



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۸۱۳۷

تجدید نظر اول

۱۳۹۳

INSO

8137

1st.Revision

2015

فرآورده‌های نفتی - اندازه‌گیری باقی‌مانده
کربن به روش میکرو

**Petroleum products-Determination of
carbon residue by micro
method**

ICS:75.080

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 کالاها 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

« فرآورده های نفتی - اندازه گیری باقی مانده کربن به روش میکرو »

(تجدید نظر اول)

رئیس:

زرگر، بهروز

(دکترای شیمی)

سمت و / یا نمایندگی

دانشیار دانشگاه شهید چمران اهواز

دبیر:

نجفی، زینب

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

احمد نژاد، سید عبدالوهاب

(لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس شرکت نفت پاسارگاد

تاجی، مرضیه

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

چرمزاده، مهرناز

(کارشناسی ارشد شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت صنایع شیمیایی

شبنم خوزستان

حاتمی، امیر

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت ملی حفاری

دستوری رزاز، مهدی

(فوق لیسانس شیمی)

مدیر فنی آزمایشگاه شرکت نفت پاسارگاد

دوستی خواه، سمیرا

(کارشناسی ارشد شیمی)

کارشناس شرکت کیمیا کنکاش جندی

شاپور

رافعی پور، مرجان

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت دانش پیشرو اکسین

مدیر کنترل کیفی شرکت فناوران اروند

سیرکی، نرگس
(فوق لیسانس فیتو شیمی)

کارشناس شرکت تابان صنعت نخست

عبدالهی، نرگس
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت پارس لیان اروند

کریمی چشمه علی، مریم
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

نظری رهبری، مرجان
(کارشناسی ارشد 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
۲	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ اصول آزمون
۳	۵ مواد و/یا واکنشگرها
۳	۶ وسایل
۵	۷ نمونه برداری
۶	۸ روش انجام آزمون
۸	۹ روش انجام آزمون (برای باقی مانده کربن در مورد 10% کسر حجمی باقی مانده تقطیر)
۹	۱۰ محاسبات
۹	۱۱ دقت و انحراف
۱۰	۱۲ گزارش آزمون
۱۱	پیوست الف (اطلاعاتی) همبستگی با استانداردهای دیگر
۱۲	پیوست ب (اطلاعاتی) تذکراتی مفید برای آزمون گر

پیش گفتار

استاندارد " فرآورده های نفتی- اندازه گیری باقی مانده کربن به روش میکرو " نخستین بار در سال ۱۳۸۳ تدوین شد. این استاندارد بر اساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط شرکت پرشیا پژوهش شریف و تایید کمیسیون های مربوط برای اولین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در پنجاه و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد فرآورده های نفتی مورخ ۱۳۹۳/۱۲/۱۷ تصویب شد. اینک این استاندارد 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 تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۸۱۳۷ : سال ۱۳۸۳ است.

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

ASTM D 4530 : 2011, Standard Test Method for Determination of Carbon Residue (Micro Method)

فرآورده‌های نفتی - اندازه‌گیری باقی‌مانده کربن به روش میکرو

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 مقدار باقی‌مانده کربن (یادآوری را ببینید) تشکیل شده پس از تبخیر و پیرولیز مواد نفتی تحت شرایط خاص و به منظور فراهم آوردن برخی شاخص‌های تمایل نسبی این مواد به تشکیل کک است.

نتایج آزمون این استاندارد معادل آزمون باقی‌مانده کربن به روش کنرادسون (استاندارد ملی ایران شماره ۲۹۳۹) است.

یادآوری - این استاندارد، اصلاح شده روش اصلی و وسایل برای باقی‌مانده کربن مواد نفتی است و روش وزن سنجی گرمایی روش کاربردی دیگری است به هر حال کاربر روش مسئول برقراری شرایط کاری به منظور به دست آوردن نتایج معادل هنگام استفاده از روش وزن سنجی گرمایی می‌باشد.

این استاندارد برای فرآورده‌های نفتی که هنگام تقطیر در فشار اتمسفری به طور جزئی تخریب شده و برای مقادیر باقی‌مانده کربن 0.10% کسر جرمی تا 30% کسر جرمی کاربرد دارد. توصیه می‌شود نمونه‌های با مقدار باقی‌مانده کم‌تر از 0.10% کسر جرمی برای حذف 90% کسر حجمی محتوی بالن (بند ۸ را ببینید) تقطیر شوند و سپس 10% ته‌مانده^۱ برای اندازه‌گیری باقی‌مانده کربن استفاده شود.

فرآورده‌های نفتی حاوی اجزای تشکیل دهنده خاکستر که خاکستر آنها مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۲۵۴۵ تعیین می‌شود، یا مواد افزودنی غیر فرار موجود در نمونه به مقدار باقی‌مانده کربن افزوده شده و به عنوان قسمتی از مقدار کل باقی‌مانده کربن گزارش می‌شوند.

وجود الکیل نیترات‌ها (مانند آمیل نیترات، هگزیل نیترات یا اکتیل نیترات) در سوخت‌های دیزل، مقدار باقی‌مانده کربن را بیشتر از مقدار مشاهده شده در سوخت‌های تصفیه نشده نشان می‌دهد و نتایج نادرستی از تمایل به تشکیل کک برای این نوع سوخت‌ها می‌دهد. حضور الکیل نیترات در سوخت مطابق روش ارائه شده در استاندارد ملی ایران شماره ۷۱۳۳ تشخیص داده می‌شود.

مقدار باقی‌مانده کربن مواد نفتی گوناگون به عنوان تقریبی از تمایل مواد برای تشکیل رسوب‌های از نوع کربنی تحت شرایط تخریب مشابه با شرایط استفاده شده در روش آزمون به کار رفته و می‌تواند به عنوان یک راهنما در تولید خوراک‌های خاص مفید باشد. با این وجود در تفسیر نتایج باید احتیاط شود. این استاندارد نسبت به استاندارد ۲۹۳۹ مزایایی همچون کنترل بهتر شرایط، نمونه‌های کوچک‌تر و دقت کم‌تر آزمون‌گر دارد.

هنگامی که نگه‌دارنده ویال نشان داده شده در شکل ۱ منحصرًا برای تجزیه نمونه استفاده می‌شود، حداکثر تا ۱۲ نمونه شامل یک نمونه کنترل را می‌توان به طور همزمان آزمون کرد.

هشدار- جیوه توسط بسیاری از آژانس‌های قانونی به عنوان یک ماده خطرناک شناخته شده است که می‌تواند به سیستم اعصاب مرکزی، کبد و کلیه آسیب برساند. جیوه یا بخار آن برای سلامتی مضر بوده و خورنده مواد است. هنگام کار با جیوه و محصولات حاوی جیوه با احتیاط رفتار کنید. برای جزئیات بیش‌تر برگه داده‌های ایمنی مواد (MSDS)^۱ و وب سایت EPA را ببینید.

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 ۲۵۴۵، پارافین جامد - روش اندازه‌گیری مقدار خاکستر
- ۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲۹۳۹، اندازه‌گیری کربن باقی‌مانده در فرآورده‌های نفتی به روش کنرادسون
- ۳-۲ استاندارد ملی ایران به شماره ۴۱۸۹، روش‌های نمونه برداری دستی از مواد و فرآورده‌های نفتی
- ۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۶۷۹۴، دماسنج‌های مایع در شیشه-روش‌های بازرسی و بررسی
- ۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۲۳۳، فرآورده‌های نفتی - سوخت‌های دیزلی اندازه‌گیری آلکیل نیترات-روش طیف سنجی

2-6 ASTM D 4177, Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products

2-7 ASTM E133, Specification for Distillation Equipment

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاح و تعریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

باقی‌مانده کربن

باقی‌مانده کربن حاصل از تبخیر و تخریب حرارتی مواد حاوی کربن

یادآوری- مواد باقی مانده کاملاً از کربن تشکیل نشده است بلکه ککی است که در اثر پیرولیز کربن، می تواند تغییر بیش تری کند.

۴ اصول آزمون

مقدار وزن شده ای از نمونه در یک ویال شیشه ای قرار گرفته و در دمای 500°C تحت یک جریان گاز خنثی (نیتروژن) با یک روش کنترل شده در مدت زمان معین حرارت داده می شود. نمونه تحت واکنش کک شدن قرار گرفته و مواد فرار تشکیل شده در حین واکنش ها توسط گاز نیتروژن بیرون رانده می شوند. باقی مانده کربنی برحسب درصد نمونه اصلی و به عنوان باقی مانده کربن میکرو گزارش می شود. هنگامی که انتظار می رود نتیجه آزمون کم تر از 0.10% کسر جرمی باشد، نمونه را می توان قبل از انجام آزمون برای به دست آوردن 10% کسر حجمی ته مانده تقطیر کرد.

۵ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۵ نیتروژن، با حداقل خلوص 99.998% به همراه وسیله تنظیم فشار صفر تا 200 kPa سیلندرهای نیتروژن از درجه صفر (99.998%) برای استفاده مناسب می باشند.

۶ وسایل

۱-۶ ویال های شیشه ای نمونه ، با گنجایش 2 ml ، قطر خارجی 12 mm و بلندی تقریبی 35 mm

۲-۶ ویال های شیشه ای نمونه بزرگتر ، با گنجایش 15 ml ، قطر خارجی 20.5 mm تا 21 mm و بلندی $70\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$. برای نمونه هایی که باقی مانده حاصل مورد انتظار کمتر از 0.10% کسر جرمی باشد، می تواند استفاده شود به طوری که اختلاف جرم قابل ارزیابی بیش تری را بتوان تعیین کرد. توجه شود که عبارات دقت برای روش آزمون فقط با استفاده از ویال های شیشه ای با ظرفیت 2 ml (با باقی مانده نمونه بین 0.3% تا 26% کسر جرمی اندازه گیری شود و عبارات دقت مربوطه با استفاده از ویال های شیشه ای بزرگ تر نمونه اندازه گیری نشود.

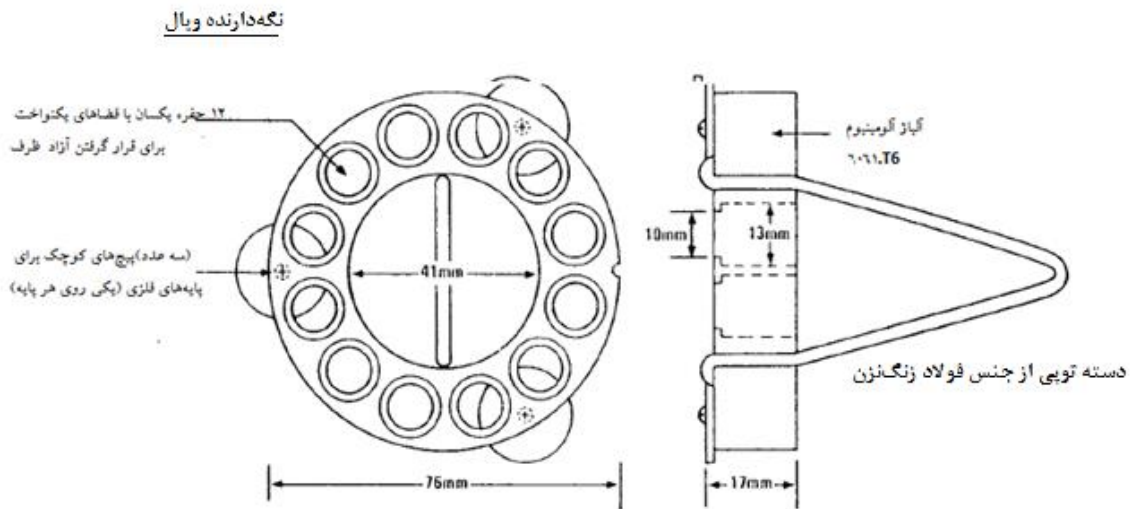
۳-۶ قطره چکان چشمی، سرنگ، یا لوله مدرج کوچک، مناسب برای انتقال نمونه

۴-۶ گرم خانه کک سازی، دارای یک محفظه گرمایی گردشی با قطر تقریبی 85 mm و عمق 100 mm با قابلیت ایجاد گرما با نرخ $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ تا $40^{\circ}\text{C}/\text{min}$ تا رسیدن به دمای 500°C همچنین دارای دریچه تخلیه برای عبور نیتروژن از محفظه گرم خانه با قطر داخلی 13 mm (ورودی نزدیک بالا و خروجی در مرکز کف). گرم خانه دارای حسگر دمایی است که در کنار محفظه گرم خانه بدون تماس با ویال های نمونه قرار گرفته و به

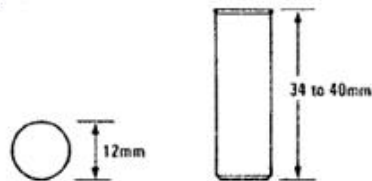
وسيله دريچه اي از نشت هوا جلوگیری می کند همچنین دارای یک تله قابل جدا شدن برای محصول تراکم است که در پایین محفظه گرمخانه قرار دارد. شکل ۲ را ببینید.

۵-۶ نگه‌دارنده ویال نمونه، شامل یک قطعه استوانه‌ای از جنس آلومینیوم است با قطر تقریبی ۷۶ mm و ضخامت ۱۶ mm دارای ۱۲ حفره که فواصل یکسان دارند (برای ویال‌ها) و قطر و عمق هر کدام ۱۳ mm است. حفره ها باید در یک الگوی چرخشی به فاصله تقریبی ۳ mm از لبه، مرتب شده باشند. نگه‌دارنده باید دارای پایه‌هایی به طول ۶ mm و وسیله‌ای راهنما جهت قرار گرفتن در مرکز محفظه گرمخانه و یک علامت شاخص روی جدار که به عنوان مرجع وضعیت به کار می رود. یک نگه‌دارنده ویال نمونه در شکل ۱ نشان داده شده است.

۶-۶ یک نگه‌دارنده ویال نمونه استاندارد اصلاح شده (شکل ۱ را ببینید)، هنگامی که ویال‌های نمونه شیشه‌ای بزرگ‌تر استفاده می‌شود، نیاز است. نگه‌دارنده ویال نمونه اصلاح شده در ماهیت با نگه‌دارنده ویال ۱۲ حفره‌ای مشابه است به جز این که شش حفره (برای ویال‌ها) با قطر $0.1 \text{ mm} \pm 2.1 \text{ mm}$ و عمق تقریبی ۱۶ mm داشته که با فواصل یکسان در یک الگوی چرخشی آرایش یافته‌اند.



ویال
شیشه سوده-آهکی



شکل ۱- ویال و نگه‌دارنده ویال نمونه

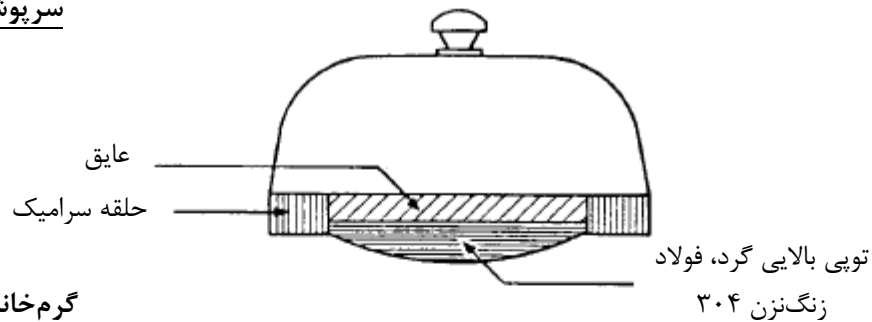
۶-۷ ترموکوپل، مناسب برای کنترل کردن و محدوده دمایی مورد نظر با خروجی دمای خارجی بر حسب درجه سلسیوس

۶-۸ ترازوی تجزیه‌ای، با حساسیت $\pm 0.1 \text{ mg}$ با ظرفیت توزین حداقل 20 g

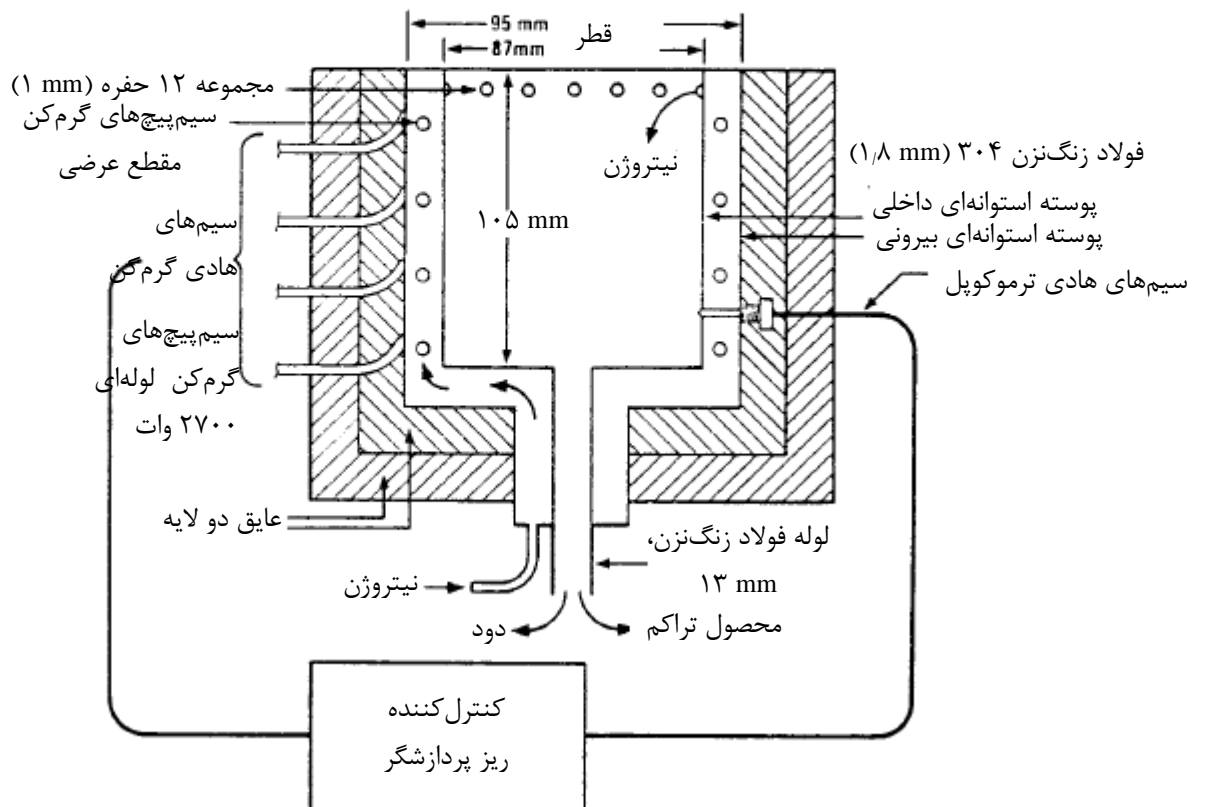
۷ نمونه برداری

نمونه برداری را مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹ و استاندارد ASTM D 4177 با اطمینان از این که نمونه نماینده‌ای از ماده مورد آزمون به دست آمده است، انجام دهید.

سربوش



گرم‌خانه



شکل ۲- گرم‌خانه کک‌سازی و سربوش

۸ روش انجام آزمون

۸-۱ آماده‌سازی نمونه

۸-۱-۱ جرم هر ویال نمونه تمیز مورد استفاده در تجزیه نمونه را اندازه‌گیری و جرم را با تقریب 0.1 mg یادداشت کنید.

۸-۱-۲ در هنگام توزین و پر کردن به منظور کاهش خطای توزین ویال‌ها را با انبرک جابه‌جا کنید. ویال‌های نمونه را بعد از استفاده دور بریزید.

۸-۱-۳ فرض شده است که نمونه نماینده‌ای از ذخیره یا فرایند برای استفاده آزمایشگاه مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۴۰۵۷ یا استاندارد مشابه به دست آمده است. نمونه مورد آزمون را کاملاً هم بزنید، اگر لازم باشد اول آن را برای کاهش گرانی، گرم کنید. اگر نمونه‌ها مایع همگن باشند، می‌توان مستقیماً آن‌ها را با استفاده از یک میله، سرنگ یا قطره چکان چشمی به ویال‌ها انتقال داد. نمونه‌های جامد، ممکن است گرم شوند یا با نیتروژن مایع منجمد شوند و سپس به تکه‌های قابل کنترل خرد شوند.

۸-۱-۴ جرم مقدار مناسبی از نمونه را (جدول ۱ را ببینید) را به درون ویال نمونه وزن شده انتقال دهید و با تقریب 0.1 mg دوباره وزن و یادداشت کنید. ویال‌های نمونه را در نگاه‌دارنده ویال (تا ۱۲ عدد) قرار داده و موقعیت هر نمونه را با توجه به علامت شاخص، در نظر بگیرید.

یادآوری- یک نمونه کنترل ممکن است در هر بهر از نمونه‌هایی که مورد آزمون قرار می‌گیرند، وجود داشته باشد، توصیه می‌شود این نمونه کنترل، یک نمونه معمول باشد که حداقل ۲۰ مرتبه در همان دستگاه به منظور مشخص کردن یک درصد متوسط باقی‌مانده کربن و انحراف استاندارد، مورد آزمون قرار گرفته است. در صورتی که نتایج نمونه کنترل در حدود درصد متوسط باقیمانده کربن به علاوه/منهای سه برابر انحراف استاندارد باشد، نتایج برای هر بهر قابل قبول می‌باشند. نتایج کنترل که خارج از این حدود باشند، مشکلات روش یا دستگاه را نشان می‌دهند.

جدول ۱- راهنما برای مقادیر نمونه

مقدار نمونه پیشنهاد شده (g)	باقی‌مانده کربن مورد انتظار (% کسر جرمی)	توصیف نمونه
0.15 ± 0.05	کمتر از ۵	سیاه، ویسکوز یا جامد
0.5 ± 0.1	بین ۱ تا ۵	قهوه‌ای، ویسکوز
1.5 ± 0.5	۰.۱ تا کمتر از ۱	سازگاری روغن روان ساز و ظاهر، % ۱۰ ته‌مانده مواد حاصل از تقطیر
5.0 ± 1.0	کمتر از ۰.۱	فقط ویال‌های بزرگ
1.5 ± 0.5	کمتر از ۰.۱	فقط ویال‌های کوچک

۸-۲ فرآوری نمونه‌ها

۸-۲-۱ نگه‌دارنده ویال را درون محفظه گرمخانه در دمای کمتر از 100°C قرار داده و سرپوش را محکم کنید. گاز نیتروژن را به مدت حداقل ۱۰ دقیقه با سرعت 600 ml/min عبور دهید. سپس سرعت عبور را به 150 ml/min کاهش داده و گرمخانه را به آرامی تا دمای 500°C با سرعت 10°C/min تا 15°C/min گرم کنید.

۸-۲-۲ اگر کف کردن یا پخش شدن نمونه باعث کاهش آن شود، در این حالت نمونه را دور ریخته و آزمون را تکرار کنید.

یادآوری- پاشش ممکن است به دلیل وجود آب باشد که می‌توان آن را با گرم کردن آرام نمونه تحت خلاء کاهش یافته و به دنبال آن جاروب کردن توسط نیتروژن حذف کرد. به طور جایگزین می‌توان از اندازه نمونه کم‌تری استفاده کرد.

گرمخانه را در دمای $2^{\circ}\text{C} \pm 500^{\circ}\text{C}$ به مدت ۱۵ دقیقه نگه دارید. سپس کوره را خاموش کرده و بگذارید گرمخانه با عبور گاز نیتروژن با سرعت 600 ml/min خنک شود. وقتی که دمای گرمخانه به پایین‌تر از 250°C رسید، ویال نگه‌دارنده را جهت سرد کردن بیشتر به دسیکاتور منتقل کنید. بعد از این که نمونه‌ها را از گرمخانه خارج کردید، عبور گاز نیتروژن را متوقف کنید.

هشدار- در مدت زمان چرخه گرم کردن، درب گرمخانه را باز نکنید، ورود هوا (اکسیژن) باعث اشتعال نمونه و خرابی آزمون می‌شود. (به علت طراحی گرمخانه و مواد، چنین اشتعالی معمولاً برای کاربر خطرناک نیست). تا زمانی که دمای گرمخانه در مرحله سرد کردن به زیر 250°C نرسیده است، درب آن را باز نکنید. جریان نیتروژن را تا بعد از خارج کردن نگه‌دارنده ویال‌ها از گرمخانه ادامه دهید.

هشدار- گرمخانه کک‌سازی را درون هود آزمایشگاهی به منظور تهویه ایمن دود و بخارات قرار دهید.

هشدار- در صورتی که لوله تهویه استفاده می‌شود، به منظور اجتناب از ایجاد فشار منفی، آن را به طور مستقیم به دودکش خروجی در لوله متصل نکنید.

یادآوری- اگر آزمون دیگری لازم است انجام شود، دریچه را کنار زده تا سریعتر سرد شود. آزمون بعدی وقتی که گرمخانه تا زیر 100°C سرد شد، می‌تواند شروع شود.

۸-۳ توزین نهایی، ویال‌های نمونه (نگهداری شده در محل نگه‌دارنده ویال) را به دسیکاتور انتقال داده و اجازه دهید تا دمای اتاق خنک شود. ویال‌های سرد شده را با تقریب 0.1 mg توزین و یادداشت کنید. ویال‌ها را با انبرک جابه‌جا کنید. ویال‌های نمونه شیشه‌ای استفاده شده را دور بیندازید.

۸-۴ گاهی اوقات تله ماده متراکم در پایین محفظه گرمخانه را بررسی کنید و در صورت لزوم آن را خالی و عوض کنید.

هشدار- باقی‌مانده متراکم شده درون تله ممکن است دارای مواد سرطان‌زا باشد، از تماس با آن‌ها اجتناب کنید. آن‌ها باید به طور مناسب و بر اساس دستورالعمل قابل قبولی دفن شوند.

۹ روش انجام آزمون (برای باقی مانده کربن در مورد ۱۰٪ کسر حجمی باقی مانده تقطیر)

۱-۹ این روش کار برای مواد تقطیر شده سبک مانند نفت کوره نوع ASTM 1 و ASTM 2 یا موادی با کربن باقی مانده مورد انتظار کمتر از ۰/۱٪ کسر جرمی کاربرد دارد.

۲-۹ به منظور انجام تقطیر به ۱۰۰ ml یا ۲۰۰ ml از حجم اولیه جهت جمع آوری مقدار کافی از باقی مانده کربن ۱۰٪ کسر حجمی در این روش نیاز است. برای انجام تقطیر با ۱۰۰ ml نمونه، دستگاه تقطیر را مطابق استاندارد ASTM E133 با استفاده از بالن تقطیر با حجم حباب بالن ۱۲۵ ml (B) و قطر دهانه ۵۰ mm و استوانه مدرج با ظرفیت ۱۰۰ ml (B) سوار کنید. برای انجام تقطیر با ۲۰۰ ml نمونه، دستگاه تقطیر را مطابق استاندارد ASTM E133 با استفاده از بالن تقطیر با حجم بالن ۲۵۰ ml (D) و قطر دهانه ۵۰ mm و استوانه مدرج با ظرفیت ۲۰۰ ml (C) سوار کنید. دماسنج نیاز نیست اما استفاده از دماسنج تقطیر 8C یا 8F مطابق استاندارد ASTM E 1 یا دماسنج 6C مطابق استاندارد IP توصیه می شود.

۳-۹ بسته به بالن تقطیر استفاده شده، ۱۰۰ ml یا ۲۰۰ ml از نمونه (اندازه گیری شده در دمای محیط) را در بالن تقطیر وزن شده که در دمای بین 13°C و دمای محیط نگه داشته شده است، بریزید. حمام متراکم کننده را در دمای صفر درجه سلسیوس تا 60°C نگه دارید به گونه ای که یک تفاوت دمایی مناسب برای متراکم کردن نمونه در حالی که از هر گونه جامد شدن مواد مومی در لوله متراکم کننده اجتناب شده، فراهم کند. از همان استوانه مدرجی که با آن نمونه دریافتی اندازه گیری شده بدون تمیزکاری استفاده کنید و آن را به گونه ای قرار دهید که سر متراکم کننده در تماس با دیواره های استوانه نباشد. لازم است دمای دریافتی در همان دمایی (در محدوده $\pm 3^{\circ}\text{C}$) نگه داشته شود که نمونه در شروع آزمون به منظور به دست آمدن یک اندازه گیری حجم درست در بالن دریافتی، برداشته می شود.

۴-۹ بالن تقطیر را به طور یکنواخت حرارت دهید به طوری که اولین قطره تقطیر بین ۱۰ دقیقه تا ۱۵ دقیقه (برای نمونه های ۲۰۰ ml) یا بین ۵ دقیقه تا ۱۵ دقیقه پس از شروع عملیات گرمایش (برای نمونه های ۱۰۰ ml) از متراکم کننده خارج شود. پس از چکیدن اولین قطره، استوانه مدرج را به گونه ای حرکت دهید که سر لوله متراکم کننده در تماس با دیواره استوانه مدرج قرار گیرد. سپس گرما را طوری تنظیم کنید که تقطیر با نرخ یکنواخت ۸ ml تا ۱۰ ml در دقیقه (برای نمونه های ۲۰۰ ml) یا ۴ ml تا ۵ ml در دقیقه (برای نمونه های ۱۰۰ ml) ادامه پیدا کند. برای نمونه های ۲۰۰ ml تقطیر را تا زمانی ادامه دهید که تقریباً ۱۷۸ ml مایع حاصل از تقطیر جمع آوری شود، سپس گرمایش را قطع کرده و بگذارید متراکم کننده تخلیه شود تا ۱۸۰ ml (۹۰٪) کسر حجمی محتویات بالن) مایع در استوانه جمع آوری شود. برای نمونه های ۱۰۰ ml تقطیر را تا زمانی ادامه دهید که ۸۸ ml مایع حاصل از تقطیر جمع آوری شود، سپس گرمایش را قطع کرده و بگذارید متراکم کننده تخلیه شود تا ۹۰ ml (۹۰٪ کسر حجمی محتویات بالن) مایع در استوانه جمع آوری شود.

۵-۹ بلافاصله استوانه را با یک ظرف مناسب مثل ارلن مایر کوچک عوض کرده و تخلیه نهایی را در آن جمع آوری کنید. در حالی که بالن تقطیر هنوز گرم است، باقی مانده تقطیر موجود در آن را به ارلن مایر اضافه

کنید و به خوبی مخلوط کنید. محتویات ارلن مایر نماینده ۱۰٪ کسر حجمی باقی مانده تقطیر حاصل از فراورده اصلی است.

۶-۹ در صورتی که باقی مانده تقطیر برای جریان داشتن آزاد در دمای محیط، خیلی ویسکوز باشد، ضروری است که باقی مانده تقطیر را تا یک دمای مناسب که اجازه دهد قسمتی از ماده به درون ویال توزین شده قبلی برای تجزیه انتقال یابد، گرم کرد. (جدول ۱ را ببینید). بعد از این که ماده در ویال تا دمای محیط خنک شد، جرم نمونه را با تقریب ۰/۱ mg اندازه گیری کرده و آزمون باقی مانده کربن را مطابق روش شرح داده شده در بند ۸ انجام دهید.

۱۰ محاسبات

درصد جرمی باقی مانده کربن را در نمونه اصلی یا ۱۰٪ ته مانده تقطیر نمونه با استفاده از رابطه ۱ محاسبه کنید:

$$\text{درصد باقی مانده کربن} = \frac{A \times 100}{W} \quad (1)$$

که در آن:

A جرم باقیمانده کربن بر حسب گرم؛

W جرم نمونه استفاده شده بر حسب گرم.

۱۱ دقت و انحراف

دقت این روش آزمون به صورت تعیین شده (یادآوری را ببینید) با بررسی آماری نتایج بین آزمایشگاهی به شرح زیر است:

یادآوری- داده های دقت از یک بررسی سریع در سال ۲۰۰۴ به دست آمده است. آزمون مشارکتی^۱ شامل نه آزمایشگاه و شش ماده نفتی بود که روی هر یک، دو بار آزمون انجام شد. گستره مقادیر نمونه ها از ۰/۱٪ کسر جرمی تا ۲۵٪ کسر جرمی بود. هیچ داده دقت یا همبستگی برای نتایج حاصل از ۱۰٪ ته مانده تقطیر یا ویال های ۱۵ ml یا هر دو موجود نیست. با در نظر گرفتن یک بررسی همبستگی جداگانه در سال ۱۹۸۳ که بین روش های آزمون استاندارد ملی ایران شماره ۲۹۳۹ و این استاندارد انجام شد، به بند الف-۱ و شکل الف-۱ مراجعه کنید.

۱-۱۱ تکرارپذیری

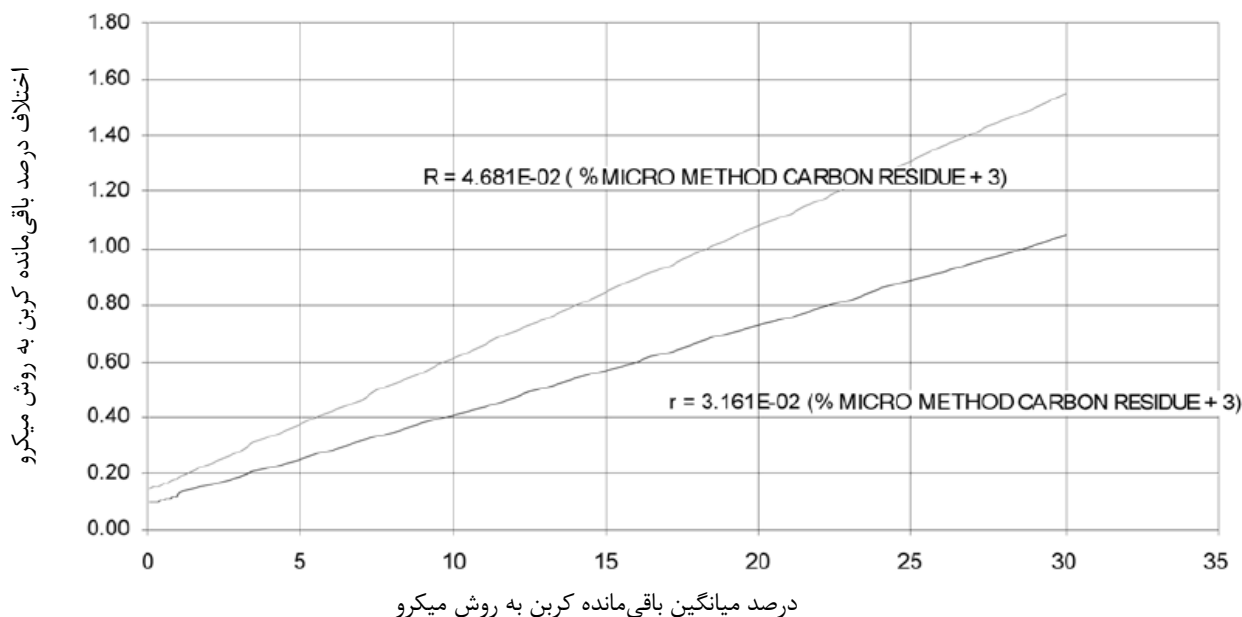
اختلاف بین دو نتیجه آزمون به دست آمده توسط یک آزمون گر با استفاده از وسایل یکسان تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمون یکسان در طولانی مدت، در عملیات معمول و صحیح روش آزمون، فقط در یک مورد از بیست مورد از مقادیر داده شده در شکل ۳ بیش تر شد.

۲-۱۱ تجدیدپذیری

اختلاف بین دو نتیجه منفرد و مستقل به دست آمده توسط آزمون گرهای مختلف در آزمایشگاه های مختلف روی مواد آزمون یکسان در طولانی مدت، در عملیات معمول و صحیح روش آزمون، فقط در یک مورد از بیست مورد از مقادیر داده شده در شکل ۳ بیش تر شد.

1-Round robin

۳-۱۱ انحراف، این روش آزمون بر اساس نتایج تجربی بوده و توضیحاتی درباره انحراف تعیین نشده است.



شکل ۳- داده‌های دقت باقی مانده کربن (میکرو)

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۱۲ روش آزمون استفاده شده مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۸۱۳۷؛
- ۲-۱۲ مقدار حاصل را به عنوان باقیمانده کربن میکرو یا به عنوان باقیمانده کربن میکرو بر روی ۱۰٪ باقیمانده تقطیر، بر حسب درصد؛
- ۳-۱۲ کل جزئیات لازم برای شناسایی کامل نمونه؛
- ۴-۱۲ شرایط آزمون؛
- ۵-۱۲ هر گونه انحراف از روش آزمون مشخص شده؛
- ۶-۱۲ تاریخ انجام آزمون؛
- ۷-۱۲ نام و امضای آزمون‌گر؛
- ۸-۱۲ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به‌طور اختیاری در نظر گرفته می‌شود.

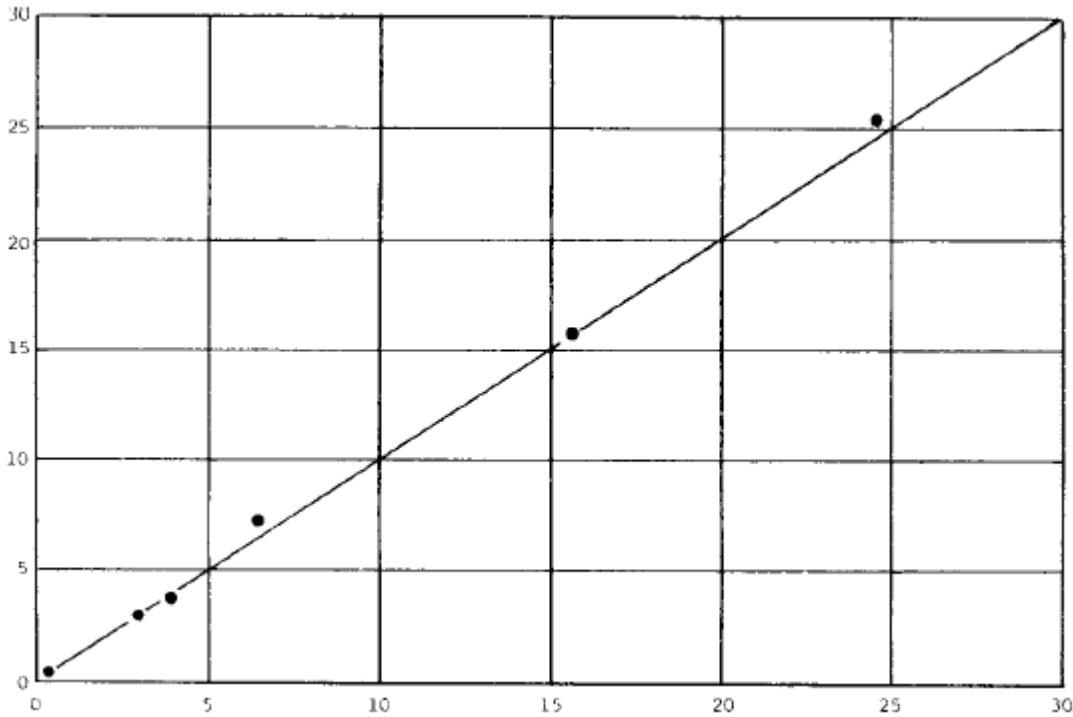
پیوست الف

(اطلاعاتی)

همبستگی با استانداردهای دیگر

الف-۱ بین آزمون باقی مانده کربن به روش میکرو و کنرادسون (استاندارد ملی ایران شماره ۲۹۳۹ را ببینید) در یک برنامه مشارکتی حاوی ۱۸ آزمایشگاه و شش ماده نفتی یک همبستگی استخراج شده است.

الف-۲ تجزیه آماری با استفاده از آزمون‌های t اصلاح شده و تجزیه غیر پارامتری، با در نظر گرفتن دقت‌های دو آزمون، نشان می‌دهد که هیچ اختلافی بین دو روش وجود ندارد. از نظر آماری داده‌های تولید شده با آزمون باقی مانده کربن به روش میکرو، با آزمون باقی مانده کربن کنرادسون یکسان هستند به جز آن که در روش میکرو دقت بهتری به دست می‌آید.



شکل الف ۱- ارتباط داده های آزمون کربن باقیمانده روش کنرادسون و میکرو

پیوست ب

(اطلاعاتی)

نذکراتی مفید برای آزمون گر

ب-۱ توصیه می‌شود یک دریچه تخلیه که مقدار کم دود تولید شده در آزمون باقی‌مانده کربن را خارج می‌کند، فراهم شود. هر گونه مسیر مکش که برای خارج کردن دود استفاده می‌شود، نباید مستقیماً به دودکش وصل شود. بین دودکش و مسیر مکش یک فاصله کوچک قرار دهید. این فاصله از ایجاد فشار منفی داخل دستگاه جلوگیری می‌کند.

ب-۲ بهتر است ویال‌های نمونه را فقط با دستکش یا انبرک جابه‌جا کرد.

ب-۳ ویال‌های نمونه بزرگ‌تر را بهتر است فقط برای روغن‌های شفاف و نمونه‌هایی که انتظار می‌رود، باقی‌مانده‌های کم‌تر از 0.10% کسر جرمی ایجاد کنند، استفاده کرد.

ب-۴ توصیه می‌شود باقی‌مانده نهایی کم‌تر از حدود 50 mg و ترجیحاً حدود 25 mg باشد. در صورت برداشتن نمونه بسیار زیاد، ممکن است مواد حین حرارت دادن، مخصوصاً با روغن‌های باقی‌مانده بالا بجوشند. به منظور راهنمایی برای جرم‌های نمونه پیشنهادی برداشته شده، از رابطه و جدول ارائه شده در این استاندارد، استفاده کنید.

ب-۵ پاشش یا کف کردن نمونه‌ها در طول مرحله حرارت دادن اولیه، ممکن است منجر به حضور آب در نمونه شود. در این صورت یک مقدار کوچک‌تر نمونه را می‌توان استفاده کرد یا آب را می‌توان با حرارت دادن آرام در خلاء و سپس جاروب با نیتروژن خارج کرد.