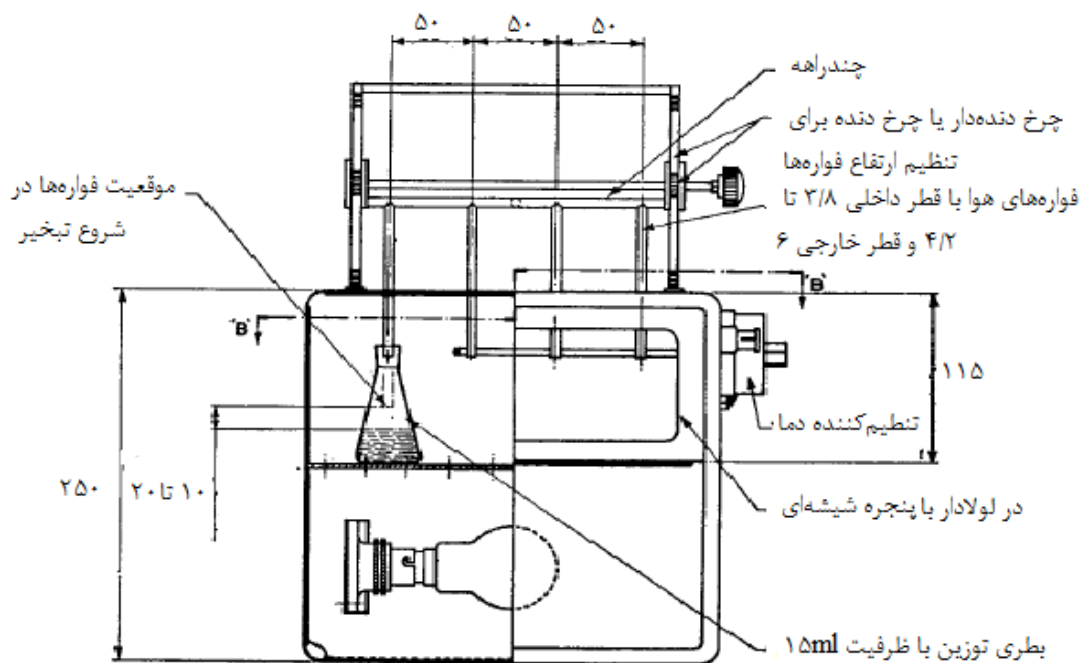
۲-۹ انحراف، در این روش آزمون انحرافی وجود ندارد. چون مقدار مواد قابل استخراج از حلال را فقط می‌توان به صورت یک روش آزمون بیان کرد.

۱۰ گزارش آزمون

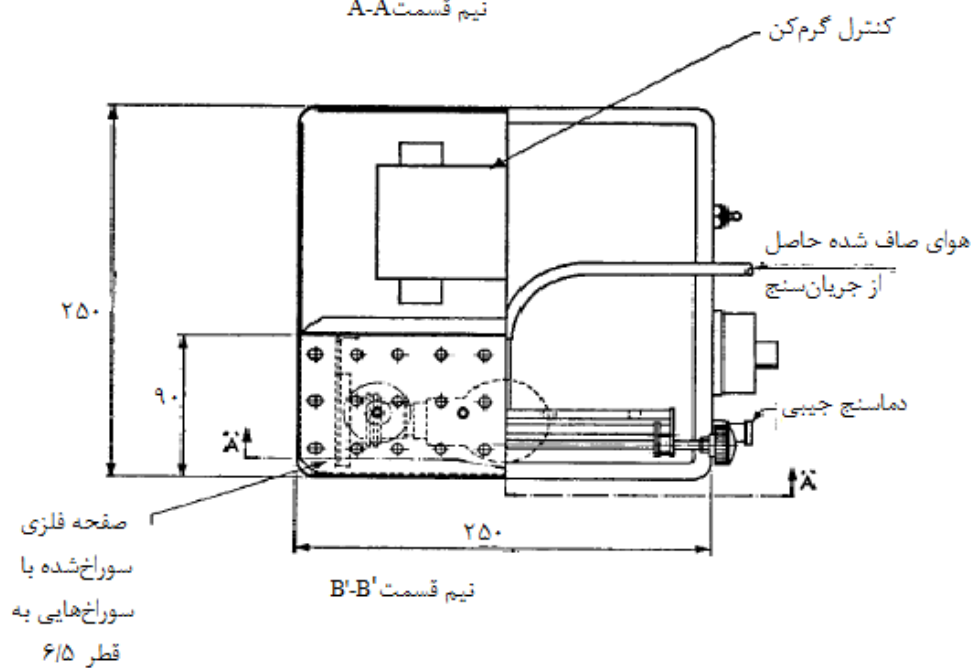
گزارش آزمون حداقل باید شامل اطلاعات زیر باشد.

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

- ۲-۱۰ نتایج را به صورت مواد قابل استخراج از حلال بر حسب درصد وزنی گزارش کنید. در صورت منفی بودن نتیجه، آن را صفر گزارش کنید.
- ۳-۱۰ تمام جزییات لازم برای شناسایی کامل فرآورده مورد آزمون؛
- ۴-۱۰ هر گونه انحراف از روش آزمون مشخص شده با توافق یا به صورت دیگر؛
- ۵-۱۰ هر عملیاتی که در این استاندارد بیان نشده یا هر عمل اختیاری که ممکن است روی نتایج تاثیر داشته باشد.
- ۶-۱۰ تاریخ انجام آزمون؛
- ۷-۱۰ نام و امضا آزمون گر.



نیم قسمت A-A



شکل ۴- مجموعه تبخیر

پیوست الف

(اطلاعاتی)

روش آزمون برای اندازه‌گیری حداکثر قطر روزنه صافی‌های متخلخل سخت

الف-۱ هدف

الف-۱-۱ هدف از این پیوست، تعیین روشی برای اندازه‌گیری قابلیت پذیرش لوله‌های صافی‌دار متخلخل مورد استفاده برای صاف کردن در این استاندارد ملی می‌باشد. این استاندارد حداکثر قطر منفذ را معین کرده و همچنین برای تشخیص و اندازه‌گیری تغییراتی که در اثر استفاده پی در پی رخ می‌دهد، کاربرد دارد.

الف-۲ اصطلاحات و تعاریف

الف-۲-۱

حداکثر قطر منفذ، قطر بزرگترین سوراخ صافی بر حسب نانومتر

یادآوری - مشخص شده که حداکثر قطر منفذ تعریف شده در این استاندارد لزوماً به ابعاد فیزیکی بزرگترین منفذ در صافی اشاره ندارد. علاوه بر این مشخص شده که منافذ از نظر شکل بسیار نامنظم هستند. به دلیل شکل نامنظم منافذ و مشخصات فوق‌العاده صافی، ممکن است یک صافی مورد انتظار باشد که همه ذرات بزرگتر از حداکثر قطر منفذ به صورت تعریف و تعیین شده در این استاندارد را نگه‌دارد و به طور کلی ذراتی را صاف کند که خیلی کوچکتر از قطر اندازه‌گیری شده باشند.

الف-۳ اصول آزمون

صافی با آب تمیز و تر می‌شود. سپس در آب فرو رفته و فشار هوا به سطح بالای آن اعمال می‌شود تا اولین حباب هوا از میان صافی عبور کند. حداکثر قطر منفذ از روی کشش سطحی آب و فشار اعمال‌شده محاسبه می‌شود.

الف-۴ وسایل

الف-۴-۱ وسیله اندازه‌گیری فشار، فشارسنج پر شده با جیوه یا معادل آن، قادر به اندازه‌گیری فشارها در قسمت‌های افزایشی $mm\ 0,5$ از جیوه

الف-۴-۲ منبع هوا، تمیز و صاف شده

الف-۴-۳ تنظیم‌کننده فشار هوا، دارای شیر سوزنی

الف-۴-۴ گرم‌خانه خشک‌کن

الف-۵ روش انجام آزمون

الف-۵-۱ لوله‌های صافی‌دار را از طریق غوطه‌ورسازی در هیدروکلریک اسید غلیظ تمیز کنید و سپس آن‌ها را با آب مقطر بشویید. پس از آن با استون شستشو داده و با هوا خشک کنید و به مدت ۳۰ دقیقه در گرم‌خانه خشک‌کن در دمای $C\ 105$ قرار دهید.

الف-۵-۲ صافی تمیز مورد آزمون را از طریق غوطه‌ورسازی آن در آب مقطر کاملاً تر کنید.
 الف-۵-۳ دستگاه را به صورت نشان داده شده در شکل الف-۱ سوار کرده و فشار را به آهستگی با استفاده از یک منبع هوای تمیز اعمال کنید.
 الف-۵-۴ صافی را درست زیر سطح آب فرو برید.

یادآوری- در صورتی که سطح مایع بالای سطح صافی باشد فشار برگشتی تولید شده باید از فشار مشاهده شده کم شود.

الف-۵-۵ فشار هوا را تا حدود ۱۰ mmHg (یا مقدار فشار معادل آن در صورت استفاده از واحدهای متفاوت) زیر حد فشار قابل قبول و در سرعت یکنواخت آهسته برابر با حدود ۳ mmHg/min کاهش دهید تا اولین حباب از میان صافی عبور کند. این شرایط را می‌توان به راحتی از طریق قرار دادن بشر یا لوله آزمایش بالای یک آینه مشاهده کرد. وسیله اندازه‌گیری فشار را هنگامی که اولین حباب از صافی عبور کرد، بخوانید.

الف-۶ محاسبات

الف-۶-۱ قطر منفذ را از رابطه ۲ محاسبه کنید.

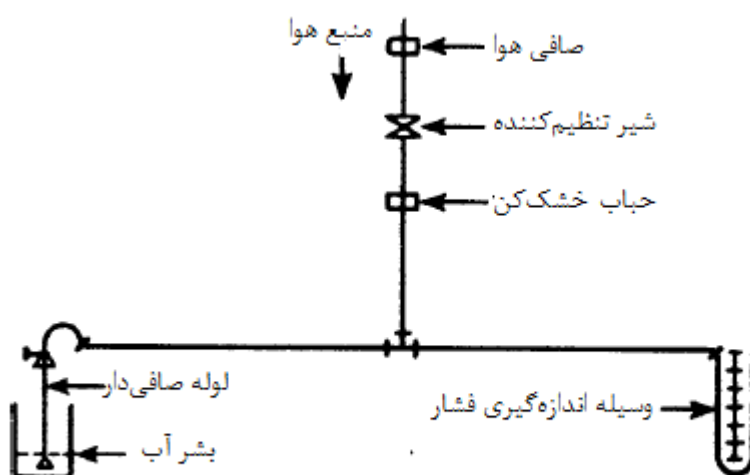
$$D = 2180 / P \quad (2)$$

که در آن:

D قطر منفذ بر حسب نانومتر؛

P فشار خوانده شده بر حسب میلی‌متر جیوه می‌باشد.

یادآوری- فشار متناظر با حدود بالاتر و پایین‌تر از قطرهای منفذ مشخص شده را می‌توان از رابطه ۲ محاسبه کرد. این فشار را می‌توان برای آزمون پذیرش استفاده کرد.



شکل الف-۱- مجموعه دستگاه برای بررسی قطر