



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۷۵۷۸

چاپ اول

۱۳۹۱

INSO

17578

1st.Edition

2012

اندازه‌گیری مقدار کک شدن قیر و قطران
(کنرادسون اصلاح شده)

**Determination of
Coking Value of Tar and Pitch
(Modified Conradson)**

ICS: 91.100.50

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 پیشنهادات 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 عبار 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 مقدار کک شدن قیر و قطران (کنرادسون اصلاح شده) »

رئیس:

جواهریان، محمد
(دکترای شیمی)

سمت و / یا نمایندگی

هیأت علمی دانشگاه شهید چمران اهواز

دبیر:

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

بهرامی زاده، زهرا
(لیسانس شیمی)

کارشناس

چراغی، حسین
(فوق لیسانس مهندسی مواد)

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

حاتمی، امیر
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر عامل شرکت پرشیا پژوهش شریف

دستوری رزاز، مهدی
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس آزمایشگاه شرکت نفت پاسارگاد

دهدشتی زاده، الهام
(لیسانس شیمی)

کارشناس ارشد پتروشیمی بندر امام

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

قلعه گلایی، تهمینه
(لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفیت شرکت نفت پاسارگاد

کریمی چشمه علی، مریم
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر فنی شرکت پارس لیان اروند

کارشناس

محمودی، اکرم
(لیسانس شیمی)

کارشناس

مکوندی، علی
(لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پتروفناوری آسه

موسایی، حسن
(لیسانس مهندسی نفت)

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

مهرمولایی، فاطمه
(لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

نجفی، زینب
(فوق لیسانس شیمی)

پیش گفتار

استاندارد "اندازه‌گیری مقدار کک شدن قیر و قطران (کنرادسون اصلاح شده)" که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت پرشیا پژوهش شریف تهیه و تدوین شده است و در چهارصد و پنجمین اجلاس کمیته ملی استاندارد مهندسی ساختمان، مصالح و فراورده‌های ساختمانی مورخ ۱۳۹۱/۱۲/۵ 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 ماخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است :

ASTM D 2416: 2009, Standard Test Method for Coking Value of Tar and Pitch (Modified Conradson)

اندازه‌گیری مقدار کک شدن قیر و قطران (کنرادسون اصلاح شده)

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 کک شدن قیر و قطران دارای مقدار خاکستر حداکثر ۰٫۵٪ به صورت تعیین شده مطابق استاندارد ASTM D 2415 می‌باشد.

مقادیر کک شدن با این روش آزمون عملاً یکسان با مقادیر حاصل از استاندارد ملی ایران شماره ۲۹۳۹ بوده اما نتایج تجدیدپذیرتر هستند. به استثنای کوره الکتریکی که جایگزین شعله گاز شده، وسایل استفاده شده یکسان هستند.

این استاندارد برای نشان دادن تمایلات نسبی به تشکیل کک و برای ارزیابی و توصیف قیر و قطران کاربرد دارد.

این استاندارد همچنین جهت ایجاد یکنواختی محموله‌ها یا منابع تامین کاربرد دارد.

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 ۲۹۳۹، فراورده‌های نفتی- اندازه‌گیری کربن باقی‌مانده به روش کنرادسون

2-2 ASTM D 140, Practice for Sampling Bituminous Materials¹

2-3 ASTM D 370, Test Method for Dehydration of Oil-Type Preservatives

2-4 ASTM D 2415, Test Method for Ash in Coal Tars and Pitch

2-5 ASTM E 11, Specification for Wire Cloth and Sieves for Testing Purposes

۳ اصول آزمون

نمونه‌ای از قیر یا قطران برای مدت زمان مشخصی در تجهیزات ویژه استاندارد شده که تامین اکسیژن موجود را محدود می‌کنند، در دمایی مشخص تبخیر و پیرولیز^۲ می‌شود. درصد باقی‌مانده به عنوان مقدار کک شدن گزارش می‌شود.

۱- استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۳۸۲ جهت بهره برداری موجود است.

۴ وسایل

شکل ۱ را ببینید.

۱-۴ بوتله، با شکل عریض، از جنس چینی، لعابی یا سیلیسی با ظرفیت ۲۹ ml تا ۳۱ ml و قطر دیواره ۴۶ mm تا ۴۹ mm

۲-۴ بوتله اسکیدمور^۱، بوتله آهنی، لبه دار شده و حلقه دار شده، با ظرفیت ۶۵ ml تا ۸۲ ml و قطر داخلی ۵۳ mm تا ۵۷ mm و قطر خارجی لبه ۶۰ mm تا ۶۷ mm، ارتفاع ۳۷ mm تا ۳۹ mm با یک درپوش بدون لوله‌های انتقالی و دارای دهانه عمودی بسته. دهانه افقی باید حدود ۶٫۵ mm تمیز نگه‌داشته شود. قطر خارجی کف مسطح آن باید ۳۰ mm تا ۳۲ mm باشد.

۳-۴ بوتله فلزی، بوتله با ورق تاب خورده آهنی یا نیکیلی، درپوش دار، با قطر خارجی ۷۸ mm تا ۸۲ mm در بالا، ۵۸ mm تا ۶۰ mm در ارتفاع و با ضخامت حدود ۰٫۸ mm. در کف این بوتله و در سطح قبل از هر آزمون باید لایه‌ای از شن حدود ۲۵ ml یا به حدی که در صورت قرار دادن یک بوتله اسکیدمور دارای درپوش در روی لایه شن تقریباً هم سطح بوتله آهنی شود، ریخته شود. شن‌ها باید خشک بوده و با عبور از غربال با مش ۶۵ الک شوند و روی غربال با مش ۲۰۰ بمانند.

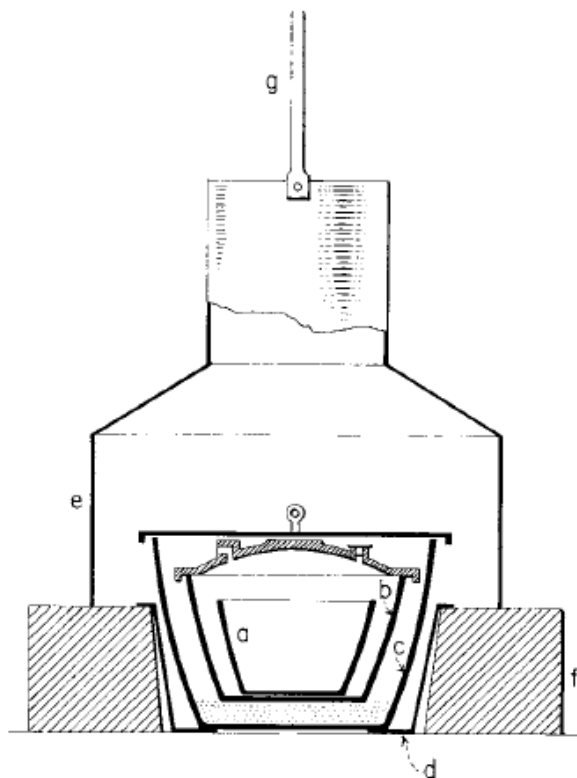
۴-۴ نگه‌دارنده سیمی، مثلی از سیم بدون پوشش نیکل-کروم با مقطع ۱٫۵ mm تا ۲٫۰ mm، دارای سوراخ‌های به حد کافی کوچک برای نگه‌داری کف بوتله فلزی (بند ۳-۵ را ببینید). مثلی، باید دارای بازوهای خمیده باشد تا چهارچوبی تشکیل دهد که بوتله فلزی با کف آن را با کف عایق محافظت کند.

۵-۴ هود، مدور، از جنس ورق آهنی با قطر ۱۲۰ mm تا ۱۳۰ mm، ارتفاع کناره عمودی کوچک‌تر از ۵۰ mm تا ۵۳ mm، دارای دودکشی به ارتفاع ۵۰ mm تا ۶۰ mm و قطر داخلی ۵۰ mm تا ۵۶ mm در بالای هود که به وسیله یک جز مخروطی شکل به دو کناره عمودی کوچک‌تر متصل شده است، ارتفاع کل هود به ۱۲۵ mm تا ۱۳۰ mm می‌رسد. هود ممکن است از یک قطعه فلزی ساخته شده باشد، به شرطی که در توافق با ابعاد ذکر شده در بالا باشد. پلی، که با حدود ۳ mm سیم نیکل-کروم یا آهن ساخته شده و دارای ارتفاع ۵۰ mm بالاتر از سطح بالایی دودکش است، باید به‌منظور استفاده از دودکش هنگام تثبیت موقعیت به آن متصل شود.

۶-۴ عایق، بلوک سرامیکی یا حلقه دیرگداز، با قطر ۱۵۰ mm تا ۱۷۵ mm در صورتی که گرد باشد یا روی یک ضلع در صورتی که مربعی باشد، ضخامت ۳۲ mm تا ۳۸ mm، با یک دهانه مخروطی شکل وارون در مرکز، به قطر ۸۳ mm در پایین و قطر ۸۹ mm در بالا

۷-۴ کوره الکتریکی عمودی، سوراخی در پایین ایجاد کرده و ترموکوپل کنترل کننده تف‌سنج^۲ را وارد کنید به‌گونه‌ای که محل اتصال آن دقیقاً ۳۸ mm زیر دهانه کوره متمرکز شود.

1- Skidmore
2- Pyrometer



راهنما:

- a بوته
- b بوته اسکیدمور
- c بوته فلزی
- d نگه‌دارنده سیمی
- e ورق آهنی هود
- f پل
- g عایق

شکل ۱- دستگاه برای اندازه‌گیری

۴-۹ الک، نوع استاندارد U.S. شماره ۳۰ ($600 \mu\text{m}$) مطابق استاندارد ASTM E 11

۴-۸ کنترل‌کننده تف‌سنج، توصیه می‌شود کنترل‌کننده تف‌سنج به‌منظور اطمینان از راه‌اندازی کوره در دمای مورد نظر، به‌صورت دوره‌ای در مقابل یک ترموکوپل مرجع کالیبره شده که در کنار آن قرار گرفته اما تماسی ندارند، بررسی شود. توصیه می‌شود در مواقع ضروری به‌منظور اطمینان از حفظ دمای مورد نظر، تغییرات مناسب در مدار کنترل‌کننده انجام شود.

۵ نمونه برداری توده

۵-۱ نمونه‌های حاصل از محموله‌ها باید مطابق با استاندارد ASTM D 140 برداشته شده و عاری از مواد خارجی باشند. نمونه را بلافاصله قبل از برداشتن بخشی نماینده برای اندازه‌گیری یا آب‌زدایی، کاملاً مخلوط کنید.

۶ آب زدایی نمونه

۱-۶ قیر سخت، در صورتی که توده نمونه جامد حاوی آب باشد، یک بخش نماینده را با هوا خشک کنید.

۲-۶ قیر نرم، در صورتی که وجود آب با حباب‌های سطحی در اثر گرمایش نشان داده می‌شود، یک بخش نماینده از توده نمونه را تا زمانی که سطح عاری از حباب شود، در دمایی بین 125°C و 150°C در یک ظرف روباز نگاه دارید. مراقب باشید بیش از حد حرارت ندهید و منبع حرارتی را بلافاصله هنگام فروکش کردن حباب جدا کنید.

۳-۶ قطران، بخشی نماینده از توده نمونه را مطابق استاندارد ASTM D 370 آب‌زدایی کرده و هنگام رسیدن دما به 170°C تقطیر را متوقف کنید. هرگونه روغن را از آب تقطیر شده جدا کرده (در صورت وجود بلور، به منظور اطمینان از انحلال آنها به قدر کافی گرم کنید) و بعد از این که قطران باقی مانده در دستگاه تقطیر تا دمای متوسط خنک شد، روغن را با آن کاملاً مخلوط کنید.

۷ آماده سازی نمونه کاری

۱-۷ قیر سخت، در صورتی که بتوان قیر را در دمای اتاق خرد کرد، یک نمونه کاری 20 g را با خرد کردن، اختلاط و یک چهارم کردن مناسب یک بخش نماینده از نمونه خشک آماده کنید. خرد کردن را می‌توانید با یک خرد کن کوچک و یک هاون مولیت و دست هاون انجام دهید. ذرات در نمونه نماینده نباید در هر بعد بزرگ‌تر از 5 mm باشند. این نمونه را به گونه‌ای خرد کنید که از الک شماره ۳۰ ($600\ \mu\text{m}$) عبور کند اما دارای حداقل ذرات ریز باشد.

۲-۷ قیر نرم، در صورتی که قیر جهت آسیاب کردن خیلی نرم باشد و جهت مخلوط کردن خیلی چسبناک باشد، بخشی نماینده از نمونه خشک را تا کم‌ترین دمایی که عبور آن را از الک شماره ۳۰ ($600\ \mu\text{m}$) امکان پذیر می‌کند، گرم کنید. مراقب باشید که از اتلاف اضافی مواد فرار جلوگیری کنید. مدت زمان این دوره ذوب از ۱۰ دقیقه تجاوز نکند. نمونه گرم شده را به منظور حذف مواد خارجی از الک شماره ۳۰ ($600\ \mu\text{m}$) عبور دهید.

۳-۷ قطران، بخشی نماینده از قطران خشک را تا کم‌ترین دمایی که عبور آن را از الک شماره ۳۰ ($600\ \mu\text{m}$) امکان پذیر می‌کند، گرم کرده سپس به منظور حذف مواد خارجی از میان الک شماره ۳۰ ($600\ \mu\text{m}$) صاف کنید.

۴-۷ محافظت از نمونه‌ها، نمونه‌ها را به صورت تکه‌های بزرگ یا به صورت جامد شده بعد از ذوب، در ظروف در بسته نگهداری کنید. از آنجایی که گاهی اوقات تغییراتی در ترکیب قیر پودر شده رخ می‌دهد، نمونه‌های خرد شده را برای تجزیه‌های بعدی ذخیره نکنید.

۸ روش انجام آزمون

۱-۸ یک بوته چینی یا سیلیسی تمیز را درون یک کوره مافلی در دمای 900°C یا روی یک شعله گاز به مدت یک ساعت مشتعل کنید. سپس در یک دسیکاتور خنک کرده و با تقریب 1 mg وزن کنید.

۸-۲ یک بخش نماینده ۳ g از قطران یا قیر خشک را به یک بوته از قبل وزن شده منتقل کرده و با تقریب ۵ mg وزن کنید. این بوته را در مرکز بوته اسکیدمور قرار دهید. سطح شن‌ها را در بوته فلزی هموار کرده و بوته اسکیدمور را دقیقاً در مرکز قرار دهید. درپوش هر دو بوته اسکیدمور و بوته فلزی را قرار دهید، درپوش بوته فلزی را به‌گونه‌ای ببندید که امکان خروج بخارات تشکیل شده فراهم شود.

۸-۳ مثلث سیمی را روی عایق قرار داده، بوته فلزی را درحالی که کف آن روی سطح بالایی مثلث سیمی ساکن باشد در مرکز عایق قرار دهید. به‌منظور توزیع یکنواخت گرما در حین فرایند کک شدن، کل مجموعه را در زیر هود (بند ۴-۵) و دودکش قرار دهید. مجموعه شامل حلقه عایق تقریباً در دمای اتاق خواهد بود.

۸-۴ دهانه کوره را با سرپوش کوره پوشانده و کنترل‌کننده را تا تثبیت دمای $10^{\circ}\text{C} \pm 900^{\circ}\text{C}$ (بند ۴-۸ را ببینید) تنظیم کنید. هنگامی که کوره به این دما رسید، سرپوش را برداشته، بلافاصله مجموعه (بند ۸-۳ را ببینید) را روی دهانه کوره متمرکز کرده و برنامه زمانی آزمون را شروع کنید. به‌منظور جلوگیری از اتلاف اضافی گرما، تثبیت موقعیت مجموعه باید سریعاً انجام شود. گرما را به‌مدت دقیقاً ۳۰ دقیقه بدون تغییر تنظیمات کنترل‌کننده به نمونه اعمال کنید. توصیه می‌شود دما در مدت ۱۵ دقیقه تا 900°C بازیابی شود. مجموعه را در انتهای زمان ۳۰ دقیقه از منبع گرما خارج کرده و بگذارید به مدت حدود ۱۵ دقیقه خنک شود. بوته چینی را با انبر گرم شده خارج کرده و در دسیکاتور قرار داده، خنک کرده و وزن کنید.

۹ محاسبات

۹-۱ مقدار کک شدن نمونه را برحسب درصد وزنی از رابطه ۱ محاسبه کنید:

$$A/B = 100A/B = \text{مقدار کک شدن برحسب درصد وزنی} \quad (1)$$

که در آن:

A وزن باقی‌مانده؛

B وزن نمونه.

۱۰ دقت

۱۰-۱ معیارهای زیر باید برای بررسی قابلیت پذیرش نتایج (احتمال ۹۵٪) استفاده شوند.

۱۰-۱-۱ تکرار پذیری، مقادیر تکراری توسط آزمون‌گر یکسان نباید مشکوک در نظر گرفته شوند، به‌غیر از مواردی که اختلاف مقادیر تعیین شده بیش‌تر از ۱٪ باشد.

۱۰-۱-۲ تجدیدپذیری، مقادیر گزارش شده با هر دو آزمایشگاه، نشان دهنده میانگین حسابی اندازه‌گیری‌های تکراری، نباید مشکوک در نظر گرفته شوند، به‌غیر از مواردی که اختلاف مقادیر گزارش شده بیش‌تر از ۲٪ باشد.

۱۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۱۱ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی؛
- ۲-۱۱ تمام جزییات لازم برای شناسایی نمونه؛
- ۳-۱۱ مقدار کک شدن با تقریب 0.1% وزنی؛
- ۴-۱۱ هر گونه انحراف از روش کار مشخص شده؛
- ۵-۱۱ هر گونه مورد غیر معمول مشاهده شده در حین آزمون؛
- ۶-۱۱ تاریخ انجام آزمون؛
- ۷-۱۱ نام و نام خانوادگی آزمون‌گر؛
- ۸-۱۱ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به‌طور اختیاری در نظر گرفته می‌شود.