



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۱۹۰۳

چاپ اول

۱۳۹۵

INSO

21903

1st.Edition

2017

فرآورده‌های نفتی - تعیین باقی مانده‌ها
در گازهای نفتی مایع شده (LP) به
روش کروماتوگرافی گازی با تزریق مایع
روی ستون - روش آزمون

**Petroleum products- Determination of
residues in liquefied petroleum (LP)
gases by gas chromatography with
liquid, on-column injection- Test
method**

ICS:75. 160. 30

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج- ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.org.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.1294 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.org.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد 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.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود 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، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود 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 می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، 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 for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« فرآورده‌های نفتی - تعیین باقی‌مانده‌ها در گازهای نفتی مایع شده (LP) به روش کروماتوگرافی
گازی با تزریق مایع روی ستون - روش آزمون »

سمت و/یا محل اشتغال:

معاون استانداردسازی- اداره کل استاندارد استان خوزستان

رئیس:

خوشنام، فرزانه
(دکترای شیمی)

دبیر:

مدیر عامل - شرکت کیمیا کنکاش جندی شاپور

نظری، یاسر
(کارشناسی ارشد شیمی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

عضو مستقل

جولاباف، الهام
(کارشناسی ارشد شیمی)

کارشناس - شرکت کیمیا کنکاش جندی شاپور

چرمزاده، مهرناز
(کارشناسی ارشد شیمی)

کارشناس تدوین- اداره کل استاندارد استان خوزستان

دایی، مینا
(کارشناسی ارشد شیمی)

مسئول کنترل کیفیت- شرکت نفت پاسارگاد

دستوری رزاز، مهدی
(کارشناسی ارشد شیمی)

کارشناس ارشد- دانشگاه نفت اهواز

رضایی نژاد، رامش
(کارشناسی ارشد شیمی)

کارشناس - شرکت بهره‌برداری نفت و گاز کارون

سلیمانی، مهدی
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

عضو مستقل

شمس، لیلا
(کارشناسی ارشد شیمی)

کارشناس ارشد- مناطق نفت خیز جنوب

صفیان، غلامعباس
(کارشناسی ارشد مهندسی نفت)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

قدمی، رضا

(کارشناسی ارشد مهندسی نفت)

مکوندی، علی

(کارشناسی ارشد شیمی)

ویراستار:

دایی، مینا

(کارشناسی ارشد شیمی)

سمت و/یا محل اشتغال:

اپراتور ارشد اتاق کنترل - پتروشیمی بوعلی سینا ماهشهر

کارشناس آزمایشگاه واحد HD - پتروشیمی امیرکبیر

کارشناس تدوین - اداره کل استاندارد استان خوزستان

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ اصول آزمون
۴	۵ هدف و کاربرد
۴	۶ وسایل
۹	۷ مواد و/ یا واکنشگرها
۱۰	۸ خطرات
۱۱	۹ آماده‌سازی وسایل
۱۱	۱۰ کالیبراسیون
۱۳	۱۱ روش اجرای آزمون
۱۴	۱۲ محاسبه یا تفسیر نتایج
۱۶	۱۳ کنترل کیفیت
۱۷	۱۴ دقت و اریبی
۱۸	۱۵ گزارش آزمون
۱۹	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) محاسبه چگالی گازهای نفتی مایع شده و تصحیح نتایج باقی‌مانده
۲۳	پیوست ب (آگاهی‌دهنده) پایش کنترل کیفیت
۲۴	پیوست پ (آگاهی‌دهنده) آنالیز بنزن، تولوئن و هیدروکربن‌های C ₇ تا C ₁₀
۲۶	پیوست ت (آگاهی‌دهنده) آنالیز دی‌ایزوپروپانول آمین (DIPA)
۲۸	پیوست ث (آگاهی‌دهنده) بررسی خطی بودن آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای
۲۹	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد «فرآورده‌های نفتی - تعیین باقی‌مانده‌ها در گازهای نفتی (LP) مایع‌شده به روش کروماتوگرافی گازی با تزریق مایع روی ستون - روش آزمون» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط تهیه و تدوین شده است، در نود و نهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد تجهیزات و فرآورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۵/۱۲/۸ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران - ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون‌های مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

منبع و مأخذی (منابع و مأخذی) که برای تهیه و تدوین این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ASTM D 7756 : 2013, Standard Test Method for Residues in Liquefied Petroleum (LP) Gases by Gas Chromatography with Liquid, On-Column Injection

فرآورده‌های نفتی - تعیین باقی‌مانده‌ها در گازهای نفتی مایع‌شده (LP) به روش کروماتوگرافی گازی با تزریق مایع روی ستون-روش آزمون

هشدار- در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی درج نشده است. در صورت مواجهه با چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط بهداشت و ایمنی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر می‌باشد.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش اندازه‌گیری مواد هیدروکربنی محلول، که گاهی اوقات «باقی‌مانده روغنی» نامیده می‌شوند و ممکن است در گازهای نفتی مایع‌شده (LPG)^۱ وجود داشته باشند و اساساً فراریت کم‌تر از فرآورده‌های گازهای نفتی مایع‌شده دارند، با استفاده از کروماتوگرافی گازی است.

این استاندارد برای اندازه‌گیری باقی‌مانده در گازهای نفتی مایع‌شده با گستره ۱۰ mg/kg (قسمت در میلیون جرمی) تا ۶۰۰ mg/kg (قسمت در میلیون جرمی) با نقطه جوش بین ۱۷۴°C و ۵۲۲°C (C₁₀ تا C₄₀) کاربرد دارد.

این استاندارد برای مواد با نقطه جوش بالاتر یا موادی که به‌طور ثابت به ستون کروماتوگرافی می‌چسبند، کاربرد ندارد.

در پیوست‌های پ و ت کاربردهای دیگری که می‌توان بر اساس سخت‌افزار و روش‌های شرح داده شده در این استاندارد انجام داد، ارائه شده‌اند. پیوست پ روش آزمونی برای توسعه گستره آنالیز به بنزن و پیوست ت روش آزمونی برای آنالیز دی‌ایزوپروپانول آمین در گازهای نفتی مایع‌شده را شرح می‌دهد.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

1 - Liquefied petroleum gases

- 2-1** ASTM D 1265, Practice for Sampling Liquefied Petroleum (LP) Gases, Manual Method
یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۷۲۴۷: سال ۱۳۹۳، فراورده‌های نفتی - گازهای نفتی مایع شده - نمونه‌برداری به روش دستی، با استفاده از استاندارد ASTM D 1265:2011 تدوین شده است.
- 2-2** ASTM D 1835, Specification for Liquefied Petroleum (LP) Gases
- 2-3** ASTM D 2158, Test Method for Residues in Liquefied Petroleum (LP) Gases
- 2-4** ASTM D 2163, Test Method for Analysis of Liquefied Petroleum (LP) Gases and Propene Concentrates by Gas Chromatography
- 2-5** ASTM D 2421, Practice Practice for Interconversion of Analysis of C₅ and Lighter Hydrocarbons to Gas-Volume, Liquid-Volume, or Mass Basis
- 2-6** ASTM D 2598, Practice for Calculation of Certain Physical Properties of Liquefied Petroleum (LP) Gases from Compositional Analysis
یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۵۷۶: سال ۱۳۹۴، گازهای نفتی مایع شده (LP)، محاسبه خواص فیزیکی معین از آنالیز ترکیبی، با استفاده از استاندارد ASTM D 2598: 2012 تدوین شده است.
- 2-7** ASTM D 3700, Practice for Obtaining LPG Samples Using a Floating Piston Cylinder
- 2-8** ASTM D 6299, Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance
- 2-9** ASTM D 6300, Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants
- 2-10** ASTM D 6667, Test Method for Determination of Total Volatile Sulfur in Gaseous Hydrocarbons and Liquefied Petroleum Gases by Ultraviolet Fluorescence
- 2-11** ASTM E 355, Practice for Gas Chromatography Terms and Relationships
- 2-12** ASTM E 594, Practice for Testing Flame Ionization Detectors Used in Gas or Supercritical Fluid Chromatography

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد علاوه بر اصطلاحات و تعاریف تعیین شده در استانداردهای ASTM E 355، ASTM E 594 و ASTM D 1835 اصطلاحات و تعاریف زیر نیز به کار می‌روند.

۱-۳

تزریق کننده گاز مایع شده فشار بالا

high pressure liquefied gas injector

دستگاه ورود نمونه که نمونه‌های گاز مایع شده را تحت فشار و دمای اتاق به‌طور مستقیم به ستون کروماتوگرافی تزریق می‌کند و در نتیجه نمونه را در طول فرآیند تزریق، در فاز مایع نگه‌داری می‌کند.

۲-۳

ایستگاه فشار

pressure station

وسیله‌ای که نیتروژن فشار بالا را برای یک سیلندر نمونه مناسب تامین می‌کند و بنابراین نمونه را در طول فرآیند تزریق در فاز مایع، نگه می‌دارد.

۴ اصول آزمون

۱-۴ یک سیلندر نمونه LPG با استفاده از نیتروژن یا هلیوم تا رسیدن به فشار ۲۵۰۰ kPa تحت فشار قرار می‌گیرد.

۲-۴ سیستم تزریق با LPG در فاز مایع و در دمای اتاق شسته می‌شود.

۳-۴ بعد از شستشو، دستگاه تزریق در دریچه تزریق کننده دستگاه کروماتوگرافی گازی قرار گرفته و LPG (زمان فعال‌سازی ۲۵ میلی‌ثانیه معادل با ۳۰ μl) از طریق یک شیر فشار بالا و سوزن که درون تزریق کننده روی ستون سرد با حجم بالا قرار گرفته، وارد می‌شود.

۴-۴ کروماتوگراف گازی مجهز به یک دریچه حلال است که مقدار زیادی از اجزای سبک LPG را خارج از سیستم تجزیه‌ای حرکت داده و اجزای موردنظر را باقی می‌گذارد.

۵-۴ باقی‌مانده روغنی مورداندازه‌گیری، روی پیش‌ستون نگه‌داشته می‌شود.

۶-۴ بعد از تخلیه LPG، جریان از پیش‌ستون به ستون تجزیه‌ای وارد و برنامه دمایی آغاز می‌شود.

۷-۴ آلاینده‌های باقی‌مانده روغنی، جداسازی شده و بر اساس اختلاف دمای نقطه جوش، شناسایی می‌شوند.

۸-۴ باقی‌مانده کل با استفاده از مجموع مساحت اجزای تشکیل‌دهنده متناظر با محدوده موردانتظار C₁₀ تا C₄₀ (۱۷۴°C تا ۵۲۲°C) اندازه‌گیری می‌شود.

۵ اهمیت و کاربرد

۱-۵ کنترل در گستره مقدار باقی مانده به صورتی که در استاندارد ASTM D 1835 مشخص شده است، در کاربردهای نهایی LPG، اهمیت قابل ملاحظه‌ای دارد. باقی مانده روغنی در LPG که ممکن است در طول تولید، حمل و نقل یا انبارش ایجاد شود، آلودگی است.

۲-۵ این استاندارد نسبت به روش‌های دستی همچون روش استاندارد ASTM D 2158 که بر اساس تبخیر حجم‌های زیاد از نمونه و سپس تخمین چشمی یا وزن‌سنجی مقدار باقی مانده است، سریع‌تر و بسیار حساس‌تر است.

۳-۵ این استاندارد در اندازه‌گیری باقی مانده‌های (روغنی) سنگین‌تر، با حد کمی ۱۰ mg/kg باقی مانده کل، حساسیت زیادی فراهم می‌کند.

۴-۵ این استاندارد نتایج اطلاعات کمی در مورد ترکیب آلاینده از قبیل محدوده نقطه جوش و اثر انگشت^۱ که در ردیابی منبع یک آلاینده ویژه می‌توانند بسیار مهم باشند، را ارائه می‌دهد.

۶ وسایل

۱-۶ کروماتوگراف گازی (GC)، دستگاه کروماتوگرافی گازی مجهز به یک تزریق‌کننده روی ستون سرد با حجم زیاد (LVOCI)^۲، یک آون ستون قابل برنامه‌ریزی دمایی خطی و یک آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای (FID)^۳. کنترل دما باید قابلیت به دست آوردن تکرارپذیری زمان بازداری ۰/۰۵ دقیقه (۳ ثانیه) در سراسر گستره این آنالیز را داشته باشد.

۲-۶ اکتساب داده، هر انتگرال‌گیر تجاری یا سیستم اکتساب داده کامپیوتری ممکن است برای نمایش علامت آشکارساز کروماتوگرافی و انتگرال‌گیری سطح زیر پیک استفاده شود.

۳-۶ دریچه حلال، یک دریچه کنترل شده برای تخلیه قسمت عمده‌ای از بافت

۴-۶ شکاف بازداری موبینه، از جنس فولاد زنگ‌نزن بدون پوشش. ستون‌های به کار رفته مناسب و شرایط در جدول ۱ ارائه شده‌اند.

۵-۶ پیش ستون نگه‌دارنده، یک ستون با فاز ساکن پلی‌دی‌متیل‌سیلوکسان. ستون‌های به کار رفته مناسب و شرایط در جدول ۱ ارائه شده‌اند.

1 - Fingerprint
2 - Large Volume Cold on-Column Injector
3 - Flame ionization detector

۶-۶ ستون تجزیه‌ای، یک ستون با فاز ساکن پلی‌دی‌متیل‌سیلوکسان. ستون‌های به‌کار رفته مناسب و شرایط در جدول ۱ ارائه شده‌اند.

۷-۶ متصل‌کننده ستون، وسیله اتصال، مناسب برای اتصال بدون نشت شکاف بازداری تا پیش‌ستون نگه‌دارنده. (شکل ۱ را برای مرور شماتیکی اتصالات درون آون GC و اتصالات به شیر دریچه حلال ببینید).

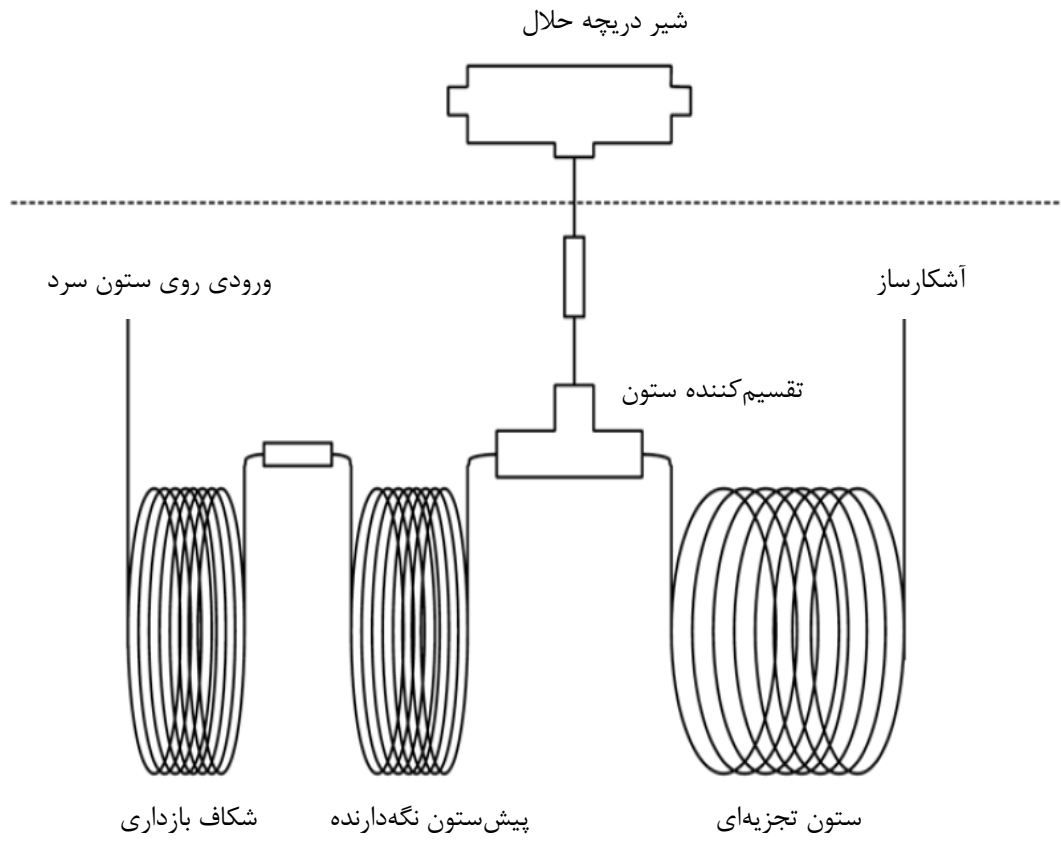
۸-۶ تقسیم‌کننده ستون، تقسیم‌کننده مناسب برای اتصال بدون نشت پیش‌ستون نگه‌دارنده به یک سمت از ستون تجزیه‌ای و مویینه غیرفعال شده سمت دیگر. (شکل ۱ را برای مرور شماتیکی اتصالات درون آون GC و اتصالات به شیر دریچه حلال ببینید).

۹-۶ تزریق‌کننده گاز مایع شده فشار بالا، یک شیر فشار بالا به‌طور مستقیم به سوزنی که در دریچه تزریق GC قرار گرفته متصل شده است و پس از آن به‌منظور ورود یک قسمت نماینده به سیستم GC بدون جداسازی نمونه، شیر باز می‌شود (به شکل ۲ مراجعه شود).

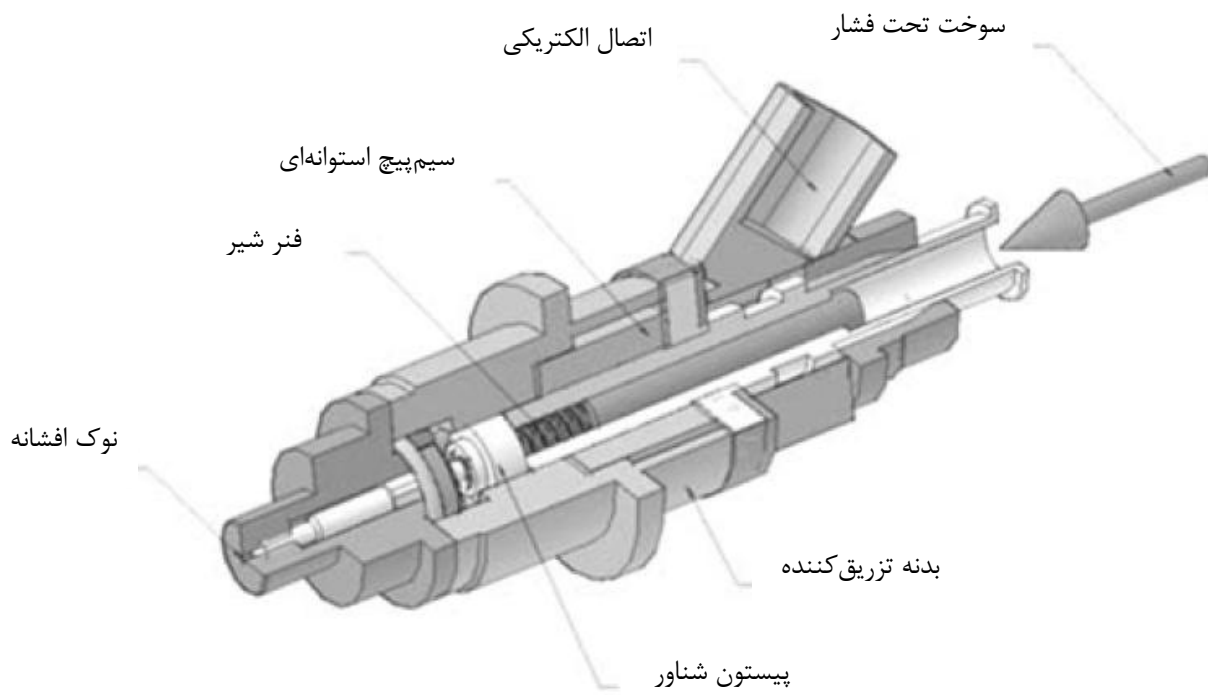
۱۰-۶ ایستگاه فشار، باید این اطمینان را بدهد که نمونه در یک فشار ثابت در فاز مایع است. برای پیکربندی نوعی به شکل ۳ مراجعه شود.

۱۱-۶ نمای کلی ستون نوعی، به شکل ۱ مراجعه شود.

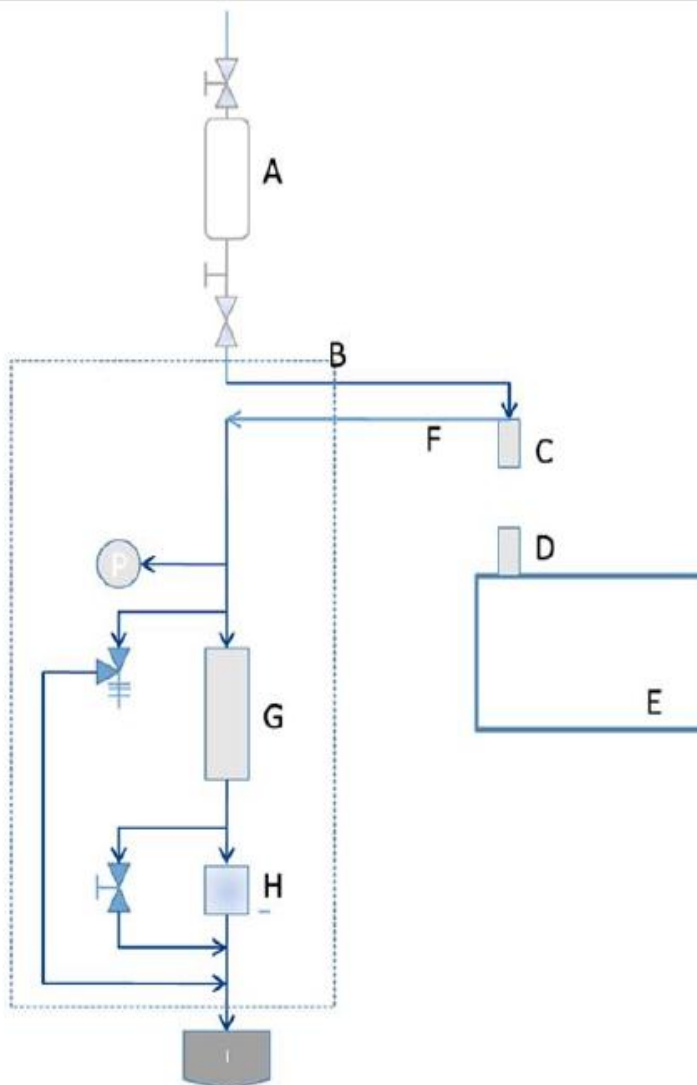
۱۲-۶ شرایط عملیاتی نوعی، به جدول ۱ مراجعه شود.



شکل ۱- نمای کلی اتصالات درون آون GC و اتصالات به شیر دریچه حلال



شکل ۲- شیر فشار بالا



راهنما:

- | | |
|---|---------------------|
| A | سیلندر نمونه |
| B | ورودی مسیر نمونه |
| C | وسیله تزریق |
| D | ورودی روی ستون سرد |
| E | کروماتوگراف گازی |
| F | خروجی مسیر نمونه |
| G | جریان سنج (روتومتر) |
| H | بخارساز |
| I | سیستم پسماند |
| P | فشارسنج |

شکل ۳- پیکربندی نوعی ایستگاه فشار

جدول ۱- شرایط عملیاتی نوعی

برنامه دمایی آون ۳۵°C تا ۳۴۰°C با سرعت ۲۵°C بر دقیقه ۳۴۰°C برای ۱۰ دقیقه ۳۵°C برای ۳ دقیقه	برنامه ورودی
نوع: روی ستون سرد دما: ۶۵°C برای ۳ دقیقه ۵۵°C تا ۳۴۰°C با سرعت ۲۵°C بر دقیقه ۳۴۰°C برای ۹ دقیقه	تنظیمات آشکارساز
جریان هوا: ۴۰۰ ml/min جریان هیدروژن: ۴۰ ml/min جریان گاز جبرانی: ۴۵ ml/min دما: ۳۵۰°C نرخ داده‌ها: ۲۰ هرتز	ستون
شکاف بازداری: مویینه فولاد زنگ‌نزن سولفینرت ^۱ با قطر داخلی ۰/۵۳ میلی‌متر و طول ۵ متر پیش‌ستون نگه‌دارنده: ۳ متر / ۱۰۰٪ دی‌متیل‌پلی‌سیلوکسان: ۰/۵۳ mm و ۲/۶۵ μm ستون تجزیه‌ای: ۱۰۰٪ دی‌متیل‌پلی‌سیلوکسان: ۳۰ m، ۰/۳۲mm، ۰/۲۵ μm جریان نمونه: ۲ ml/min فشار نیتروژن: ۲۵۰۰ kPa فشار تخلیه نیتروژن: ۵۰۰ kPa	ایستگاه فشار
توزیع کننده گاز مایع شده	توزیع کننده گاز مایع شده

۷ مواد و/ یا واکنشگرها

۱-۷ روغن معدنی در مخلوط کالیبراسیون LPG، مخلوط کالیبراسیون گواهی شده با روغن معدنی در LPG. غلظت روغن معدنی باید نزدیک به غلظت موردانتظار آلودگی در نمونه LPG باشد.

۲-۷ روغن معدنی در مخلوط کالیبراسیون پنتان، استاندارد کالیبراسیون روغن معدنی در پنتان را تهیه کنید. مقدار وزن شده را با تقریب میلی گرم روغن معدنی ثبت کرده و غلظت را بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم محاسبه کنید. غلظت روغن معدنی باید نزدیک به غلظت موردانتظار آلودگی در نمونه LPG باشد.

1 - Sulfinert

سولفینرت یک برند تجاری از سیلوکوتک است.

۱-۲-۷ استانداردهای تهیه شده در پنتان، به طور معمول در دمای اتاق مایع هستند و توصیه می‌شود در ظروف مناسب در یخچال نگهداری و پیش از استفاده به سیلندر نمونه منتقل شوند. به طور جایگزین، ممکن است در سیلندرهایی غیرقابل نفوذ نسبت به هوا، نگهداری شوند.

۳-۷ روغن معدنی یا برش هیدروکربنی موضعی، با گستره نقطه جوش حدود C_{10} تا C_{40} . به طور جایگزین، یک برش هیدروکربنی موضعی مشخص شده، در محدوده C_{10} تا C_{40} را می‌توان برای تامین مقایسه کمی و کیفی آلاینده در نمونه به کار رود. توصیه می‌شود، برای اطمینان از این که برش‌های مهم خارج از محدوده C_{10} تا C_{40} قرار نمی‌گیرد، دقت کنید.

۴-۷ استاندارد صحنه‌گذاری، روغن معدنی در پنتان، استاندارد صحنه‌گذاری روغن معدنی در پنتان را تهیه کنید. مقدار وزن شده دقیق را با تقریب میلی گرم روغن معدنی ثبت کرده و غلظت را بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم محاسبه کنید. غلظت روغن معدنی باید نزدیک غلظت موردانتظار آلودگی در نمونه LPG باشد.

۵-۷ استاندارد زمان بازداری نرمال آلکان، مخلوطی حاوی حداقل C_{10} و C_{40} در غلظت (اسمی) 5 mg/l از هر کدام در پنتان یا هپتان حل شود.

۶-۷ حلال، پنتان با درجه خلوص GC

۸ خطرات

۱-۸ خطر آتش‌سوزی LPG به طور قابل ملاحظه وجود دارد و از آن جایی که نقطه جوش LPG می‌تواند تا دمای 41°C - پایین بیاید، خطر سوختگی در اثر انجماد وجود دارد. اقدامات ایمنی مناسب برای جلوگیری از اشتعال یا آتش‌سوزی را انجام داده و تجهیزات حفاظتی مناسب برای ممانعت از تماس پوست با LPG بپوشید.

۲-۸ یک سیستم تهویه آزمایشگاهی مناسب را باید به کار برد.

۳-۸ یک مسیر پسماند مناسب باید نصب شود. ایستگاه فشار و تزریق کننده باید به این مسیر وصل شود. توصیه می‌شود مسیر پسماند به بیرون از ساختمان تخلیه شود.

۴-۸ ایستگاه فشار، سیلندر، تزریق کننده و کنترل کننده باید به صورت مناسب به زمین متصل شوند.

۹ آماده‌سازی وسایل

۹-۱ کروماتوگراف گازی، دستگاه را نصب کرده و عملکرد آن را مطابق دستورالعمل سازنده تصدیق کنید. شرایط عملیاتی نوعی در جدول ۱ نشان داده شده است.

۹-۲ ایستگاه فشار، ایستگاه فشار را مطابق دستورالعمل سازنده نصب کنید. نمونه را عبور داده و برای عدم وجود نشتی به دقت بررسی نمایید.

۹-۳ تزریق کننده گاز مایع شده فشار بالا، مطابق دستورالعمل سازنده نصب کنید.

۹-۴ پیکربندی ستون، ستون‌ها را مطابق شکل ۱ نصب کنید. از اتصالات با حجم مرده پایین استفاده کرده و عدم وجود نشتی را بررسی کنید.

۱۰ کالیبراسیون

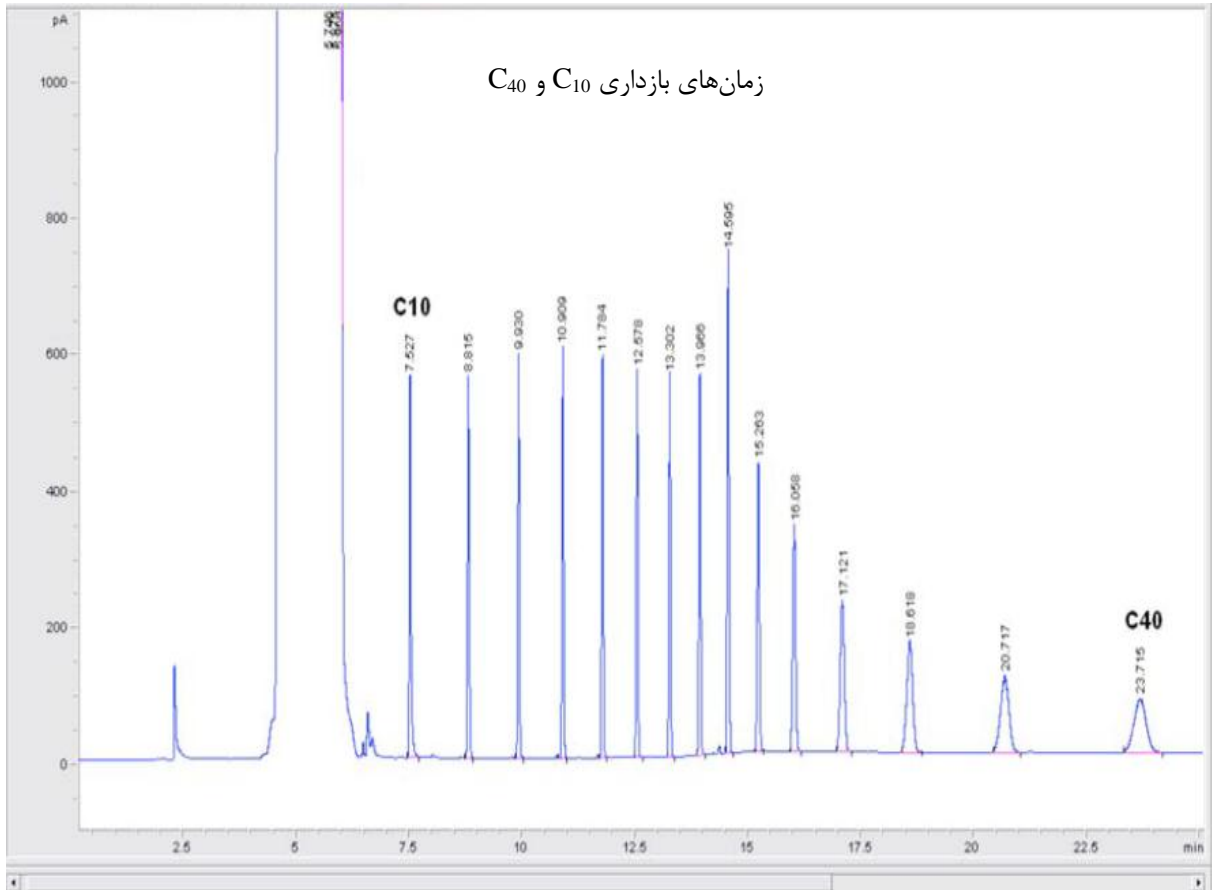
۱۰-۱ هنگامی که نتیجه نمونه صحه‌گذاری خارج از محدوده کنترل کیفیت آماری (SQC)^۱ قابل قبول مطابق بند ۱۳ یا پس از تغییرات در عملکرد سخت‌افزار یا منبع گاز یا هر دو قرار می‌گیرد، یک کالیبراسیون تک نقطه‌ای در زمان راه‌اندازی دستگاه، انجام دهید.

۱۰-۲ برای تصدیق خطی بودن سیستم در گستره باقی‌مانده‌های نمونه موردانتظار، توصیه می‌شود یک بررسی خطی بودن انجام دهید. اطلاعات بیشتر را می‌توان از پیوست ۳ به دست آورد.

۱۰-۳ بدون تزریق نمونه، یک آزمون شاهد انجام دهید. تا زمانی که خط پایه پایدار شود، چند مرتبه GC را تکرار کنید. یک خط پایه هنگامی که علامت شروع و پایان (در pA) دو آزمون شاهد متوالی در محدود ۵٪ باشد، پایدار است. نشتی گازهای آشکارساز یا اجزای با نقطه جوش بالا یا موادی که هنوز از ستون شویس نشده‌اند، ممکن است سبب ایجاد خط پایه ناپایدار شوند. ارتفاع علامت (در pA) در پایان یک آنالیز کالیبراسیون، صحه‌گذاری یا نمونه باید برابر یا بیشتر از خط پایه شاهد باشد. علامت بلندتر از ۵٪ می‌تواند یک ستون آماده‌شده به صورت ضعیف یا شویس اجزای نمونه با نقطه جوش بالاتر از ۵۲۲°C را نشان دهد. برای دستورالعمل‌های آماده‌سازی ستون به برگه داده‌های ستون مراجعه شود.

1 - Statistical Quality Control(SQC)

۴-۱۰ استاندارد زمان بازداری آلکان نرمال (زیربند ۷-۶) را آنالیز کرده و زمان بازداری را برای C₁₀ و C₄₀ ایجاد کنید. توصیه می‌شود جداسازی خط پایه بین حلال و اولین پیک آلکان نرمال (C₁₀) وجود داشته باشد. چنانچه جداسازی کافی نباشد، برنامه دمایی را تنظیم کرده، خط پایه را مجدداً برقرار و سپس استاندارد زمان بازداری را مجدداً آنالیز کنید. یک مثال در شکل ۴ نشان داده شده است.



شکل ۴- کروماتوگرام C₁₀ تا C₄₀

۵-۱۰ مخلوط کالیبراسیون را آنالیز کنید. مخلوط کالیبراسیون در گاز نفتی مایع شده یا در پنتان است (زیربندهای ۱-۷ و ۲-۷).

۶-۱۰ باقی‌مانده روغنی را با جمع کردن مساحت از C₁₀ تا C₄₀، انتگرال‌گیری کنید.

۷-۱۰ ضریب پاسخ را با تقسیم غلظت مشخص بر مساحت کل تعیین کرده و از این ضریب پاسخ برای محاسبه نمونه‌های ناشناخته با فرض این‌که همه اجزای نمونه‌ها همان ضریب پاسخ را دارند، استفاده کنید.

۸-۱۰ نمونه صحه‌گذاری را با استفاده از تزریق‌کننده گاز مایع شده، آنالیز کنید. نمونه صحه‌گذاری را یک بار در روز استفاده، قبل از نمونه‌ها، آنالیز کنید. هنگامی که نتیجه نمونه صحه‌گذاری خارج از محدوده‌های قابل قبول SQC قرار می‌گیرد، مطابق بند ۱۳ آنالیز را تکرار کنید.

۱۱ روش اجرای آزمون

- ۱-۱۱ نمونه نماینده را مطابق استاندارد ASTM D 1265 یا استاندارد ASTM D 3700 جمع‌آوری کنید.
- ۲-۱۱ سیلندر نمونه را به ایستگاه فشار متصل و فشار را حدود 2500 ± 200 kPa تنظیم کنید. حفظ و تولید مجدد این فشار تا حد امکان، به منظور اطمینان از تکرارپذیری تزریق مقدار نمونه مهم است.
- ۳-۱۱ سیلندر را در هر دو طرف باز کرده و نمونه را حدود سه دقیقه با یک نرخ جریان حدود 5 ml/min شستشو دهید.
- ۴-۱۱ نمونه را (زمان رهاسازی^۱ 25 ms در فشار 2500 kPa معادل حدود $30 \mu\text{l}$) تزریق کنید.
- ۵-۱۱ هر نمونه را دو مرتبه آنالیز کنید. چنانچه اختلاف بین نتایج دو آنالیز بیش‌تر از 5% باشد، یک آنالیز دیگر انجام داده و میانگین دو نتیجه نزدیک‌تر را به دست آورید.
- ۶-۱۱ سیلندر نمونه را بعد از تزریق بسته و زیربند ۱۱-۳ را برای تزریق بعدی تکرار کنید. هنگامی که کل آنالیزها به پایان رسیدند، سیلندر نمونه را بسته و فشار سیستم را آزاد کنید. سیلندر نمونه را بردارید.
- ۷-۱۱ باقی‌مانده روغنی را با جمع کردن مساحت C_{10} تا C_{40} انتگرال‌گیری کنید.
- ۸-۱۱ برای تزریق نمونه صحه‌گذاری، یک سیلندر نمونه را با استاندارد پر کنید و از همان روش تزریق نمونه‌های LPG، استفاده کنید.

1 - Trigger pulse

۱۲ محاسبه یا تفسیر نتایج

۱-۱۲ مناسب بودن جداسازی بین پیک بافت^۱ و C₁₀ برای انتگرال گیری درست باقی مانده را تصدیق کنید. یک مثال در شکل ۵ نشان داده شده است.

۲-۱۲ انتگرال گیری را در زمان بازداری C₁₀ یا در نقطه‌ای که شیب پیک حلال به حداقل برسد (دره) شروع کنید. توصیه می‌شود این نقطه بلندتر از دو برابر مقدار خط پایه در pA نباشد.

۳-۱۲ محاسبه بر اساس ضریب پاسخ و تصحیح برای اختلاف در چگالی بین نمونه و مخلوط کالیبراسیون است. تصحیح برای اختلاف در چگالی بین نمونه و استاندارد کالیبراسیون مطابق استاندارد ASTM D 6667 انجام می‌شود (به پیوست الف مراجعه شود).

۴-۱۲ ضریب پاسخ را با استفاده از مخلوط کالیبراسیون از معادله ۱ محاسبه کنید:

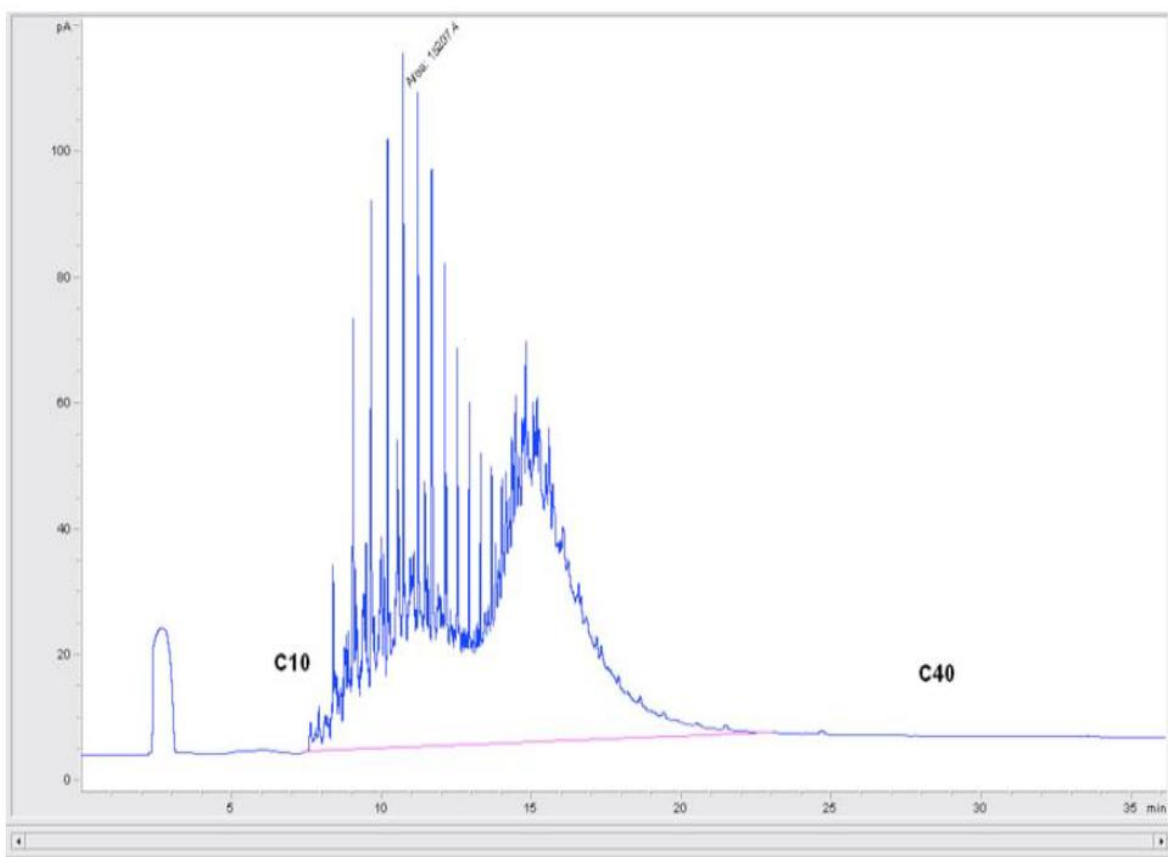
$$Rf = Scg / Ac \quad (1)$$

که در آن:

Rf ضریب پاسخ؛

Scg مقدار روغن معدنی در استاندارد کالیبراسیون LPG یا در استاندارد در پنتان، بر حسب میلی‌گرم بر کیلوگرم (mg/kg) وزنی؛

Ac مجموع سطح زیر پیک‌ها در محدوده C₁₀ تا C₄₀ در استاندارد کالیبراسیون LPG یا در استاندارد پنتان می‌باشد.



شکل ۵- کروماتوگرام روغن معدنی با غلظت ۵۰ mg/kg

۱۲-۵ غلظت باقی مانده نمونه، هنگامی که مخلوط کالیبراسیون و نمونه، چگالی یکسان دارند را از معادله ۲ محاسبه کنید:

$$S = Area * Rf \quad (۲)$$

که در آن:

S مقدار روغن معدنی در نمونه، بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم (mg/kg)؛

$Area$ مجموع سطح زیر پیکها در محدوده C_{10} تا C_{40} در نمونه؛

Rf ضریب پاسخ، برابر است با مقدار روغن معدنی در استاندارد کالیبراسیون بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم (mg/kg) تقسیم بر سطح زیر پیک می باشد.

۱۲-۶ غلظت باقی مانده نمونه با تصحیح برای چگالی، هنگامی که چگالی مخلوط کالیبراسیون و نمونه متفاوت باشند را از معادله ۳ محاسبه کنید:

$$S = Area * Rf * Dc / D \quad (۳)$$

که در آن:

S مقدار باقی مانده روغنی در نمونه، بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم (mg/kg)؛

$Area$ مجموع سطح زیر پیکها در محدوده C_{10} تا C_{40} در نمونه؛

Rf ضریب پاسخ، برابر است با مقدار روغن معدنی در استاندارد کالیبراسیون بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم (mg/kg) تقسیم بر سطح زیر پیک؛

D چگالی محلول نمونه در دمای اندازه گیری، بر حسب گرم بر میلی لیتر (g/ml)؛

Dc چگالی استاندارد کالیبراسیون در دمای اندازه گیری، بر حسب گرم بر میلی لیتر (g/ml) می باشد.

۱۳ کنترل کیفیت

۱۳-۱ عملکرد دستگاه یا روش انجام آزمون را با آنالیز نمونه های صحه گذاری (به زیربند ۷-۴ مراجعه شود) بعد از هر کالیبراسیون و حداقل هر روز پس از استفاده از آن، تایید کنید.

۱۳-۲ هنگامی که پروتکل های کنترل کیفیت (QC)^۱ / تضمین کیفیت (QA)^۲ از قبل در تجهیزات آزمون ایجاد شوند، ممکن است هنگام تأیید اعتباربخشی نتیجه آزمون به کار روند.

۱۳-۳ هنگامی که QC/QA از قبل در تجهیزات آزمون ایجاد نشده باشد، پیوست ب می تواند به عنوان سیستم QC/QA به کار رود.

1 - Quality control
2 - Quality assurance

۱۴ دقت واریبی^۱

۱-۱۴ دقت، دقت مطابق استاندارد ASTM D 6300 و زیربند ۲۱-۲-۳ پیوست A استانداردهای ASTM با روش دستی^۲ تعیین شد. این دقت، بر اساس مطالعات بین آزمایشگاهی در سال ۲۰۱۲ است که شامل آنالیز پنج نمونه با استفاده از هفت دستگاه و آزمون گره‌های مستقل، است. محدوده نتایج قابل کاربرد برای روابط تکرارپذیری (r) و تجدیدپذیری (R) از ۶/۱ mg/kg تا ۶۴۰/۸ mg/kg است. جدول ۲ مثالی از مقادیر تکرارپذیری و تجدیدپذیری در غلظت‌های باقی‌مانده متفاوت را ارائه می‌دهد.

جدول ۲- مثالی از مقادیر تکرارپذیری و تجدیدپذیری در غلظت‌های متفاوت باقی‌مانده روغنی

تکرارپذیری r	تجدیدپذیری R	سطح غلظتی باقی‌مانده روغنی (mg/kg)
۰/۹۸	۵/۳۵	۱۰/۰
۳/۷۲	۲۰/۳۲	۵۰/۰
۶/۶۲	۳۶/۱۱	۱۰۰/۰
۱۴/۱۵	۷۷/۲۰	۲۵۰/۰
۲۹/۲۴	۱۵۹/۵۴	۶۰۰/۰

۱-۱-۱۴ تکرارپذیری (r)، اختلاف بین نتایج تکراری که توسط یک آزمون‌گر در یک آزمایشگاه با استفاده از یک روش آزمون و وسایل یکسان تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمون یکسان در مدت زمان طولانی و فواصل زمانی کوتاه در عملیات معمول و صحیح روش آزمون انجام شد، تنها در یک مورد از بیست مورد از مقادیر زیر بیشتر شد.

$$r = 0.1453 * (X)^{0.8292} \text{ mg/kg} \quad (۴)$$

۲/۷۷ / حد تکرارپذیری = انحراف استاندارد تکرارپذیری

۲-۱-۱۴ تجدیدپذیری (R)، اختلاف بین دو نتیجه منفرد و مستقل که در آزمایشگاه‌های متفاوت با روش آزمون یکسان توسط آزمون گره‌های متفاوت با استفاده از وسایل متفاوت روی مواد آزمون یکسان در مدت زمان طولانی در عملیات معمول و صحیح روش آزمون انجام شد، تنها در یک مورد از بیست مورد از مقادیر زیر بیشتر شد.

$$R = 0.7929 * (X)^{0.8292} \text{ mg/kg} \quad (۵)$$

۲/۷۷ / حد تجدیدپذیری = انحراف استاندارد تجدیدپذیری

1 - Bias

2 - Form and Style Manual for ASTM Standards

۱۴-۲ اریبی، از آن جایی که هیچ اطلاعاتی در مورد اریبی این روش آزمون موجود نمی‌باشد، نتایج تنها بر حسب این روش آزمون تعریف شده‌اند.

۱۵ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۵ روش آزمون استفاده شده با ارجاع به این استاندارد ملی ایران؛

۲-۱۵ نتایج باقی مانده روغنی در گاز نفتی مایع شده، با تقریب mg/kg؛

۳-۱۵ جزئیات هر گونه انحرافی که از روش مورد استفاده در این استاندارد مشخص شده باشد؛

۴-۱۵ نام و نام خانوادگی آزمون‌گر؛

۵-۱۵ تاریخ انجام آزمون.

پیوست الف

(آگاهی‌دهنده)

محاسبه چگالی گازهای نفتی مایع شده و تصحیح نتیجه باقی‌مانده

الف-۱ توجیه و خلاصه روش

الف-۱-۱ جرم نمونه تزریق شده به کروماتوگراف گازی با استفاده از تزریق‌کننده مایع شده به فشار نمونه، زمان تنظیم شده برای تزریق و چگالی نمونه، بستگی دارد. یک روش تجزیه‌ای به‌طور کلی فشار و زمان تنظیم را ثابت نگه می‌دارد. تفاوت در ترکیب (و در نتیجه چگالی) بین نمونه LPG و مواد کالیبراسیون (برای مثال استانداردهای کالیبراسیون تهیه شده در پنتان) سبب ایجاد تغییر در جرم تزریق شده می‌شود.

الف-۱-۲ در آن حالت، نتیجه باقی‌مانده نهایی، بر حسب mg/kg برای اختلاف در جرم تزریق شده به تصحیح نیاز دارد. این تصحیح به چگالی بافت کالیبراسیون و بافت نمونه نیاز دارد.

الف-۱-۳ هنگامی که چگالی نمونه از طریق اندازه‌گیری مستقیم تعیین نشده باشد، ممکن است مطابق استاندارد ASTM D 2598 با استفاده از آنالیز ترکیب LPG، محاسبه شود. در رابطه چگالی به‌دست آمده ترکیب نمونه بر حسب درصد حجمی مایع، موردنیاز است.

الف-۱-۴ ترکیب یک گاز نفتی مایع شده به آسانی از طریق روش‌های کروماتوگرافی گازی که به‌طور کلی مطابق استاندارد ASTM D 2163 هستند، تعیین می‌شود. این روش آزمون، پیشنهاد می‌کند که نتایج اصلی بر حسب درصد حجمی مایع اجزای عمده نمونه گزارش شود. هنگامی که نتایج تجزیه‌ای آزمایشگاهی در دسترس، بر حسب درصد جرمی یا درصد مولی بیان شده باشد، روش‌های تبدیل واحد مشخص شده در استاندارد ASTM D 2421، ممکن است برای به‌دست آوردن درصد حجمی مایع معادل، به‌کار روند.

الف-۱-۵ در مثال محاسبه‌ای زیر خواص اجزای فهرست شده در استاندارد ASTM D 2598 و استاندارد ASTM D 2421 به‌کار می‌رود. مقادیر ارائه شده در استاندارد GPA 2145 ممکن است در صورت مطلوب بودن جایگزین شوند. برای جزییات بیشتر و به روز رسانی اطلاعات به روش‌ها مراجعه کنید.

الف-۲ تبدیل از درصد جرمی به درصد حجمی بر اساس استاندارد ASTM D 2421

الف-۲-۱

(الف-۱)

$$x \% \text{ حجمی مایع} = 100 \times \frac{\left(\text{چگالی نسبی} / \% \text{ جرمی} \right)_x}{\sum_{n=1}^{\# \text{comp}} \left(\text{چگالی نسبی} / \% \text{ جرمی} \right)_n}$$

که در آن:

x /٪ حجمی مایع درصد حجمی مایع تمام اجزای تعیین شده در نمونه که در آن x یک است؛

#comp تعداد اجزای تعیین شده در نمونه که در آن x یک است؛

x چگالی نسبی مقدار (به دست آمده از ستون ۳، جدول ۲ استاندارد ASTM D 2421) داده شده برای هر جزء تعیین شده x که به صورت مایع است؛

x % جرمی درصد وزنی هر جزء تعیین شده که از آنالیز کروماتوگرافی گازی به دست آمده است؛

(چگالی نسبی / % جرمی) $\sum_{n=1}^{\#comp}$ مجموع خارج قسمت‌های تعداد % جرمی اجزا تقسیم بر تعداد چگالی نسبی برای تمام اجزای تعیین شده.

الف-۳ تبدیل از درصد مولی (درصد حجمی گاز) به درصد حجمی مایع بر اساس استاندارد ASTM D 2421

الف-۳-۱

$$\text{الف-۲)} \quad \%_x \text{ حجمی مایع} = 100 \times \frac{\left(\text{نسبت حجمی } x / \% \text{ مولی} \right)}{\sum_{n=1}^{\#comp} \left(\text{نسبت حجمی } n / \% \text{ مولی} \right)}$$

که در آن:

x % حجمی مایع درصد حجمی مایع تمام اجزای تعیین شده در نمونه که در آن x یک است؛

#comp تعداد اجزای تعیین شده در نمونه که در آن x یک است؛

x نسبت حجمی مقدار (به دست آمده از ستون ۲، جدول ۲ استاندارد ASTM D 2421) داده شده برای هر جزء تعیین شده x؛

(چگالی نسبی / % جرمی) $\sum_{n=1}^{\#comp}$ مجموع خارج قسمت‌های تعداد % مولی اجزا ضرب در تعداد نسبت حجمی برای تمام اجزا تعیین شده؛

x % مولی درصد مولی هر جزء تعیین شده که از آنالیز کروماتوگرافی گازی به دست آمده است (معادل با درصد حجمی گاز با فرض ایده‌آل بودن گاز).

الف-۳-۱-۱ خواص اجزا از جداول استاندارد ASTM D 2421 به دست آمده‌اند. خواص اجزا برای متان، اتان، پروپان، ایزوبوتان، نرمال بوتان و پنتان در جدول الف-۱ ارائه شده است.

الف-۴ محاسبه چگالی نسبی بر اساس استاندارد ASTM D 2598

الف-۴-۱

$$\text{الف-۳)} \quad \text{mix چگالی نسبی} = \sum_{x=1}^{\#comp} \frac{\left(\%_x \text{ چگالی نسبی} \times \%_x \text{ حجمی مایع} \right)}{100}$$

که در آن:

#comp تعداد اجزای تعیین شده در نمونه که در آن x یک است؛

mix چگالی نسبی چگالی نسبی مخلوط گاز نفتی مایع شده؛

x چگالی نسبی چگالی نسبی مایع هر جزء که در آن x یک است؛

x % حجمی مایع درصد حجمی مایع تمام اجزای تعیین شده در نمونه که در آن x یک است.

الف-۵ مثال از محاسبه

الف-۵-۱ یک محاسبه نوعی با استفاده از آنالیز ترکیبی LPG فرضی در جدول الف-۱ ارائه شده است. مثال نتیجه آزمون یک ناحیه کروماتوگرام باقی مانده روغنی معادل با ۳۵ mg/kg در پنتان (چگالی نسبی ۰٫۶۳۱) داده شده است.

الف-۵-۲ مرحله ۱- تبدیل به درصد حجمی مایع:

$$\text{الف-۴)} \quad x \% \text{ حجمی مایع} = 100 \times \frac{\left(\frac{\text{چگالی نسبی } x}{\% \text{ جرمی}} \right)}{\sum_{n=1}^{\#comp} \left(\frac{\text{چگالی نسبی } n}{\% \text{ جرمی}} \right)}$$

جزء	درصد جرمی	تقسیم بر چگالی نسبی مایع ^a	خارج قسمت	درصد حجمی مایع ضربدر ضریب نرمال سازی (۱۰۰/۱۹۱٫۹۲۸)
متان	۰٫۰۰	۰٫۳	۰٫۰۰	۰٫۰۰
اتان	۰٫۰۵	۰٫۳۵۶۳۹	۰٫۱۴۰	۰٫۰۷
پروپان	۷۸٫۴۵	۰٫۵۰۷۳۶	۱۵۴٫۶۲۴	۸۰٫۵۷
ایزوبوتان	۵٫۵۰	۰٫۵۶۲۹۳	۹٫۷۷۰	۵٫۰۹
نرمال بوتان	۱۶٫۰۰	۰٫۵۸۴۰۷	۲۷٫۳۹۴	۱۴٫۲۷
کل	۱۰۰٫۰۰	۱۹۱٫۹۲۸	۱۰۰٫۰۰

^a منبع: ستون ۳، جدول ۲ استاندارد ASTM D 2421

جدول الف-۱- خواص اجزا

جزء	درصد جرمی
متان	۰٫۰۰
اتان	۰٫۰۵
پروپان	۷۸٫۴۵
ایزوبوتان	۵٫۵۰
نرمال بوتان	۱۶٫۰۰

الف-۵-۳ مرحله ۲- محاسبه چگالی نسبی مخلوط:

$$\text{الف-۵) چگالی نسبی mix} = \sum_{x=1}^{\#comp} \left(\frac{\% \text{ چگالی نسبی }_x \times \% \text{ حجمی مایع }_x}{100} \right)$$

$$\text{چگالی نسبی mix} = \left(\frac{0.07 \times 0.35639}{100} \right) + \left(\frac{80.57 \times 0.50736}{100} \right) + \left(\frac{5.09 \times 0.56293}{100} \right) + \left(\frac{14.27 \times 0.58407}{100} \right) = 0.521$$

یادآوری- چگالی نسبی حاصل مطابق استاندارد ASTM D 2598 تا سه رقم بعد از اعشار گرد می‌شود. گرچه ممکن است نتیجه به صورت ارقام بامعنی زیاد همان طور که برای خواص اجزا استفاده می‌شود در این جا گزارش شود.

الف-۵-۴ مرحله ۳- برای اختلاف چگالی بین نمونه گاز نفتی مایع شده و کالیبره کننده پنتان تصحیح انجام دهید:

$$\frac{0.631}{0.521} \times 35 \text{ mg/kg} = 42 \text{ mg/kg}$$

باقی مانده روغنی در نمونه

الف-۶)

پیوست ب

(آگاهی دهنده)

پایش کنترل کیفیت

- ب-۱ عملکرد دستگاه یا روش آزمون را از طریق آنالیز نمونه(های) کنترل کیفیت تأیید کنید.
- ب-۲ قبل از پایش فرایند اندازه‌گیری، نیاز است که کاربر روش آزمون، مقدار میانگین و محدوده‌های کنترل نمونه کنترل کیفیت را تعیین کند. استاندارد ASTM D 6299 و بند ۱ کتاب‌نامه را ببینید.
- ب-۳ نتایج کنترل کیفیت را ثبت و به‌وسیله نمودارهای کنترل یا روش‌های آماری معادل دیگر، آنالیز کنید تا وضعیت کنترل آماری فرایند آزمون کل مشخص شود. استاندارد ASTM D 6299 و بند ۱ کتاب‌نامه را ببینید. برای ریشه‌یابی، هر گونه اطلاعات خارج از کنترل را بررسی کنید. نتایج این بررسی ممکن است، اما نه لزوماً، منجر به کالیبراسیون مجدد دستگاه شود.
- یادآوری- در صورت عدم وجود الزامات صریح داده شده در روش آزمون، بند ب-۴، راهنمایی‌هایی برای تکرار آزمون کنترل کیفیت ارائه می‌دهد.
- ب-۴ تکرار آزمون کنترل کیفیت به طور بحرانی به کیفیت مورد اندازه‌گیری، پایداری اثبات شده فرایند آزمون و الزامات مشتری بستگی دارد. به‌طور کلی، توصیه می‌شود یک نمونه کنترل کیفیت در هر روزی که آزمون انجام می‌شود با نمونه‌های معمول آنالیز شود. چنانچه تعداد زیادی نمونه به‌طور معمول مورد آنالیز قرار می‌گیرد، توصیه می‌شود تکرارهای کنترل کیفیت افزایش یابد. گرچه، هنگامی که اثبات شود که آزمون تحت کنترل آماری است، تعداد آزمون‌های کنترل کیفیت ممکن است کاهش یابد. توصیه می‌شود، برای اطمینان از کیفیت داده‌ها، دقت آزمون نمونه کنترل کیفیت به‌صورت دوره‌ای در مقابل دقت روش ASTM بررسی شوند. استاندارد ASTM D 6299 و بند ۱ کتاب‌نامه را ببینید.
- ب-۵ پیشنهاد می‌شود که، در صورت امکان، نوع نمونه کنترل کیفیت که به‌طور منظم آزمون می‌شود، نماینده ماده معمول مورد آنالیز باشد. پیشنهاد می‌شود، منبع بزرگی از ماده نمونه کنترل کیفیت برای دوره زمانی استفاده موردنظر امکان‌پذیر باشد و باید تحت شرایط نگهداری پیش‌بینی شده همگن و پایدار باشد.
- ب-۶ استاندارد ASTM D 6299 و بند ۱ کتاب‌نامه را برای راهنمایی بیشتر در مورد روش‌های رسم نمودار کنترل و کنترل کیفیت ببینید.

پیوست پ

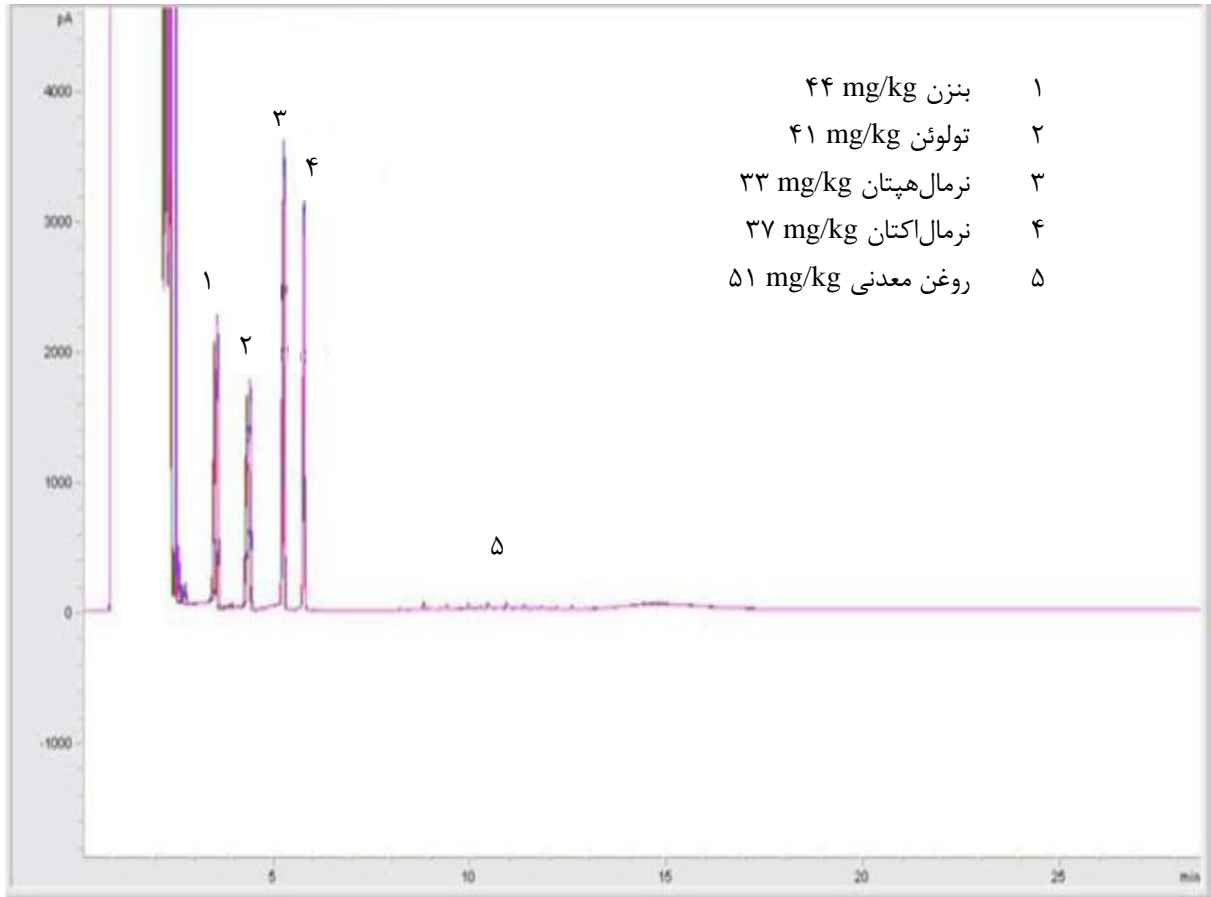
(آگاهی دهنده)

آنالیز بنزن، تولوئن و هیدروکربن های C₇ تا C₁₀

- پ-۱ این پیوست به منظور ارائه راهنمایی برای تعیین باقی مانده سنگین با محدوده جوش کمتر از C₁₀ (نقطه جوش اسمی °C ۱۷۴) مشخص شده در بند ۱ به این روش آزمون اضافه شده است. بازیابی بنزن (نقطه جوش اسمی °C ۸۰) به طور موفقیت آمیز آزمون شد.
- پ-۲ این توسعه محدوده جوش آنالیز به زمان تخلیه کوتاه تری برای بافت یا حلال نیاز دارد. زمان تخلیه شش ثانیه، بازیابی خوب ۴۴ قسمت در میلیون بنزن در بافت پنتان را داد. زمان های تخلیه استاندارد هیدروکربن های بالاتر از C₁₀ با شرایط عملیاتی شرح داده شده در بند ۶ به طور طبیعی از ۵۰ ثانیه تا ۶۰ ثانیه هستند. در بررسی درجه جداسازی در کروماتوگرام بین اجزای موردنظر و پیک بافت برای اطمینان از انتگرال گیری مناسب برای سنجش کمی دقت کنید. شکل پ-۱ را ببینید.
- پ-۳ کالیبراسیون مطابق روش بند ۱۰ انجام شود.
- پ-۴ باقی مانده کل ممکن است از طریق مجموع مساحت پیک های شناسایی شده مجزا نشان داده شده با سطح زیر پیک روغن معدنی C₁₀ تا C₄₀ تفکیک نشده محاسبه شود.
- پ-۵ بازیابی بنزن با غلظت ۴۴ mg/kg در مقایسه با تولوئن با غلظت ۴۱ mg/kg، ۹۸٪ است. تکرارپذیری بیش از چهار آنالیز در جدول پ-۱ نشان داده شده است.

جدول پ-۱- تکرارپذیری

بازیابی %	انحراف استاندارد نسبی %	انحراف استاندارد	میانگین	غلظت اسمی mg/kg	جز
۹۸	۳٫۴	۱٫۳۸	۴۰٫۷	۴۴	بنزن
۱۰۰	۲٫۹	۱٫۳۱	۳۸٫۸	۴۱	تولوئن
۱۰۲	۱٫۹	۰٫۶۲	۳۱٫۷	۳۳	نرمال هپتان
۱۰۱	۲٫۲	۰٫۷۹	۳۵٫۴	۳۷	نرمال اکتان



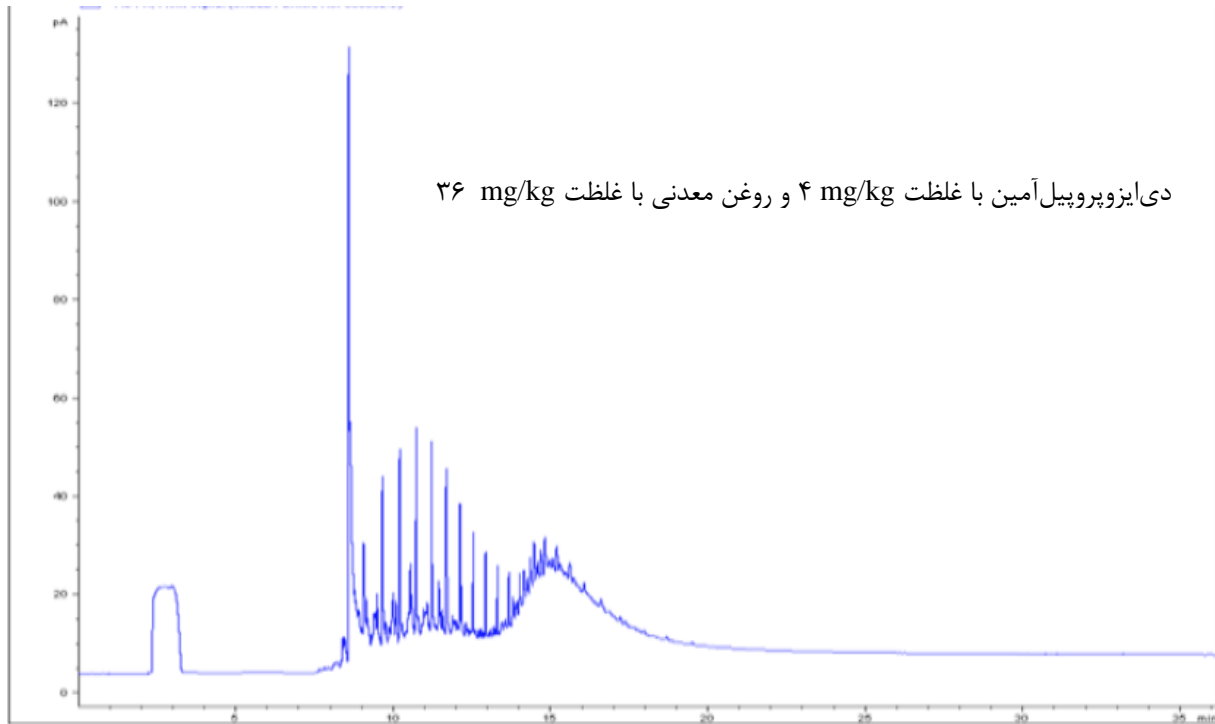
شکل پ-۱- کروماتوگرام نمونه اسپایک شده با بنزن، تولوئن، هپتان و اکتان استفاده شده برای تنظیم زمان تخلیه

پیوست ت

(آگاهی دهنده)

آنالیز دی ایزوپروپانول آمین (DIPA)^۱

- ت-۱ این پیوست به منظور ارائه دستورالعمل‌هایی برای آنالیز دی ایزوپروپیل آمین موجود در LPG به این استاندارد اضافه شده است. شکل ت-۱ را ببینید.
- ت-۲ این برنامه کاربردی به یک ستون عمل‌آوری شده با آمین یا یک ستون فلزی برای اجتناب از جذب آمین روی سیلیس گداخته نیاز دارد. ستون‌های استفاده شده به طور موفقیت‌آمیز برای این برنامه کاربردی ستون RTX- آمین (با ابعاد $1,0 \mu\text{m} \times 0,32 \text{ mm} \times 30 \text{ m}$) یا ستون MTX-5 (با ابعاد $1,0 \mu\text{m} \times 0,32 \text{ mm} \times 30 \text{ m}$) می‌باشد.
- ت-۳ شرایط نوعی، به غیر از ستون در جدول ۱ شرح داده شده است.
- ت-۴ کالیبراسیون مطابق روش بند ۱۰ انجام شود.
- ت-۵ باقی‌مانده کل ممکن است از طریق جمع کردن پیک‌های شناسایی شده مجزا نشان داده شده با سطح زیر پیک روغن معدنی C_{10} تا C_{40} تفکیک نشده محاسبه شود. غلظت دی ایزوپروپیل آمین کل با انتگرال‌گیری از پیک دی ایزوپروپیل آمین محاسبه می‌شود.



شکل ت-۱- کروماتوگرام ۱ نشان‌دهنده دی‌ایزوپروپیل‌آمین با غلظت ۴ mg/kg و روغن معدنی با غلظت ۳۶ mg/kg

پیوست ث

(آگاهی دهنده)

بررسی خطی بودن آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای

ث-۱ به منظور تصدیق خطی بودن سیستم در محدوده باقی مانده نمونه موردانتظار، پیشنهاد می‌شود که محدوده‌ای از استانداردهایی که این مقدار موردانتظار را پوشش می‌دهند، تهیه شده و پس از نصب یا تعمیر عمده دستگاه آنالیز شود.

ث-۱-۱ یک استاندارد روغن معدنی یا روغن خاص آن محل را با توزین با تقریب mg تهیه کرده و در پنتان با خلوص تجزیه‌ای یا خلوص بهتر یا گاز نفتی مایع شده گواهی شده حل کنید. مقدار نمونه وزن شده و حجم رقیق کننده را برای به دست آوردن غلظت باقی مانده در دو برابر غلظت موردانتظار در نمونه‌های معمول انتخاب کنید.

ث-۱-۲ استاندارد تهیه شده از زیربند ث-۱-۱ با غلظت ۱:۱ (حجمی/حجمی) را در رقیق کننده (پنتان با خلوص تجزیه‌ای یا بهتر یا گاز نفتی مایع شده گواهی شده) برای به دست آوردن یک استاندارد تقریباً معادل با غلظت باقی مانده نمونه معمول موردانتظار رقیق کنید.

ث-۱-۳ استاندارد سوم با غلظت تقریباً نصف غلظت باقی مانده نمونه معمول موردانتظار با رقیق سازی استاندارد زیربند ث-۱-۱ با نسبت ۳:۱ (حجمی/حجمی) با رقیق کننده (پنتان با خلوص تجزیه‌ای یا بهتر یا گاز نفتی مایع شده) تهیه کنید.

یادآوری - کاربر ممکن است، برای آماده سازی، سایر غلظت‌های استاندارد باقی مانده را به منظور تصدیق خطی بودن در محدوده مورد نظر انتخاب کند.

ث-۱-۴ حداقل سه استاندارد شرح داده شده را مطابق بند ۱۱ آنالیز کنید.

ث-۱-۵ از کروماتوگرام باقی مانده انتگرال گیری کرده و مساحت محدوده ترکیبات $C_{10}-C_{40}$ را جمع کنید.

ث-۱-۶ نموداری از مساحت در مقابل غلظت اسمی بر حسب mg/kg تهیه کنید. بهتر است این نمودار یک خط راست با شیب ثابت ارائه دهد. بهتر است ضریب همبستگی رگرسیون چندتایی (R^2) ۰٫۹۹ یا بهتر باشد.

ث-۱-۷ هرگونه انحراف از خطی بودن، رفتار غیرخطی تنظیم برنامه را نشان می‌دهد.

ث-۱-۸ رفتار غیرخطی می‌تواند از طریق کنترل ضعیف حجم تزریق (شکل پیک را بررسی کنید) یا آشکارساز (دستورالعمل سازنده برای تنظیم صحیح آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای را بررسی کنید) ایجاد شود. این موضوع را تصحیح کرده و بررسی خطی بودن را تکرار کنید.

کتابنامه

- [1] MNL 7, Manual on Presentation of Data and Control Chart Analysis, ASTM International.