



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۲۱۱

تجدید نظر دوم

۱۳۹۳

INSO

1211

2nd.Revision

2015

فرآورده های نفتی - اندازه گیری میزان آب و
رسوب در نفت کوره به روش سانتریفوژ

**Petroleum products-Water and sediment
in fuel oils by the centrifuge method**

ICS: 75.160.20

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

"فرآورده های نفتی - اندازه گیری میزان آب و رسوب در نفت کوره به وسیله سانتریفوژ"

رئیس:

قلی پورزنجانی، نوشین
(دکتری مهندسی شیمی)

سمت / یا نمایندگی

پژوهشگاه استاندارد

دبیر:

مصطفوی، بی تا
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

سازمان ملی استاندارد ایران

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا):

زارع شهر آبادی، زهرا
(فوق لیسانس شیمی آلی)

اداره کل استاندارد استان تهران

شجاع، سید محمدرضا
(فوق لیسانس شیمی)

پژوهشگاه صنعت نفت

شیخ علیزاده، کاملیا
(لیسانس شیمی کاربردی)

شرکت نفت پارس

مظفری، فرخنده
(دکتری شیمی فیزیک)

دانشگاه خلیج فارس

فهرست مندرجات

<u>صفحه</u>	<u>عنوان</u>
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ه	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصول آزمون
۲	۴ مواد و یا / واکنشگرها
۳	۵ وسایل
۶	۶ نمونه برداری
۷	۷ روش انجام آزمون
۸	۸ محاسبات
۱۱	۹ گزارش آزمون
۱۱	۱۰ دقت و اریبی
۱۳	پیوست الف (الزامی) روش اشباع کردن تولوئن با آب

پیش‌گفتار

استاندارد " فرآورده های نفتی - اندازه گیری میزان آب و رسوب در نفت کوره به روش سانتریفوژ " نخستین بار در سال ۱۳۷۱ تدوین شد. این استاندارد براساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط سازمان ملی استاندارد ایران و تایید کمیسیون های مربوط برای دومین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در چهل و هشتمین اجلاس کمیته ملی فرآورده های نفتی مورخ ۹۳/۱۲/۱۸ تصویب شد. 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 تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر 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 ۱۲۱۱ سال ۱۳۸۶ است.

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

ASTM D1796: 2011, Standard Test Method for Water and Sediment in Fuel Oils by the Centrifuge Method (Laboratory Procedure)

" فرآورده های نفتی - اندازه گیری میزان آب و رسوب در نفت کوره به روش سانتریفوژ "

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، تعیین میزان آب و رسوب در نفت کوره در محدوده (۰-۳۰) درصد حجمی به روش سانتریفوژ می باشد.

یادآوری- در بعضی از فرآورده ها مانند نفت کوره یا نفت کوره تقطیر شده دارای ترکیبات باقیمانده، بدست آوردن میزان آب و رسوب به این روش مشکل است و از روش های بند ۲-۳ و ۲-۴ می توان استفاده نمود.
تعیین مقدار آب و رسوب نفت کوره مهم است زیرا می تواند باعث خوردگی تجهیزات و مشکلاتی در فرآیند شود. برای تعیین مقدار حجم خالص نفت کوره واقعی در مواردی مانند فروش، مالیات، مبادلات و شاخص انتقال، این امر لازم است. این روش برای محصولاتی که دارای الکل قابل حل در آب می باشند مناسب نیست، در مواردی که اثر آن روی نتایج قابل توجه است، از روش بند ۲-۱ می توان استفاده نمود.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می شود.
در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه های بعدی آن ها مورد نظر است.
استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۵۴: سال ۱۳۷۵، اندازه گیری آب به روش کارل فیشر و دین استاک

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۵۵۱: سال ۱۳۷۱، ویژگی های تولوئن درجه صنعتی

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۴۰۸۱: سال ۱۳۸۳، فرآورده های نفتی و مواد قیری، تعیین آب به روش تقطیر- روش آزمون

۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۸: سال ۱۳۸۳، نفت خام و سوخت های سنگین - تعیین رسوب به روش استخراج- روش آزمون

۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹: سال ۱۳۸۸، روش های نمونه برداری دستی از مواد و فرآورده های نفتی

2-6 ASTM D4007 Test Method for Water and Sediment in Crude Oil Sediment in Crude Oil by the Centrifuge Method (Laboratory Procedure)

2-7 ASTM D4057 Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products

2-8 ASTM D4177 Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products

2-9 ASTM E542 Practice for Calibration of Laboratory Volumetric Apparatus

۳ اصول آزمون

مقدارهای برابر از نفت کوره و تولوئن اشباع شده با آب در دو لوله سانتریفوژ مخروطی شکل ریخته می‌شود، بعد از سانتریفوژ حجم لایه ماده سنگین‌تر در ته لوله که از آب و رسوب تشکیل شده است، خوانده می‌شود.

۴ مواد و یا واکنشگرها

۴-۱ تولوئن مطابق بند ۲-۲

هشدار - تولوئن آتش‌گیر و سمی است، از گرما، جرقه و شعله باز، باید دور نگهداشته شود. بخار تولوئن، سمی است. از تنفس کردن بخارات آن و تماس آن با چشم جلوگیری شود. درب آن را بسته نگهداشته و از تماس طولانی مدت آن با پوست اجتناب شود و در محیط با تهویه کافی استفاده شود.

۴-۱-۱ مشخصات تولوئن به صورت زیر است:

۹۲/۱۴	- وزن ملکولی $C_6H_5CH_3$
۱۰	- رنگ (APHA)
۲/۰°C	- محدوده جوش (نقطه جوش ابتدایی تا خشک شدن)
۰/۰۰۱٪	- باقیمانده تبخیر
قابل قبول با روش ACS	- مواد تیره شده با اسید سولفوریک
۰/۰۰۳٪	- مقدار گوگرد (برحسب S)
	- نقطه جوش گزارش شده $110.6^{\circ}C$ است

یادآوری - بعضی انواع نفت کوره ممکن است به حلال دیگر یا مخلوط حلال با امولسیون شکن نیاز داشته باشند، در نهایت آنچه بین خریدار و فروشنده توافق شده، باید مورد استفاده قرار گیرد.

۴-۱-۲ حلال باید از آب در دمای $(60 \pm 1)^{\circ}C$ اشباع شده باشد و عاری از آب به صورت معلق باشد (مطابق پیوست الف)

۲-۴ امولسیون شکن^۱

۱-۲-۴ استفاده از امولسیون شکن برای جدایی آب از نمونه، برای جلوگیری از چسبیدن آب به دیواره لوله سانتریفوژ و مشخص شدن مرز آب و روغن، لازم است.

۲-۲-۴ هنگامی که از یک امولسیون شکن استفاده می شود. باید مطابق روش ارائه شده توسط کارخانه عمل نمود و نباید آن را به حجم اندازه گیری شده آب و رسوب اضافه نمود. همیشه امولسیون شکن را به همراه حلال به شکل آماده شده با حلال استفاده کنید یا پیش از آزمون، آن را با حلال مخلوط کنید.

۵ وسایل

۱-۵ سانتریفوژ

۱-۱-۵ از سانتریفوژی که بتواند حداقل دو لوله سانتریفوژ مخروطی شکل به طول ۲۰۳mm را در خود جای دهد و با سرعت قابل کنترلی، نیروی گریز از مرکز نسبی (rcf) در محدوده ۵۰۰ تا ۸۰۰ در نوک لوله ایجاد کند، استفاده شود.

۲-۱-۵ راس دوار، حلقه‌های سرمحور و کاپ سر محور شامل پایه‌ها، باید توانایی ایستادگی در برابر بیشترین مقدار نیروی گریز از مرکز دستگاه سانتریفوژ را داشته باشند. کاپ سرمحور، باید لوله‌ها را در هنگام دوران محکم نگه دارد. سانتریفوژ باید به وسیله یک حفاظ فلزی یا محفظه محکم محصور شده باشد تا از بروز هر خطری در صورت شکسته شدن جلوگیری شود.

۳-۱-۵ سانتریفوژ باید به صورت ترمواستاتیک گرمادهی و کنترل شوند تا از هر شرایط خطرناک جلوگیری شود و باید قادر به نگهداشتن دمای نمونه در محدوده $(60 \pm 1)^\circ\text{C}$ باشد. کنترل ترمواستاتیکی باید قادر به نگهداری دما در این محدوده باشد و در صورت وجود فضای قابل اشتعال، ایمنی عملیات را حفظ کند.

۴-۱-۵ الزامات ایمنی در مورد سانتریفوژهای الکتریکی و تحت گرمایش برای کار در مناطق خطرناک باید رعایت شود.

یادآوری- بعضی سانتریفوژهای تحت گرمایش در فشاری کمتر از فشار اتمسفر کار می کنند که در این حالت خطرات ناشی از بخار و گازهای نمونه و حلال به کار رفته در آزمون توسط تخلیه در یک محیط بی خطر، کاهش می یابد.

۵-۱-۵ سرعت رأس دوار

سرعت رأس دوار برحسب (r/min) بر اساس معادله (۱) محاسبه می شود:

1 -Demulsifier

$$v = 1335 \sqrt{rcfld} \quad (1)$$

که در آن:

rcf نیروی گریز از مرکز نسبی

d قطر دایره دوران که عبارت از فاصله نوک های دو لوله مقابل هم در حالت دوران برحسب میلی متر است.

یا

$$v = 265 \sqrt{rcfld} \quad (2)$$

که در آن:

rcf نیروی گریز از مرکز نسبی

d قطر دایره دوران که عبارت از فاصله نوکهای دو لوله مقابل هم در حالت دوران برحسب اینچ است

۵-۱-۶ نیروی گریز از مرکز نسبی

نیروی گریز از مرکز نسبی با اندازه گیری V برحسب (r/min) از رابطه ۳ محاسبه می شود.

$$rcf = d \left(\frac{v}{1335} \right)^2 \quad (3)$$

که در آن :

d قطر دایره دوران که عبارت از فاصله نوکهای دو لوله مقابل هم در حالت دوران برحسب میلی متر است یا

$$rcf = d \left(\frac{v}{265} \right)^2 \quad (4)$$

که در آن :

d قطر دایره دوران که عبارت از فاصله نوکهای دو لوله مقابل هم در حالت دوران بر حسب اینچ است

۵-۲ لوله های سانتریفوژ

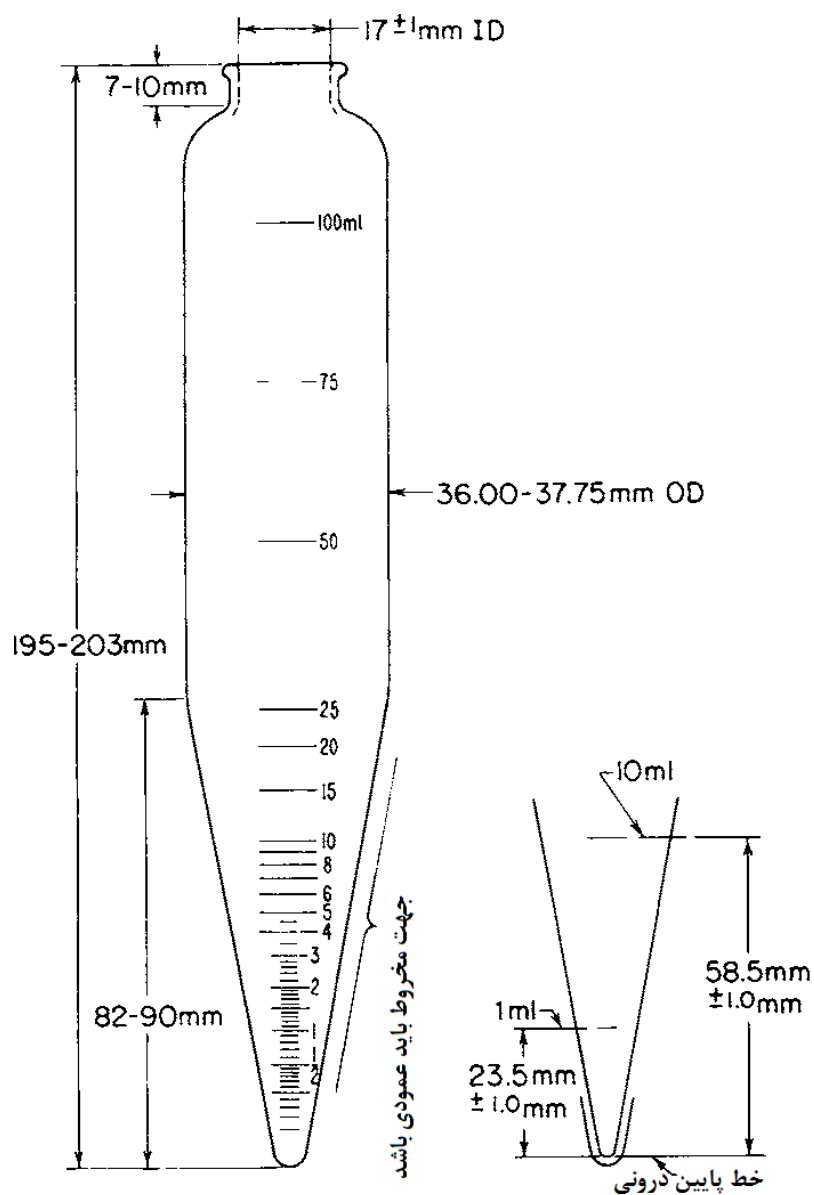
۵-۲-۱ هر لوله سانتریفوژ باید به شکل لوله مخروطی با ابعادی مطابق شکل ۱ بوده و از شیشه بادوام ساخته شده باشد. درجه بندی مانند اعدادی که در شکل ۱ نشان داده شده است ، باید کاملاً واضح باشد.

دهانه تنگ آن برای بسته شدن با چوب پنبه یا درب مقاوم به حلال طراحی شده است.

رواداری های خطای شماره گذاری و کوچکترین شماره گذاری بین کالیبراسیون های مختلف باید مطابق جدول ۱ باشد.

کالیبراسیون با آب عاری از هوا در دمای 20°C هنگام خواندن سطح پایینی هلال انجام می شود.

۲-۲-۵ صحت، درجه بندی شماره‌ها و افت اندازه‌گیری حجمی و صحت اندازه‌گیری وزنی باید مطابق ASTM E 542 باشد. اگر خطای شماره‌گذاری از رواداری‌های جدول ۱ بیشتر است، آن لوله را بکار نبرید.



شکل درون مخروط

شکل ۱- لوله سانتی‌متر ۲۰۳ میلی متری (۸ اینچی)

جدول ۱- رواداری کالیبراسیون برای لوله سانتریفوژ ۲۰۳ میلی متری (۸ اینچی)

رواداری حجم (ml)	درجات فرعی (ml)	محدوده (ml)
±۰/۰۲	۰/۰۵	۰ - ۰/۱
±۰/۰۳	۰/۰۵	۰/۱ - ۰/۳
±۰/۰۵	۰/۰۵	۰/۳ - ۰/۵
±۰/۰۵	۰/۱۰	۰/۵ - ۰/۱
±۰/۱۰	۰/۱۰	۱/۰ - ۲/۰
±۰/۱۰	۰/۲۰	۲/۰ - ۳/۰
±۰/۲۰	۰/۵۰	۳/۰ - ۵/۰
±۰/۵۰	۱/۰۰	۵/۰ - ۱۰
±۱/۰۰	۵/۰۰	۱۰ - ۲۵
±۱/۰۰	۲۵/۰۰	۲۵ - ۱۰۰

۳-۵ حمام

حمام باید به صورت حمام فلزی جامد یا حمام مایع با عمق کافی برای غوطه ور شدن لوله سانتریفوژ به صورت عمودی تا نشانه ۱۰۰ ml آن باشد و بتواند دمای آن را در $(\pm 1)60^{\circ}\text{C}$ ثابت نگه دارد. (مطابق یادآوری)

یادآوری- برای بعضی انواع نفت کوره ، دمای بالاتر از 60°C برای بدست آوردن مقدار صحیح رسوب و آب لازم می باشد که در این صورت نیاز به توافق خریدار و فروشنده است. در دماهای بالا از تولوئن اشباع با آب می توان استفاده کرد.

۶ نمونه برداری

۱-۶ نمونه برداری شامل تمامی مراحل لازم برای بدست آوردن مقداری نمونه از لوله یا تانک یا سایر سیستمها و جمع آوری آنها در ظرفهای آزمایشگاهی می باشد.

۲-۶ نمونه برداری باید طبق استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹ یا ASTM D4177 انجام شود.
 ۳-۶ استاندارد ASTM D5854 شامل اطلاعات اضافی در مورد نمونه برداری و اثر همگن سازی یک مخلوط مورد آزمون می باشد.

۷ روش انجام آزمون

۷-۱ دو لوله سانتریفوژ (۲-۵) را تا حجم ۵۰ ml از نمونه ای که خوب تکان داده شده است (مستقیماً تهیه شده از ظرف آزمون) پر کنید. با استفاده از یک پیپت، ۵۰ml از حلال اشباع شده با آب اضافه کنید. در تمامی اندازه‌گیری‌ها قسمت بالایی هلال مربوط به نشانه‌های ۵۰ml و ۱۰۰ml را بخوانید. درپوش لوله‌ها را محکم ببندید و آنها را به شدت تکان دهید تا محتویات کاملاً مخلوط شود. درپوش‌ها را شل کرده و لوله‌ها را تا نشانه ۱۰۰ml به مدت ۱۰min در حمامی با دمای $(60 \pm 1)^\circ\text{C}$ غوطه‌ور نمایید.

۷-۲ درپوش‌ها را ببندید و لوله‌ها را برگردانید تا مطمئن شوید که روغن و حلال کاملاً مخلوط شده‌اند و با احتیاط، هم بزنید.

هشدار- فشار بخار هیدروکربن‌ها در 60°C تقریباً دو برابر فشار بخار آنها در 40°C است در نتیجه لوله‌ها را در موقعیتی پایین‌تر از سطح چشم وارونه کنید تا در صورت پریدن در پوش، از تماس آن با چشم جلوگیری شود.

۷-۳ لوله‌ها را مقابل هم قرار دهید تا سانتریفوژ در حالت تعادل قرار گیرد و مطمئن شوید که درپوش و لوله‌های مجاور در حال انبساط با هم تماس نیابند.

به مدت ۱۰min با سرعت محاسبه شده مطابق بند ۵-۱-۶، آنها را بچرخانید تا نیروی گریز از مرکز نسبی نوک لوله‌های در حال دوران بین $(500-800)rcf$ باشد.

برای حفظ رابطه بین قطر دوران، نیروی گریز از مرکز نسبی و سرعت (r/min) به جدول ۲ مراجعه شود. در طی زمان سانتریفوژ نمونه‌ها را در دمای $(60 \pm 1)^\circ\text{C}$ نگه دارید.

جدول ۲- سرعت‌های دوران قابل استفاده در سانتریفوژ برای قطرهای دوران مختلف

سرعت (r/min)		قطر دوران ^۱	
در ۵۰۰rcf	در ۸۰۰rcf	میلی متر	اینچ
۱۷۱۰	۲۱۷۰	۳۰۵	۱۲
۱۶۵۰	۲۰۱۰	۳۳۰	۱۳
۱۵۹۰	۲۰۰۰	۳۵۶	۱۴
۱۵۳۰	۱۹۳۰	۳۸۱	۱۵
۱۴۹۰	۱۸۷۰	۴۰۶	۱۶
۱۴۴۰	۱۸۲۰	۴۳۲	۱۷
۱۴۰۰	۱۷۷۰	۴۵۷	۱۸
۱۳۶۰	۱۷۲۰	۴۸۳	۱۹
۱۳۳۰	۱۶۸۰	۵۰۸	۲۰
۱۳۰۰	۱۶۴۰	۵۳۳	۲۱
۱۲۷۰	۱۶۰۰	۵۵۹	۲۲
۱۲۴۰	۱۵۶۰	۵۸۴	۲۳
۱۲۱۰	۱۵۳۰	۶۱۰	۲۴

۱- فاصله بین نوک لوله‌های مقابل، در چرخش سانتریفوژ

۴-۷ بلافاصله پس از توقف دوران سانتریفوژ، حجم مجموع آب و رسوب در ته لوله ها با تقریب ۰/۰۵ml برای درجات (۰/۱-۱) ml و با تقریب ۰/۱ml برای درجات بالای ۱ ml و با تقریب ۰/۰۲۵ml برای درجات کمتر از ۰/۱ml (مطابق شکل ۲) بخوانید و یادداشت کنید. در این مرحله دقت کنید که لوله ها بعد از توقف سانتریفوژ در یک حالت عمودی قرار گرفته اند، زیرا اگر لوله ها حالت زاویه دار قرار گیرند بر روی نتایج تأثیر می گذارد.

اگر حجم آب و رسوب قابل مشاهده از ۰/۰۲۵ml کمتر است و نمی توان آن را ۰/۰۲۵ml در نظر گرفت حجم را کمتر از ۰/۰۲۵ ml یادداشت کنید.

اگر حجم آب و رسوبی قابل مشاهده نیست ، حجم را ۰/۰۰۰ml یادداشت کنید سپس لوله ها را بدون تکان دادن به سانتریفوژ برگردانید و به مدت ۱۰ min با همان سرعت بچرخانید.

۵-۷ این عمل را آنقدر تکرار کنید تا حجم آب و رسوب در دو قرائت متوالی، ثابت بماند. معمولاً به بیش از دوبار چرخاندن نیازی نیست.

۶-۷ اگر اختلاف بین حجم های نهایی بیش از یک درجه فرعی روی لوله سانتریفوژ (مطابق جدول ۱) و یا بیشتر از ۰/۰۰۲۵ml برای حجم های تخمینی ۰/۱ml و کمتر نباشد، مقدار آب و رسوب را با استفاده از معادله بند ۸ محاسبه کنید. اگر اختلاف بیش از یک درجه فرعی باشد یا برای قرائت های کمتر از ۰/۱۰، بیشتر از ۰/۰۲۵ml باشد، قرائت ها اشتباه است، در این حالت اندازه گیری را از بند ۷-۱ تکرار کنید.

۸ محاسبات

۱-۸ حجم نهایی آب و رسوب در هر لوله را یادداشت کنید. اگر تفاوت دو قرائت بزرگتر از یک درجه بندی فرعی روی لوله سانتریفوژ (مطابق جدول ۱) یا برای قرائت ۰/۱۰ml یا کمتر، ۰/۰۲۵ ml است، قرائت اشتباه بوده و اندازه گیری باید تکرار شود.

۲-۸ مقدار آب و رسوب را از رابطه ۵ بدست آورید.

$$V=V_1+V_2 \quad (5)$$

که در آن :

V درصد حجمی آب و رسوب نمونه

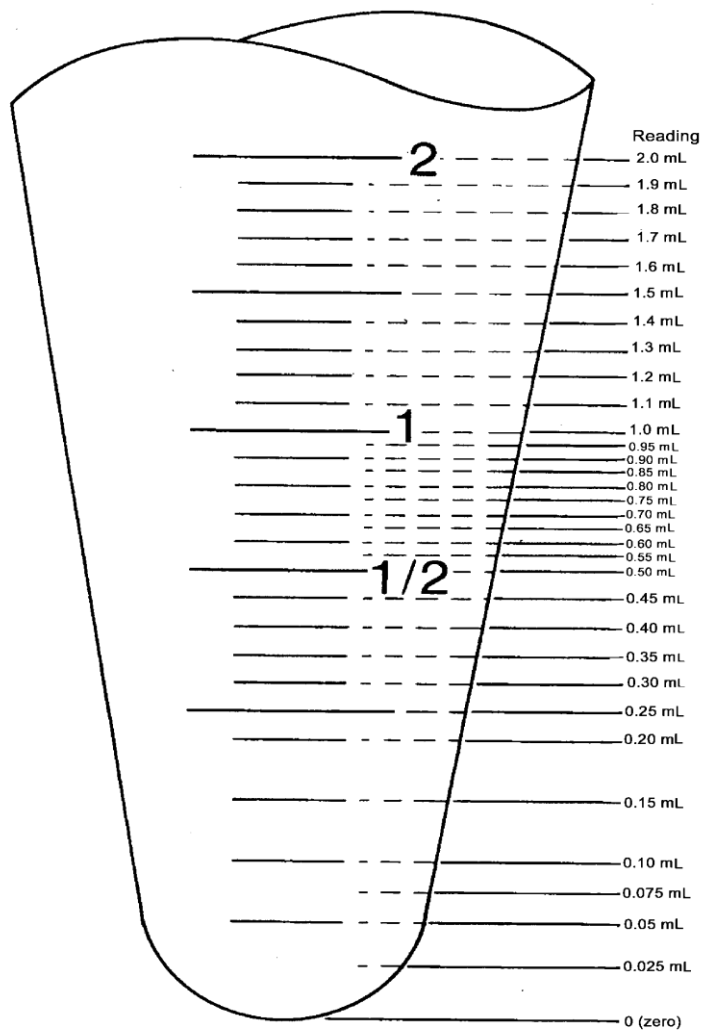
V₁ حجم نهایی آب و رسوب در ۵۰ml نمونه در لوله اول برحسب ml

V₂ حجم نهایی آب و رسوب در ۵۰ml نمونه در لوله دوم برحسب ml

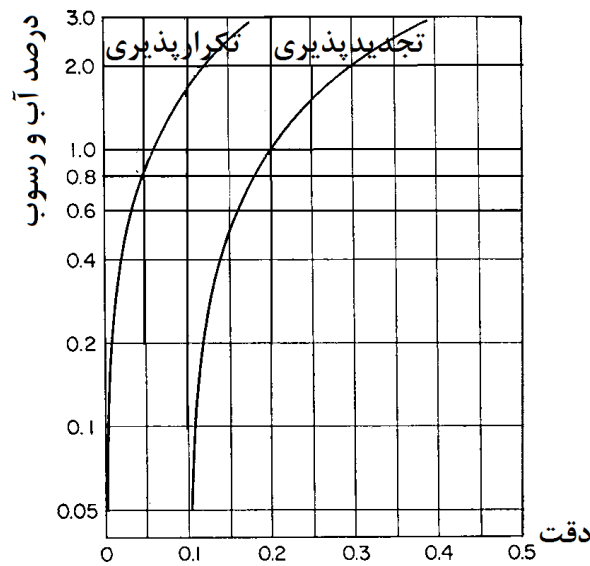
۳-۸ مجموع دو قرائت قابل قبول را به عنوان درصد حجمی آب و رسوب بیان کنید.

جدول ۳- بیان نتایج

درصد حجمی آب و رسوب	لوله ۲- حجم آب و رسوب ml	لوله ۱- حجم آب و رسوب ml
۰/۰۰	عدم مشاهده آب و رسوب	عدم مشاهده آب و رسوب
۰/۰۲۵	۰/۰۲۵	عدم مشاهده آب و رسوب
۰/۰۵	۰/۰۲۵	۰/۰۲۵
۰/۰۷۵	۰/۰۵	۰/۰۲۵
۰/۱۰	۰/۰۵	۰/۰۵
۰/۱۲۵	۰/۰۷۵	۰/۰۵
۰/۱۵	۰/۰۷۵	۰/۰۷۵
۰/۱۷۵	۰/۱۰	۰/۰۷۵
۰/۲۰	۰/۱۰	۰/۱۰
۰/۲۵	۰/۱۵	۰/۱۰



شکل ۲- روش خواندن آب و رسوب هنگام استفاده از لوله سانتریفیوژ مخروطی شکل ۱۰۰ml



شکل ۳- منحنی دقت برای روش لوله سانتریفیوژ

۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل دارای اطلاعات زیر باشد.

- ۱-۹ روش آزمون طبق این استاندارد ملی ایران
- ۲-۹ گزارش نتیجه V به عنوان درصد حجمی آب و رسوب مطابق جدول ۳
- ۳-۹ نتایج که به صورت زیر گرد شده باشند.
- ۱-۳-۹ درصد حجمی بیشتر از ۲/۰۰ با تقریب ۰/۱ درصد حجمی گرد شود.
- ۲-۳-۹ درصد حجمی بین ۰/۲۰ تا ۲/۰۰ با تقریب ۰/۰۵ درصد حجمی گرد شود.
- ۳-۳-۹ درصد حجمی کمتر از ۰/۲۰ مطابق جدول ۳ گرد شود.
- ۴-۹ اگر از حلالی به جز تولوئن استفاده شده است، گزارش شود. (یادآوری بند ۴-۱-۱) در صورت استفاده از امولسیون شکن، نام و مقدار آن گزارش شود (بند ۴-۲) اگر دما 60°C نباشد، دمای آزمون گزارش شود. (یادآوری بند ۵-۳)
- ۵-۹ تاریخ آزمون

۱۰ دقت واریبی

- ۱-۱۰ دقت : بند ۱-۱-۱۰ و ۲-۱-۱۰ باید برای قضاوت درباره پذیرش نتایج مورد استفاده قرار گیرد. (با احتمال ۹۵ درصد)

۱-۱-۱۰ تکرارپذیری : اختلاف بین دونتیجه آزمون که به وسیله یک آزمایشگر در یک آزمایشگاه بر روی یک ماده یکسان، درازمدت در شرایط معمول و صحیح آزمون ، تنهادر یک مورد از بیست مورد می تواند از مقادیر شکل ۳ بیشتر باشد.

۲-۱-۱۰ تجدیدپذیری : اختلاف بین نتایج دو آزمون مستقل که به وسیله آزمایشگرهای متفاوت در آزمایشگاههای متفاوت بر روی یک ماده یکسان، درازمدت در شرایط معمول و صحیح آزمون، تنها در یک مورد از بیست مورد می تواند از مقادیر شکل ۳ بیشتر باشد

۲-۱۰ اریبی: تا کنون هیچ ماده مرجع مناسب برای اندازه گیری اریبی طبق این روش آزمون گزارش نشده است.

۳-۱۰ مقایسه دقت روش تقطیر و سانتریفوژ برای نفت خام

۱-۳-۱۰ در یک برنامه آزمون بر روی نفت خام (مطابق پیوست الف) نشان داده شده است که روش تقطیر دقت بیشتری نسبت به روش سانتریفوژ دارد. تصحیح میانگین برای روش تقطیر در حدود ۰/۰۶ است در حالی که برای روش سانتریفوژ ۰/۱ است با این حال تصحیح ثابت نبوده و با غلظت‌های اندازه گیری شده رابطه مشخصی ندارد.

۲-۳-۱۰ دقت روش تقطیر در مقایسه با این روش تا حدی بهتر است. تکرارپذیری ۰/۰۸ در برابر ۰/۱، تجدیدپذیری ۰/۱۱ در برابر ۰/۲ مشاهده می‌شود این اعداد برای محتوی آب (۱-۰/۱) درصد که بیشترین مقدار به دست آمده در این مطالعه است، مورد استفاده می‌باشد.

۳-۳-۱۰ تکرارپذیری و تجدید پذیری روش سانتریفوژ به ترتیب ۰/۱۲ و ۰/۲۸ می‌باشد.

پیوست الف
(الزامی)
روش اشباع کردن تولوئن با آب

الف-۱-۱ هدف

هدف از این پیوست، تعیین روش اشباع کردن تولوئن با آب، جهت اندازه گیری مقدار آب و رسوب نفت کوره به روش سانتیفریوژ می باشد.

الف-۲ اهمیت روش آزمون

شکل الف-۱ نشان می دهد که آب در تولوئن به مقدار قابل توجهی محلول است. درصد آب حل شده با افزایش دما، زیاد می شود از ۰/۰۳٪ در دمای ۲۱°C به ۱٪ در دمای ۷۰°C می رسد. تولوئن به طور معمول نسبتاً خشک است در هنگام استفاده کمی یا تمامی آب موجود در نمونه نفت کوره را حل می کند، این انحلال، مقدار آب و رسوب مشاهده شده در نمونه نفت کوره را کاهش می دهد. برای اندازه گیری دقیق آب و رسوب نفت کوره به روش سانتیفریوژ، ابتدا باید تولوئن در دمای آزمون با آب اشباع شود.

الف-۳ مواد و یا واکنشگرها

الف-۳-۱ تولوئن مطابق با ویژگی های تولوئن بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۱۵۵۱
الف-۳-۲ آب مقطر یا آب شهری

الف-۴ وسایل

الف-۴-۱ حمام گرمایشی با مایع: به اندازه کافی عمیق برای نگهداری بطری ۱ لیتر با نگهدارنده آن و میانگین دمایی (۶۰±۱)°C
الف-۴-۲ بطری ۱ لیتر با درپوش

الف-۵ روش انجام آزمون

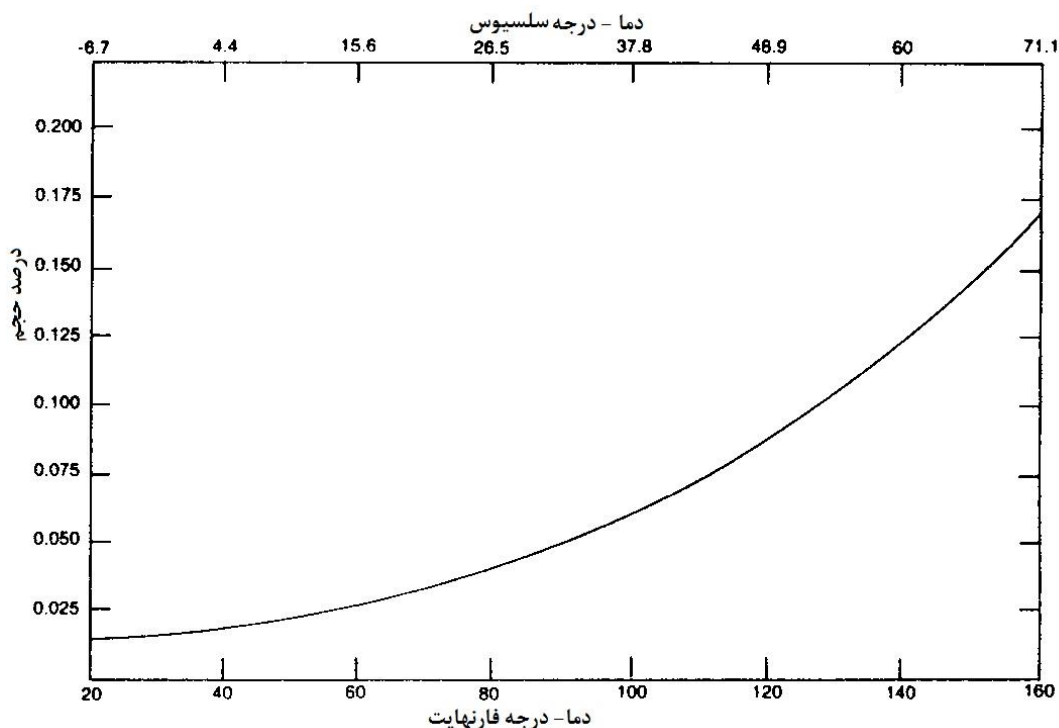
الف-۵-۱ دمای حمام گرمایشی را در دمای آزمون تنظیم کنید و با دقت $\pm 1^\circ\text{C}$ دما را ثابت نگهدارید.
الف-۵-۲ بطری شیشه ای را با (۷۰۰-۸۰۰) ml تولوئن پر کنید و به مقدار کافی آب (حداقل ۲ml، حداکثر ۲۵ml) به آن اضافه کنید تا یک علامت قابل رویت از آب اضافی دیده شود.
در پوش بطری را محکم ببندید و به مدت ۳۰s آن را به شدت تکان دهید.

الف-۵-۳ در پوش را شل کنید و بطری را در حمام برای ۳۰ min قرار دهید. بطری را بردارید، در پوش را محکم ببندید و با احتیاط برای ۳۰s آن را تکان دهید.
 هشدار- به طور معمول، فشار بخار هیدروکربن‌ها در دمای ۶۰°C تقریباً دو برابر فشار بخار آن‌ها در دمای ۴۰°C است، لذا لوله‌ها در موقعیتی پایین تر از سطح چشم باید وارونه شود تا در صورت پریدن در پوش، از تماس آن با چشم جلوگیری شود.

الف-۵-۴ موارد بند الف-۵-۳ را سه بار تکرار کنید.

الف-۵-۵ بطری حاوی آب و تولوئن را به مدت ۴۸h قبل از استفاده، در حمام بگذارید. این کار سبب ایجاد تعادل کامل بین تولوئن و آب آزاد و همچنین اشباع کامل دردمای دلخواه می‌شود. در صورت نیاز به استفاده از تولوئن اشباع شده با آب، قبل از ۴۸h (زمان تعادل) حلال را داخل لوله‌های سانتریفوژ ریخته و با همان وسیله، همان نیروی گریز از مرکز نسبی و همان دمای آزمون، آن را سانتریفوژ کنید. تولوئن باید با احتیاط توسط پیپت از لوله سانتریفوژ برداشته شود تا با آب آزاد در ته لوله مخلوط نشود.

الف-۵-۶ اشباع شدن به دما و زمان بستگی دارد. توصیه می‌شود بطری‌های مخلوط تولوئن و آب در تمام مدت آزمون در حمام نگهداشته شود تا حلال اشباع شده قابل استفاده باشد.



شکل الف-۱-حلالیت آب در تولوئن