



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۵۳۷

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

19537

1st.Edition

2015

اندازه‌گیری نمک‌ها در نفت خام به
روش الکترومتری

**Determination of salts in crude oil
by electrometric method**

ICS: 75.040

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 استاندارد 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) 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) 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
« اندازه‌گیری نمک‌ها در نفت خام به روش الکترومتری »

رئیس:

سمت و/ یا نمایندگی
هیات علمی دانشگاه آزاد اسلامی

برسلانی ، علی
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

دبیر:

مدیر عامل شرکت پرشیا پژوهش
شریف

حاتمی ، امیر
(دکتری شیمی)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس

ابوالحسنی ، سمانه
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت پارس لیان
اروند

امانی ، زینب
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت نفت
پاسارگاد

پوزش ، سجاد
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس ارشد مرکز تحقیقات
دانشکده نفت اهواز

رضایی نژاد ، رامش
(فوق لیسانس)

کارشناس شرکت کیمیا کنکاش
جندی شاپور

دوستی خواه ، سمیرا
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت پارس لیان
اروند

کریمی چشم علی ، مریم
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

نظری رهبری ، مرجان
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت خوزستان پژوهش
گستر بردیا

مکوندی ، علی
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

موندنی زاده ، مه راز
(فوق لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۲	۵ وسایل
۳	۶ مواد و/ یا واکنشگرها
۵	۷ نمونه برداری
۵	۸ آماده سازی دستگاه
۵	۹ کالیبراسیون
۷	۱۰ روش آزمون
۸	۱۱ محاسبات
۸	۱۲ دقت و انحراف
۹	۱۴ گزارش آزمون
۱۱	پیوست الف (الزامی)

پیش گفتار

استاندارد " اندازه‌گیری نمک‌ها در نفت خام به روش الکترومتری " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط شرکت پرشیا پژوهش شریف تهیه و تدوین شده است و در سی و هشتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فراورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۳/۱۱/۱۲ 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 می شود .

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

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

ASTM D 3230: 2013, Standard Test Method for Salts in Crude Oil (Electrometric Method)

اندازه‌گیری نمک‌ها در نفت خام به روش الکترومتری

هشدار- در این استاندارد تمام موارد ایمنی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی مسئولیت برقراری شرایط ایمنی و سلامتی مناسب و تعیین قابلیت اجرای محدودیت‌ها قبل از استفاده بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری غلظت تقریبی کلریدها (نمک‌های کلرید) در نفت خام است.

این استاندارد برای اندازه‌گیری کلریدهای موجود در نفت خام در گستره‌ی 0 mg/kg تا 500 mg/kg (0 lb/1000bbl تا 150 lb/1000bbl) بر حسب کاربرد دارد.

این استاندارد برای اندازه‌گیری هدایت ناشی از وجود کلریدهای متداول، مانند سدیم، کلسیم و منیزیم در نفت خام کاربرد دارد. مواد هادی دیگری نیز ممکن است در نفت خام وجود داشته باشند.

این استاندارد برای اندازه‌گیری مقدار تقریبی کلرید در نفت‌های خام کاربرد دارد که از این مقدار به این منظور که نفت خام به نمک‌زدایی نیاز دارد یا نه می‌توان استفاده کرد. همچنین کارآیی فرایند نمک‌زدایی می‌تواند ارزیابی شود. کلرید اضافی باقی‌مانده در نفت خام اکثر اوقات سبب افزایش میزان خوردگی در واحدهای پالایش می‌شود و همچنین اثرات زیان‌باری بر روی کاتالیزورهای مورد استفاده در این واحدها دارد.

این استاندارد وسیله‌ای راحت و سریع برای اندازه‌گیری مقدار تقریبی کلریدها در نفت خام فراهم کرده و برای واحدهای فراوری نفت خام مفید است.

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 تجدیدنظرهای 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 تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب- مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه- ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

2-2 ASTM D381, Test Method for Gum Content in Fuels by Jet Evaporation¹

2-3 ASTM D4928, Test Method for Water in Crude Oils by Coulometric Karl Fischer Titration¹

۱- استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۰۳۴ جهت بهره‌برداری در دسترس است.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود.

۱-۳

PTB

معادل $2,855 \text{ mg/kg}$ (برابر با $1\text{b}/1000\text{bbl}$) است.

۲-۳

نمک‌های موجود در نفت خام

معمولا شامل کلریدهای سدیم، کلسیم و منیزیم حل شده در نفت خام هستند. کلریدهای معدنی دیگری نیز ممکن است وجود داشته باشند.

۴ اصول آزمون

هدایت یک محلول نفت خام در حلال الکل مخلوط در حالی که در معرض تنش الکتریکی قرار گرفته، اندازه‌گیری می‌شود. هدایت ناشی از حضور کلریدهای معدنی و دیگر مواد هادی موجود در نفت خام اندازه‌گیری می‌گردد. آزمون همگن در یک حلال الکل مخلوط، حل شده و در یک سلول نمونه، متشکل از یک بشر و مجموعه‌ای از الکترودها، قرار داده می‌شود. ولتاژ روی الکترودها اعمال شده و شدت جریان حاصل اندازه‌گیری می‌شود. مقدار کلرید (نمک)، با استفاده از یک منحنی کالیبراسیون جریان بر حسب غلظت کلرید مخلوط‌های با غلظت معلوم به دست می‌آید. منحنی‌های کالیبراسیون براساس استانداردهای تهیه شده به منظور تخمین نوع و غلظت کلریدها در نفت خام مورد آزمون، به دست می‌آیند.

۵ وسایل

۱-۵ دستگاه باید (پیوست الف را ببینید) شامل یک واحد کنترل با قابلیت تولید و نمایش چندین سطح ولتاژ برای اعمال تنش به مجموعه الکترودهای معلق در یک بشر آزمون محتوی محلول آزمون باشد. دستگاه باید دارای قابلیت اندازه‌گیری و نمایش جریان (برحسب میلی آمپر) هدایت شده از درون محلول آزمون بین الکترودها در هر سطح ولتاژ باشد.

یادآوری- برخی از دستگاه‌ها قادر هستند که ولتاژ و جریان را به طور درونی اندازه‌گیری کرده و پس از مقایسه با منحنی‌های کالیبراسیون داخلی، غلظت حاصله را نمایش دهند.

۲-۵ بشر آزمون، پیوست الف را ببینید.

۳-۵ پی‌پت با ظرفیت ۱۰ ml (کل حجم انتقال داده شده)^۱، مورد استفاده در بند ۳-۹ و ۱-۱۰ هنگامی که گرانروی مواد نفت خام آنالیز می‌شود. چون برای انتقال حجم لازم مورد استفاده در آزمون، مناسب است (بند ۵-۳-۱ را ببینید). پی‌پت مورد استفاده باید از نوع قابل شستشو باشد تا اطمینان حاصل شود که کل حجم مواد در حجم مورد نظر موجود است.

۱-۳-۵ در برخی موارد انتقال ۱۰ ml از نمونه با استفاده از یک پی‌پت به علت گرانروی نفت خام دشوار و غیرعملی است. در چنین مواردی می‌توان از یک استوانه مدرج ۱۰ ml به جای پی‌پت به منظور انتقال نمونه نفت خنثی (۳-۹) و نفت خام (۱-۱۱)، برای اطمینان از یکنواختی نمونه استفاده کرد. عبارات دقت ارائه شده فقط بر اساس استفاده از پی‌پت‌های ۱۰ ml هستند.

۴-۵ استوانه مدرج، با ظرفیت ۱۰۰ ml، درپوش دار.

۵-۵ سایر پی‌پت‌های حجم‌سنجی و مدرج و بالن‌های حجم‌سنجی.

۶ مواد و/یا واکنشگرها

به جز موارد مشخص شده در این استاندارد در همه آزمون‌ها باید از واکنشگرها با خلوص تجزیه‌ای استفاده شود. درجات دیگر می‌توانند مشروط بر دارا بودن خلوص به اندازه کافی بالا و بدون کاهش درستی اندازه‌گیری استفاده شوند.

۱-۶ آب، به غیر از موارد ذکر شده باید فقط از آب درجه ۲ مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده کنید.

۲-۶ حلال الکل مخلوط، ۶۳ حجم از ۱- بوتانول و ۳۷ حجم از متیل الکل مطلق (بدون آب) را مخلوط کنید. به هر لیتر از این مخلوط، ۳ ml آب اضافه کنید.

هشدار- حلال الکل مخلوط اشتعال‌پذیر است، مایع باعث سوختگی چشم می‌شود. بخار آن مضر است. در صورت بلع یا تنفس ممکن است کشنده باشد یا سبب کوری شود.

یادآوری- حلال الکل مخلوط در صورتی برای استفاده مناسب است که هدایت آن در ولتاژ متناوب ۱۲۵ V، کم‌تر از ۰/۲۵ mA (یا $2 \mu S$) باشد. هدایت بالا ممکن است به علت وجود آب اضافی در حلال بوده و می‌تواند نشان دهنده این باشد که متیل الکل استفاده شده، بدون آب نبوده است.

۳-۶ هگزان‌ها، درجه واکنشگر، (هشدار- فوق العاده اشتعال‌پذیر و استنشاق آن مضر است).

1- Total delivery
2- microsiemens

یادآوری - حلال‌های هگزان، گاهی اوقات با نام‌های دیگری مانند پترولیوم نفتا، پترولیوم اتر، لیگروئین، پترولیوم بنزین و نفتای صنعتی مورد اشاره قرار گرفته یا فروخته می‌شوند. توصیه می‌شود تأیید شود که با الزامات (بند ۶-۳) تطابق دارد.

۴-۶ محلول کلسیم کلرید (CaCl₂) با غلظت ۱۰ g/l، (۱/۰۰±۰/۰۱) g از کلسیم کلرید، یا به اندازه وزن هم‌ارز آن از یک نمک آبدار، را به یک بالن حجم‌سنجی ۱۰۰ ml منتقل کرده و در ۲۵ ml آب حل کنید. تا خط نشانه با حلال الکل مخلوط رقیق کنید.

۵-۶ محلول منیزیم کلرید (MgCl₂) با غلظت ۱۰ g/l، (۱/۰۰±۰/۰۱) g از منیزیم کلرید، یا به اندازه وزن هم‌ارز آن از یک نمک آبدار، را به یک بالن حجم‌سنجی ۱۰۰ ml منتقل کرده و در ۲۵ ml آب حل کنید. تا خط نشانه با حلال الکل مخلوط رقیق کنید.

۶-۶ محلول سدیم کلرید (NaCl) با غلظت ۱۰ g/l، (۱/۰۰±۰/۰۱) g از سدیم کلرید را به یک بالن حجم‌سنجی ۱۰۰ ml منتقل کرده و در ۲۵ ml آب حل کنید. تا خط نشانه با حلال الکل مخلوط رقیق کنید.

۷-۶ نفت، خنثی پالایش شده، هرگونه نفت بدون کلرید پالایش شده با گرانیوی تقریباً (cSt) ۲۰ mm²/sec در دمای ۴۰°C و بدون افزودنی است.

۸-۶ نمک‌ها، محلول مخلوط (محلول غلیظ)، ۱۰/۰ ml از محلول کلسیم کلرید، ۲۰/۰ ml از محلول منیزیم کلرید، ۷۰/۰ ml از محلول سدیم کلرید را با هم ترکیب کرده و کاملاً مخلوط کنید.

یادآوری - نسبت‌های ۷۰:۲۰:۱۰، نماینده کلریدهای موجود در تعدادی از نفت‌های خام رایج هستند. هنگامی که نسبت‌های کلریدهای کلسیم، منیزیم، و سدیم برای یک نفت خام داده شده، مشخص باشد، بهتر است این نسبت‌ها برای اغلب نتایج درست استفاده شوند.

۹-۶ نمک‌ها، محلول مخلوط (محلول رقیق)، ۱۰ ml از محلول کلریدهای مخلوط غلیظ را به یک بالن حجم‌سنجی ۱۰۰۰ ml منتقل کرده و تا خط نشانه با حلال الکل مخلوط رقیق کنید.

۱۰-۶ زایلن، با درجه واکنشگر و حداقل خلوص.

هشدار - اشتعال پذیر است. بخار آن مضر است.

۷ نمونه برداری

۱-۷ یک نمونه و آزمون را مطابق استاندارد ASTM D4928، فراهم کنید. مطمئن شوید که نمونه توسط یک هم‌زن مناسب به طور کامل همگن شده است. برای دستگاه مناسب و بررسی درستی، استاندارد ASTM D4928 را ببینید.

۲-۷ نمونه‌های مواد با گرانش زیاد را می‌توان پیش از نمونه‌برداری، تا زمانی که به‌طور قابل قبولی روان شوند، گرم کرد؛ هر چند، هیچ نمونه‌ای نباید به منظور پایین آوردن گرانش تا یک سطح قابل کنترل، بیش از حد لازم گرم شود.

۳-۷ نمونه‌های نفت خام حاوی آب و رسوب و به‌طور طبیعی ناهمگن هستند. وجود آب و رسوب بر روی هدایت نمونه تاثیر خواهد گذاشت. به‌منظور دستیابی به نمونه‌های نماینده همگن، بیش‌ترین دقت باید به‌کار گرفته شود.

۸ آماده‌سازی دستگاه

۱-۸ دستگاه را روی یک سطح ثابت، مانند یک میز نگه‌دارید.

۲-۸ دستگاه را برای عملیات مطابق دستورکارهای سازنده برای کالیبراسیون، بررسی و راه‌اندازی تجهیزات، آماده کنید.

هشدار- ولتاژ متناوب اعمال شده بر روی الکترودها می‌تواند به بزرگی 250 V باشد و خطرناک است.

۳-۸ قبل از شروع آزمون، کلیه قسمت‌های بشر آزمون، الکترودها و لوازم جانبی آن را کاملاً تمیز و خشک کنید. مطمئن شوید که تمام حلالی که برای پاک‌سازی تجهیزات به کار رفته، خارج شده است.

۹ کالیبراسیون

۱-۹ در هنگام انجام اندازه‌گیری‌ها، هدایت محلول‌ها تحت تاثیر دمای آزمون، قرار می‌گیرد. اختلاف دمای آزمون در زمان اندازه‌گیری و دمایی که منحنی کالیبراسیون تهیه شده‌اند باید حداکثر در محدوده 3°C باشد.

۲-۹ اندازه‌گیری شاهد را مطابق روش آزمون بند ۳-۹ و ۴-۹، با حذف محلول نمک‌های مخلوط انجام دهید. هنگامی که، جریان نشان داده شده برای الکترودها، بیش از 0.25 mA در 125 V جریان متناوب باشد، آب یا ناخالصی هادی دیگری وجود دارد که منشا آن باید مشخص و قبل از تکمیل کالیبراسیون، حذف شود. هر بار زایلن تازه یا حلال مخلوط استفاده می‌شود، یک اندازه‌گیری شاهد را انجام دهید.

۳-۹ 15 ml زایلن را در یک استوانه مدرج اختلاط 100 میلی لیتری خشک دارای درپوش شیشه‌ای، بریزید. با یک پی‌پت 10 ml (کل حجم انتقال داده شده، بند ۳-۵ را ببینید) یا درصورت امکان یک استوانه مدرج 10 ml (بند ۳-۵-۱ را ببینید) 10 ml نفت خنثی اضافه کنید. پی‌پت 10 ml یا استوانه مدرج 10 ml را تا عاری شدن از نفت، با زایلن بشویید. با زایلن به حجم 50 ml برسانید. درپوش را گذاشته و استوانه مدرج را برای اختلاط بیشتر محلول حدود 60 ثانیه به‌شدت تکان دهید. مطابق جدول ۱، مقداری محلول نمک‌های مخلوط رقیق، اضافه کنید که با گستره مقدار نمکی که اندازه‌گیری می‌شود، متناسب باشد. به وسیله حلال الکل مخلوط تا حجم 100 ml

رقیق کنید. مجدداً، برای اختلاط بیشتر محلول، استوانه مدرج را برای حدود ۳۰ ثانیه به شدت تکان دهید و بگذارید محلول برای حدود ۵ دقیقه ساکن بماند. محلول را در یک بشر آزمون خشک بریزید.

جدول ۱- نمونه‌های استاندارد

مقدار نمک در نفت خام (g/m ³)	مقدار نمک در نفت خام (lb/1000 bbl)	محلول (رقیق) نمک‌های مخلوط (ml)
۳	۱٫۰	۰٫۳
۹	۳٫۰	۱٫۰
۱۵	۵٫۰	۱٫۵
۳۰	۱۰٫۰	۳٫۰
۴۵	۱۶٫۰	۴٫۵
۶۰	۲۱٫۰	۶٫۰
۷۵	۲۶٫۰	۸٫۰
۹۰	۳۱٫۰	۹٫۵
۱۱۵	۴۰٫۰	۱۲٫۰
۱۴۵	۵۱٫۰	۱۵٫۰
۱۹۰	۶۶٫۰	۲۰٫۰
۲۱۵	۷۵٫۰	۲۲٫۵
۲۴۵	۸۶٫۰	۲۵٫۵
۲۹۰	۱۰۱٫۰	۳۰٫۵
۴۳۰	۱۵۱٫۰	۴۵٫۰

۴-۹ بلافاصله، الکترودها را در محلول موجود در بشر قرار دهید، مطمئن شوید که لبه بالایی صفحات الکترودها در زیر سطح محلول قرار دارد. ولتاژ نشان داده شده توسط الکترودها، روی مجموعه‌ای از مقادیر، برای مثال ولتاژهای جریان متناوب ۲۵ V، ۵۰ V، ۱۲۵ V، ۲۰۰ V و ۲۵۰ V تنظیم کنید. برای هر ولتاژ، جریان قرائت شده را یادداشت کرده و ولتاژ و جریان نمایش داده شده را با تقریب ۰٫۱ mA ثبت کنید. الکترودها را از محلول خارج کرده، با زایلن و نفتا شسته و بگذارید تا خشک شوند.

یادآوری- در بعضی دستگاه‌ها، چون سیستم‌های الکترونیکی با تنظیمات خودکار ساخته شده است، تنظیمات جزئی نیاز نیست. اندازه‌گیری پاسخ‌های شاهد و استاندارد کالیبراسیون، یکسان هستند.

۵-۹ روش آزمون بند ۳-۹ را با استفاده از حجم‌های دیگری از محلول نمک‌های مخلوط (محلول رقیق)، به گونه‌ای که برای پوشش دادن گستره مقادیر کلرید مورد نظر نیاز است، تکرار کنید.

۶-۹ مقدار به دست آمده برای اندازه‌گیری شاهد را از قرائت‌های جریان نشان داده شده برای هر نمونه استاندارد کم کنید و نمودار مقدار کلرید (عرض) بر حسب قرائت‌های جریان خالص (mA)(طول) را برای هر ولتاژ روی کاغذ تمام لگاریتمی ۳ سیکل در ۳ سیکل یا فرمت‌های مناسب دیگر رسم کنید.

یادآوری ۱- برخی دستگاه‌ها قادر به ثبت درونی قرائت‌های جریان، غلظت استاندارد و شاهد بوده و خروجی را مستقیماً با واحدهای غلظت، ارایه می‌دهند. علاوه بر این، بعضی دستگاه‌ها هم‌چنین قادر به تبدیل درونی و نمایش جریان‌های اندازه‌گیری شده برحسب واحدهای هدایت میکروزیمنس، μS هستند. هر چند دقت چنین دستگاه‌هایی در مطالعه بین آزمایشگاهی سال ۱۹۹۷ بیان شده در بند ۱۲، دقت و انحراف، ارزیابی نشده است.

یادآوری ۲- به علت مشکلات فراوان در همگن نگه‌داشتن مخلوط‌های نفت خام- آب نمک، دستگاه‌ها در برابر محلول‌های استاندارد نفت خنثی و محلول‌های کلرید مخلوط در زایلین، کالیبره می‌شوند. در صورت تمایل، مجاز است که کالیبراسیون، با تکرار دقیق آنالیز، نمونه‌های نفت خام از طریق استخراج کامل نمک‌ها با آب داغ و سپس تیتراسیون کلریدهای موجود در محلول استخراج شده، تایید شود.

یادآوری ۳- در کالیبراسیون گستره وسیعی از غلظت‌های کلرید، ممکن است برای بدست آوردن قرائت جریان، در محدوده سطح جریان صفحه نمایش دستگاه (۰ mA تا ۱۰ mA)، به‌کارگیری چندین ولتاژ لازم باشد. ولتاژهای بالاتر برای غلظت‌های پایین و ولتاژهای پایین‌تر برای غلظت‌های بالاتر به‌کار می‌روند.

۱۰ روش انجام آزمون

۱-۱۰ در یک استوانه مدرج ۱۰۰ ml خشک دارای درپوش شیشه‌ای، ۱۵ ml زایلین ریخته و با استفاده از همان نوع وسیله انتقال حجمی که در بند ۹-۳ استفاده شد (که یک پی‌پت ۱۰ ml (کل حجم انتقال داده شده، بند ۵-۳ را ببینید)، یا در صورت امکان یک استوانه مدرج ۱۰ ml (بند ۵-۳-۱ را ببینید) است)، ۱۰ ml از نمونه نفت خام را در یک استوانه مدرج ۱۰۰ ml دارای درپوش شیشه‌ای انتقال دهید. پی‌پت ۱۰ ml یا استوانه مدرج ۱۰ ml را تا عاری شدن از نفت با زایلین بشویید. با زایلین به حجم ۵۰ ml برسانید. درپوش را گذاشته و استوانه مدرج را حدود ۶۰ ثانیه به شدت تکان دهید. به‌وسیله‌ی حلال الکل مخلوط تا حجم ۱۰۰ ml رقیق کرده و دوباره به‌مدت حدود ۳۰ ثانیه به شدت تکان دهید. بعد از این که به محلول اجازه داده شد که به مدت حدود ۵ دقیقه ساکن بماند، آن را درون یک بشر آزمون خشک بریزید.

۲-۱۰ روش آزمون بند ۹-۴ را به منظور رسیدن به قرائت‌های جریان و ولتاژ، دنبال کنید. جریان نشان داده شده الکتروود را با تقریب ۰/۰۱ mA و نزدیک‌ترین ولتاژ (یادآوری بند ۹-۶ را ببینید) ثبت کنید.

۳-۱۰ الکتروودها را از محلول نمونه خارج کرده و دستگاه را تمیز کنید.

۱۱ محاسبات

۱-۱۱ مقدار حاصل از اندازه‌گیری شاهد را از مقدار حاصل از اندازه‌گیری نمونه کم کنید تا قرایت جریان خالص حاصل شود. از نمودار کالیبراسیون، غلظت نمک نشان داده شده متناظر با جریان خالص (mA) مربوط به نمونه را (یادآوری ۱ بند ۹-۶ را ببینید) قرائت کنید.

۲-۱۱ غلظت را بر حسب mg/kg با استفاده از رابطه‌های اختصاصی ۱ و ۲ محاسبه کنید:

$$\text{غلظت نمک بر حسب میلی‌گرم بر کیلوگرم} = \frac{1000X}{d} \quad (۱)$$

$$\text{غلظت نمک بر حسب میلی‌گرم بر کیلوگرم} = 2853Y/d \quad (۲)$$

کیلوگرم

که در آن :

X غلظت نمک اندازه‌گیری شده بر حسب گرم بر متر مکعب؛

Y غلظت نمک اندازه‌گیری شده بر حسب PTB؛

d چگالی نمونه در دمای ۱۵°C بر حسب کیلوگرم بر متر مکعب است.

یادآوری - چگالی نمونه را می‌توان با روش‌های مختلف، مانند استاندارد ASTM D5002 یا روش‌های دیگر اندازه‌گیری چگالی اندازه‌گیری کرد.

۱۲ دقت و انحراف

۱-۱۲ دقت

دقت این استاندارد به‌نحوی که توسط بررسی آماری نتایج آزمون بین آزمایشگاهی سال ۱۹۹۷ اندازه‌گیری شد، به شرح زیر است:

۱-۱-۱۲ تکرارپذیری

اختلاف بین نتایج متوالی که توسط یک کاربر با یک دستگاه تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمون یکسان در مدت زمان طولانی، در عملیات عادی و صحیح روش آزمون به دست آمده است، تنها در یک مورد از ۲۰ مورد از مقادیر به‌دست آمده از روابط ۳ و ۴ تجاوز می‌کند.

$$r \text{ (mg/kg)} = 0.3401X^{0.75} \quad (۳)$$

$$r \text{ (lb/1000 bbl)} = 0.2531Y^{0.75} \quad (۴)$$

که در آن:

X میانگین دو نتیجه آزمون بر حسب میلی‌گرم بر کیلوگرم؛

Y میانگین دو نتیجه آزمون بر حسب (PTB) lb/1000 bbl است.

۱۲-۱-۲ تجدیدپذیری

اختلاف بین نتیجه دو آزمون مستقل و منفرد که توسط کاربرهای متفاوت در آزمایشگاه‌های مختلف روی ماده آزمون یکسان که در مدت زمان طولانی به دست آمده است، تنها در یک مورد از ۲۰ مورد از مقادیر به دست آمده از روابط ۵ و ۶ تجاوز می‌کند.

$$R \text{ (mg/kg)} = 2.7803X^{0.75} \quad (۵)$$

$$R \text{ (lb/1000 bbl)} = 2.069Y^{0.75} \quad (۶)$$

که در آن:

X میانگین دو نتیجه آزمون بر حسب mg/kg؛

Y میانگین دو نتیجه آزمون بر حسب (PTB) lb/1000 bbl است.

یادآوری - از آنجا که تمام دستگاه‌ها، در برنامه آزمون مشارکتی بین آزمایشگاهی سال ۱۹۹۷، بر حسب PTB کالیبره و نتایج بر حسب PTB گزارش شدند، عبارت دقت مستقیماً بر حسب PTB به دست آمد. داده‌های دقت حاصله، با فرض چگالی متوسط ۰/۸۷۵ kg/l برای نمونه نفت خام، از نظر ریاضی به دقت بر حسب میلی‌گرم بر کیلوگرم تبدیل شده‌اند.

۱۲-۲ انحراف

روش آزمون در این استاندارد تا زمانی که مقدار نمک و مواد مرجع تصدیق شده در دسترس نباشد، انحرافی ندارد. اما چون نفت خام نمک‌زدایی شده خالص، اسپایک شده^۱ با مقادیر کمی معین نمک (به صورت آب دریا و آب سازند) نمونه‌هایی از مطالعه بین آزمایشگاهی بودند، می‌توان انحراف را به صورت درصد بازیابی هالید افزوده شده، تعریف کرد. در سراسر گستره ۵ g/m³ تا ۵۰۰ g/m³ (۱/۵ PTB تا ۱۵۰ PTB) نمک افزوده شده بازیابی تقریباً ثابت و به طور متوسط ۹۳٪ اثبات شده است.

۱۲-۳ عبارات دقت، از یک برنامه آزمون مشارکتی بین آزمایشگاهی در سال ۱۹۹۷، گرفته شده است. شرکت‌کنندگان، هشت مجموعه نمونه شامل نفت خام با غلظت‌های متفاوتی از کلرید را آنالیز کردند. سیزده آزمایشگاه با دستگاه‌های تجاری موجود شرکت کردند. برای اطلاعات بیشتر درباره عبارات دقت بند های ۳-۵ و ۱-۳-۵ را ببینید.

۱۳ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۳ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی؛

۲-۱۳ غلظت کلرید الکترومتری در نفت خام بر حسب میلی‌گرم بر کیلوگرم در این استاندارد؛ به‌طور جایگزین، در صورت نیاز غلظت را مستقیماً بر حسب گرم بر متر مکعب یا lb/1000bbl گزارش دهید.

- ۳-۱۳ هر گونه مورد غیر معمول مشاهده شده در حین اندازه‌گیری؛
- ۴-۱۳ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به‌طور اختیاری در نظر گرفته می‌شود.
- ۵-۱۳ نام و نام خانوادگی آزمون‌گر؛
- ۶-۱۳ تاریخ انجام آزمون؛

پیوست الف

(الزامی)

وسایل

الف-۱ دستگاه الکترومتری کلرید (ساخت سفارشی) (شکل الف-۱ و یادآوری بند الف-۱-۷ را ببینید)

الف-۱-۱ میلی آمپرسنج، ۰ mA تا ۱ mA جریان مستقیم (dc) با مقیاس ۰ mA تا ۱ mA جریان متناوب (ac)، مقاومت داخلی ۸۸ اهم.

الف-۱-۲ پل یکسو کننده تمام موج^۱، ظرفیت ۰.۷۵ A در فرکانس ۶۰ Hz، دمای محیط، حداقل PRV ۴۰۰ (ولتاژ معکوس پیک^۲)

الف-۱-۳ ولت سنج AC، از نوع یکسو کننده، ۲۰۰۰ ohm/V، گستره ۰ V تا ۳۰۰ V.

الف-۱-۴ خودمبدل^۳ با ولتاژ متغیر، ورودی ۱۰۵ V تا ۱۱۷ V، ۵۰/۶۰ Hz، خروجی ۰ V تا ۱۳۲ V، با ظرفیت ۱.۷۵ A.

الف-۱-۵ مبدل، منبع تغذیه با ورودی ۲۴۰ V، اتصال مرکزی^۴، ۵۰/۶۰ Hz، ظرفیت ۲۵۰ mA جریان مستقیم.

الف-۱-۶ پتانسیومتر، ۲۵ اهم، ۱۰ دور.

الف-۱-۷ پتانسیومتر، ۵۰ اهم، ۱۰ دور.

یادآوری - در هر مورد می توان بخشی معادل را جایگزین کرد، مشروط بر اینکه مشخصات الکتریکی در کل مدار بدون تغییر مانده و از اثرات القایی و جریان های ناخواسته دوری شود.

الف-۲ اجزای سلول آزمون (ساخت سفارشی) (شکل الف-۲ را ببینید)

الف-۲-۱ بشر، با ظرفیت ۱۰۰ ml از نوع بلند بدون لبه، به صورتی که در استاندارد ASTM D381 شرح داده شده است.

1- Bridge Rectifier, full wave

2- Peak Reverse Voltage

3- Autotransformer

4- Center tap

الف-۲-۲ مجموعه الکتروود، به صورت نشان داده شده در شکل الف-۲ و الف-۳. الکترودهای قرار گرفته در موقعیت موازی، دقیقاً مقابل هم و به فاصله (0.1 ± 0.4) mm از هم و به وسیله یک نایلون یا جداکننده از جنس ^۱TFE-فلوئوروکربن از نظر الکتریکی از هم جدا شده‌اند.

الف-۳ دستگاه الکترومتری کلرید (ساخت تجاری)

الف-۳-۱ دستگاه باید شامل واحد کنترل قادر به تولید و نمایش چند سطح ولتاژ برای اعمال تنش به یک مجموعه از الکترودهای معلق در بشر آزمون محتوی محلول آزمون باشد. دستگاه باید قادر به اندازه‌گیری و نمایش جریان (mA) هدایت شده از میان محلول آزمون بین الکترودها در هر سطح ولتاژ باشد (یادآوری ۱ بند ۹-۶ را ببینید).

یادآوری- بعضی از دستگاه‌ها قادر هستند که ولتاژ و جریان را به صورت درونی اندازه‌گیری کرده و پس از مقایسه با منحنی‌های کالیبراسیون داخلی، غلظت‌های نتیجه شده را نمایش دهند.

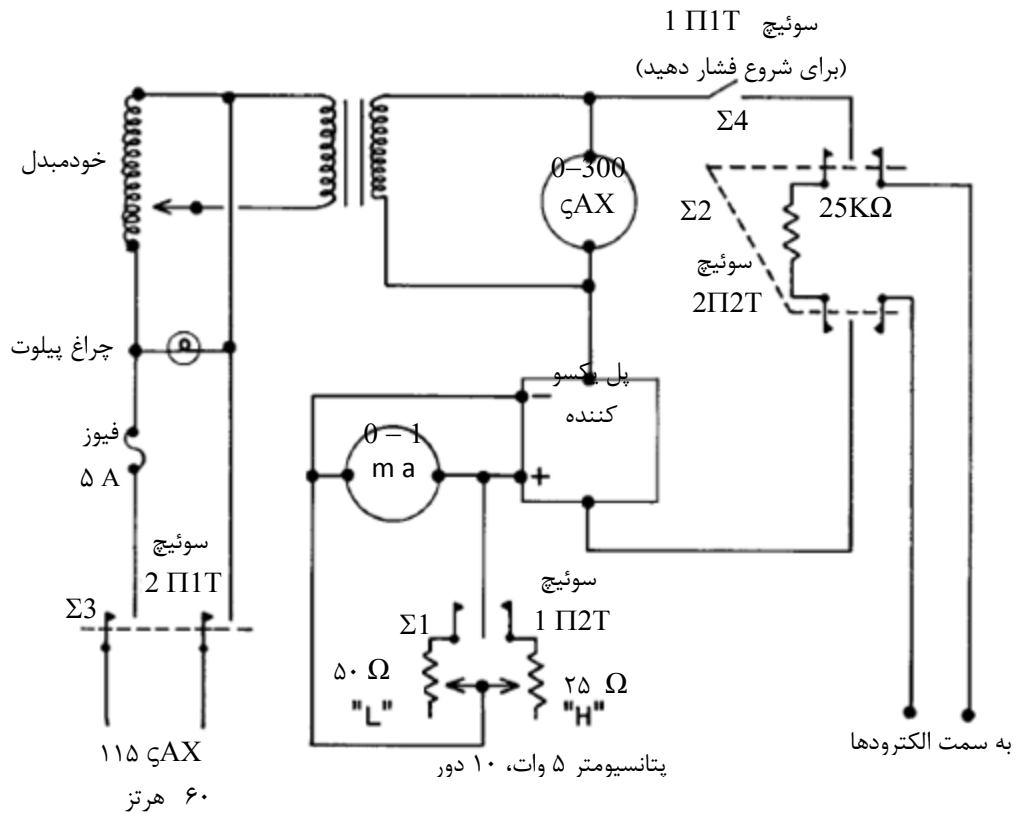
الف-۳-۲ تا زمانی که هر جزء منحصر به فرد، مختص به دستگاه ساخته شده مورد نظر باقی بماند، ویژگی‌های ساختاری واقعی دستگاه، مانند ولتاژ اعمال شده و ابزارهای نمایش یا ثبت ولتاژ، نمایش یا ثبت هدایت جریان، یا محاسبه و نمایش منحنی‌های کالیبراسیون/ اندازه‌گیری‌های نمونه، یا ترکیبی از آن‌ها، در عملکرد تاثیر حیاتی ندارند (یادآوری بند ۹-۶ را ببینید).

الف-۴ اجزای سلول آزمون (ساخت تجاری)

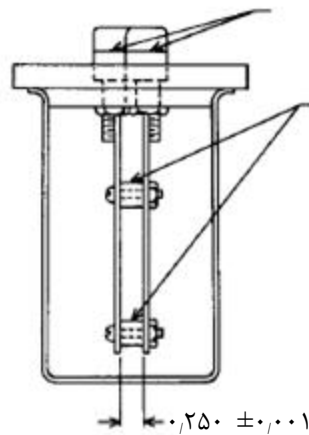
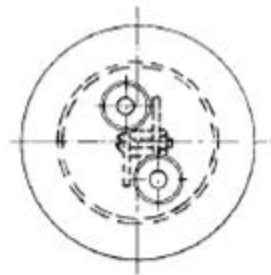
الف-۴-۱ بشر، با ظرفیت ۱۰۰ ml از نوع بلند بدون لبه، به صورتی که در استاندارد ASTM D381 شرح داده شده است، به طور معمول استفاده می‌شود؛ هرچند، تغییرهای جزئی در ابعاد، جهت تطبیق ویژگی‌های تولید مختلف قابل قبول است. بشر به عنوان ظرف نمونه استفاده می‌شود.

الف-۴-۲ مجموعه الکتروود، به صورت نشان داده شده در شکل الف-۲ و الف-۳ تا زمانی که هر جزء منحصر به فرد، مختص به دستگاه تولید شده‌ی مورد نظر باقی بماند، شرایط ابعاد و ابزارهای پشتیبانی در بشر مجموعه الکتروود، در عملکرد تاثیر حیاتی ندارند.

1- Tetrafluoroethylene



شکل الف-۱- مبدل ۲۵۰ ولت یا ۵۴۰ ولت



جداکننده: ۷,۹۳۷ mm و

قطر خارجی ۱۱,۱۱۲ mm

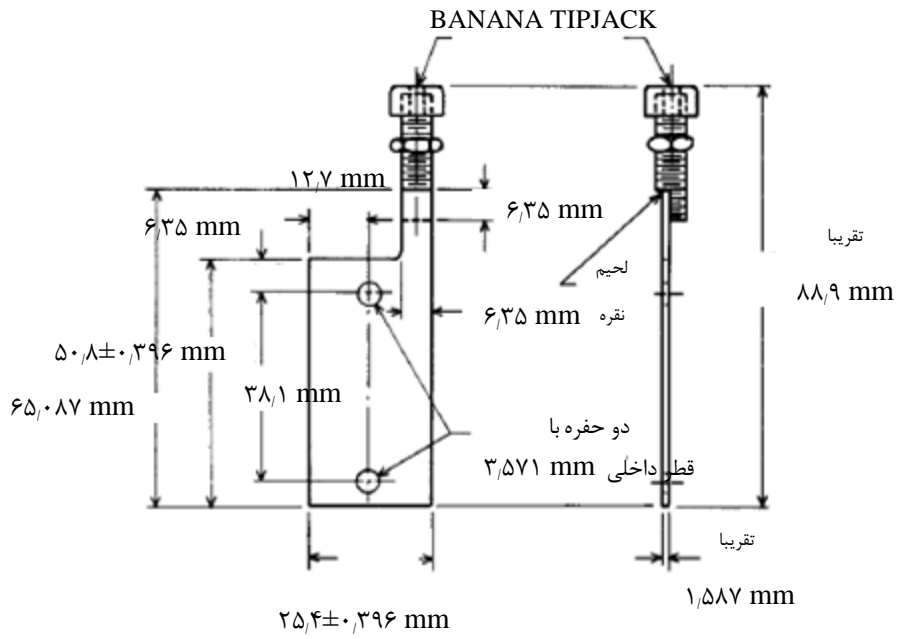
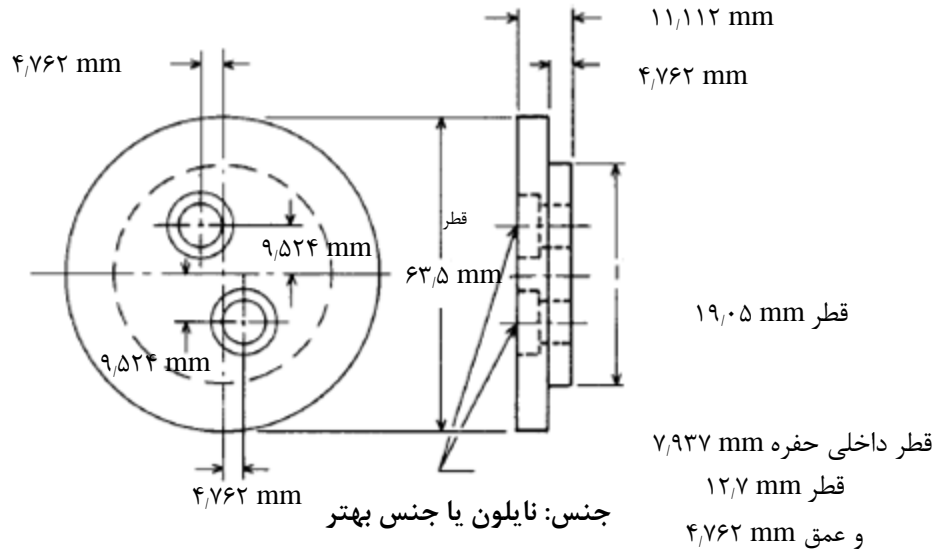
جنس: باکلیت پایه برزنت

جداکننده الکتروود

و پیچها

جنس: غیرهادی مانند نایلون یا ماده مشابه

شکل الف-۲- سلول آزمون



جنس فولاد زنگ نزن 16 GA
 شکل الف-۳- مجموعه الکتروود