



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۴۲۴

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

19424

1st.Edition

2015

اندازه‌گیری هیدروژن سولفید در فاز بخار
بالای نفت کوره ته ماند

**Determination of hydrogen sulfide in the
vapor phase
above residual fuel oils**

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 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 هیدروژن سولفید در فاز بخار بالای نفت کوره ته ماند »

رئیس:

جواهریان، محمد
(دکتری شیمی)

سمت و / یا نمایندگی

هیات علمی دانشگاه شهید چمران اهواز

دبیر:

نجفی، زینب
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

احمدنژاد، سید عبدالوهاب
(لیسانس مهندسی نفت)

کارشناس آزمایشگاه شرکت نفت پاساگاد

جولاباف، الهام
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

چرم‌زاده، مهرناز
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت صنایع شیمیایی
شبنم خوزستان

حاتمی، امیر
(دکتری شیمی)

مدیر عامل شرکت پرشیا پژوهش شریف

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

دریابر، افسانه
(فوق لیسانس شیمی)

سرپرست و مدیر فنی آزمایشگاه پتروشیمی
شهید تندگویان

دستوری رزار، مهدی
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت نفت پاسارگاد

دهدشتی‌زاده، الهام
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس ارشد شرکت ملی حفاری

کارشناس ارشد مرکز تحقیقات دانشکده نفت

رضایی نژاد، رامش
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

هیات علمی جهاد دانشگاهی

گل محمدی، حامد
(دکترای شیمی تجزیه)

کارشناس شرکت پترو فناوری آسه

محمودی، اکرم
(لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت خوزستان پژوهش گستر
بردیا

مکوندی، علی
(فوق لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۲	۵ مزاحمت‌ها
۲	۶ وسایل
۳	۷ نمونه‌برداری
۴	۸ روش انجام آزمون
۶	۹ دقت و انحراف
۷	۱۰ گزارش آزمون
۹	پیوست الف (الزامی) لوله آشکارساز طول لکه

پیش گفتار

استاندارد " اندازه‌گیری هیدروژن سولفید در فاز بخار بالای نفت کوره ته ماند" که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت پرشیاپژوهش شریف تهیه و تدوین شده است و در چهل و ششمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های نفتی مورخ ۹۳/۱۲/۹ 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، به‌عنوان 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 5705: 2014, Standard Test Method for Measurement of Hydrogen Sulfide in the Vapor Phase Above Residual Fuel Oils

مقدمه

نفت کوره ته‌ماند می‌تواند حاوی هیدروژن سولفید (H_2S) در فاز مایع باشد و منجر به غلظت‌های خطرناکی از فاز بخار هیدروژن سولفید در فضای فوقانی مخزن نگهداری شود. میزان فاز بخار متناظر با حجم فضای فوقانی، دمای سوخت و تکان دادن به‌طور قابل توجهی تغییر می‌کند. اندازه‌گیری غلظت‌های H_2S در فاز مایع، شاخصی مفید از تمایل نفت کوره ته‌ماند برای تشکیل غلظت‌های بالای فاز بخار ارابه می‌کند و غلظت‌های کم در نفت کوره ته‌ماند مستقیماً خطر در معرض قرارگیری با H_2S را کاهش می‌دهد. بنابراین اهمیت دارد که آزمون‌گرها کلیه روش‌های ایمنی مناسب برای دور نگه‌داشتن مخازن از آزمون‌گرها و سایر افراد در معرض با H_2S را دنبال کنند.

اندازه‌گیری هیدروژن سولفید در فاز مایع برای ایجاد کنترل کیفیت، مناسب است درحالی‌که اندازه‌گیری H_2S در فاز بخار برای اهداف سلامتی و ایمنی مناسب است.

این استاندارد برای پالایشگاه‌ها، پایانه‌های سوختی و آزمایشگاه‌های آزمون مستقل که به دستگاه‌های تجزیه‌ای مانند کروماتوگراف گازی دسترسی ندارند، تهیه شده است و یک روش آزمون ساده و ثابت برای اندازه‌گیری سریع هیدروژن سولفید در فاز بخار بالای نفت کوره ته‌ماند ارابه می‌کند.

یادآوری ۱- این استاندارد یکی از سه روش موجود برای اندازه‌گیری کمی H_2S در نفت کوره است. استاندارد ASTM D 6021 یک روش تجزیه‌ای برای اندازه‌گیری غلظت‌های هیدروژن سولفید در فاز مایع است و استاندارد ASTM D 7621 روشی سریع برای اندازه‌گیری غلظت‌های هیدروژن سولفید در فاز مایع است.

یادآوری ۲- به دلیل واکنش‌پذیری، جذب‌کنندگی و فراریت هیدروژن سولفید، هر روش اندازه‌گیری فقط غلظت H_2S را در یک لحظه مشخص از زمان ارابه می‌کند.

این استاندارد ضرورتاً غلظت H_2S فاز بخار در مخزن نگهداری سوخت را شبیه‌سازی نمی‌کند. با وجود این سطحی از غلظت را به‌گونه‌ای ارابه می‌کند که نتایج آزمون فقط تابعی از نمونه نفت کوره ته‌ماند باشند و نتایج تابعی از روش آزمون، آزمون‌گر یا مکان نیستند. بین غلظت هیدروژن سولفید فاز بخار واقعی در انبارداری یا حمل و انتقال نفت کوره ته‌مانده و این آزمون زمینه نمی‌توان هیچ‌گونه همبستگی کلی ایجاد کرد. با این وجود هر تاسیساتی که نفت کوره را از همان منبع نفت خام تحت شرایط ثابت تولید می‌کند ممکن است قادر به ایجاد همبستگی برای حالت مجزای آن باشد.

اندازه‌گیری هیدروژن سولفید در فاز بخار بالای نفت کوره ته‌ماند

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 هیدروژن سولفید (H_2S) در فاز بخار (فضای فوقانی تعادلی) نمونه نفت کوره ته‌ماند است.

این استاندارد برای مایعات با گستره گرانی $5/5 \text{ mm}^2/\text{s}$ در دمای 40°C تا $50 \text{ mm}^2/\text{s}$ در دمای 100°C و همچنین برای سوخت‌های درجه ۴ و ۵ (سنگین) و ۶ مطابق استاندارد ASTM D 396 کاربرد دارد. این استاندارد در گستره ۵ قسمت در میلیون تا ۴۰۰۰ قسمت در میلیون حجمی/حجمی (میکرومول بر مول) 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 ۴۱۸۹، روش‌های نمونه‌برداری دستی از مواد و فرآورده‌های نفتی

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۱۴۲، نفت کوره-ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

2-3 ASTM D 6021, Test Method for Measurement of Total Hydrogen Sulfide in Residual Fuels by Multiple Headspace Extraction and Sulfur Specific Detection

2-4 ASTM D 7621, Test Method for Determination of Hydrogen Sulfide in Fuel Oils by Rapid Liquid Phase Extraction

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

فضای فوقانی تعادلی

فضای بخار بالای مایع که در آن کل اجزای بخار در تعادل با اجزای مایع هستند.

نفت کوره ته ماند

نفت کوره متشکل از یک مخلوط پس مانده ویسکوز بلند زنجیر، کوتاه زنجیر یا کراکینگ شده حاصل از فرایند پالایش نفتی و محصولات تقطیر سبک تر مخلوط شده با نفت کوره ویسکوز می باشد.

یادآوری - تحت شرایط این استاندارد (نسبت مایع به بخار ۱: ۱، دما و تکان دادن)، هیدروژن سولفید در فاز بخار (فضای فوقانی نمونه) در تعادل با هیدروژن سولفید موجود در فاز مایع است.

۴ اصول آزمون

دقیقا قبل از آزمون، ظرف آزمون ۱ l بی اثر نسبت به هیدروژن سولفید (بطری شیشه‌ای آزمون) از ظرف بی اثر نسبت به هیدروژن سولفید (بطری شیشه‌ای نمونه) تا حجم ۵۰٪ با نفت کوره پر می شود. در ظرف آزمون، گاز نیتروژن از فضای بخار بالای نمونه نفت کوره عبور داده می شود تا جایگزین هوا شود. ظرف آزمون حاوی نمونه در گرمخانه تا دمای 60°C گرم می شود و روی یک تکان دهنده دوار به مدت سه دقیقه با سرعت ۲۲۰ دور بر دقیقه تکان داده می شود.

از لوله آشکارساز طول لکه رنگی^۱ و پمپ دستی برای اندازه گیری غلظت هیدروژن سولفید در فاز بخار ظرف آزمون استفاده می شود. توصیه می شود لوله آشکارساز طول لکه، نزدیک سطح مایع بوده اما در تماس با آن قرار نگیرد. برای اطلاعات بیشتر درباره مزاحمت‌های خاص به دستورکارهای سازنده مراجعه کنید.

۵ مزاحمت‌ها

۱-۵ معمولا گوگرد دی اکسید و مرکاپتان‌ها موجب مزاحمت مثبت می شوند. در بعضی موارد نیتروژن دی اکسید می تواند مزاحمت منفی ایجاد کند. اغلب لوله‌های آشکارساز دارای یک لایه از قبل تمیز شده برای حذف برخی مزاحمت‌ها تا حداکثر سطح مزاحمت هستند.

۶ وسایل

۱-۶ تکان دهنده، یک تکان دهنده دوار رومیزی و یک سکو^۲ مجهز به یک گیره با چهار زبانه برای نگه داشتن بطری‌های شیشه‌ای ته گرد ۱ l و با قابلیت کار در سرعت ۲۲۰ دور بر دقیقه یادآوری - یک تکان دهنده دوار با مدار (مسیر دوران) ۱۹ mm مناسب است.

۲-۶ زمان سنج، با قابلیت اندازه گیری ۱ ثانیه تا ۳۰ دقیقه در فواصل زمانی ثانیه

۳-۶ درپوش با وسیله اندازه گیری دما، یک درپوش چوب پنبه‌ای شماره ۲ با یک وسیله اندازه گیری دما که در آن تعبیه شده است (در صورت نیاز در روش کار)، با قابلیت اندازه گیری درست دمای نمونه در $(60 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ و حداقل ۲۵ mm درون نفت کوره فرو رود اما حداقل ۲۵ mm از کف بطری آزمون فاصله داشته

1- Length of stai detector tube

2- Platform

باشد (قسمت الف در شکل ۱ را ببینید). یک دما سنج عقربه‌ای با گستره 18°C تا 82°C و ساقه mm ۲۰۰ برای استفاده مناسب است.

۴-۶ گرم‌خانه یا حمام آب، با قابلیت گرم کردن نمونه‌های نفت کوره تا $(1 \pm 60)^{\circ}\text{C}$

۵-۶ پمپ لوله آشکارساز، یک پیستون دستی یا پمپ نوع دمشی (قسمت ب شکل ۱ را ببینید) با ظرفیت ml (5 ± 100) به ازای هر ضربه. این پمپ به ویژه باید برای استفاده با لوله‌های آشکارساز طراحی شده باشد. هشدار- یک لوله آشکارساز و پمپ با هم تشکیل یک دستگاه را می‌دهند و باید به همین صورت استفاده شوند. هر سازنده، لوله‌های آشکارساز را برای تطابق با مشخصه‌های جریان پمپ ویژه آن کالیبره می‌کند. به دلیل احتمال کاهش قابل توجه درستی سیستم، استفاده از سایر محصولات تجاری پمپ و لوله مجاز نیست.

۶-۶ ظروف، ظروف نمونه و آزمون از مواد بی اثر نسبت به هیدروژن سولفید تشکیل شده‌اند مانند بطری‌های شیشه‌ای (ته گرد شفاف نوع بوستون) با ظرفیت ۱ l و سرپوش پیچی. بطری‌ها تمیز و خشک هستند. ظروف آزمون را در حجم ۵۰٪ با استفاده از خط کش علامت‌گذاری کنید.

هشدار- هیدروژن سولفید با سطوح فلزی واکنش کرده و به آسانی اکسید می‌شود که در نتیجه غلظت H_2S را کاهش داده و نتایج آزمون نادرست به دست می‌آید. ظروفی مانند قوطی‌ها با روکش اپوکسی برای جمع آوری نمونه مناسب هستند. ظروف جایگزین باید نتایجی معادل با نتایج حاصل با استفاده از شیشه را ارائه دهند.

۷-۶ لوله آشکارساز طول لکه و مقیاس کالیبراسیون، یک لوله شیشه‌ای درزبندی شده با سرهای قطع (نقاط اتصال) با اندازه مناسب برای جادادن نگه‌دارنده لوله پمپ لوله آشکارساز. لایه واکنشگر داخل لوله معمولاً بستری از سیلیکاژل پوشیده شده با مواد شیمیایی فعال است که باید نسبت به هیدروژن سولفید ویژه عمل کند و باید هنگام در معرض قرارگیری با نمونه گاز حاوی هیدروژن سولفید تغییر رنگ متمایزی ایجاد کند. هرگونه موادی که مزاحمت آنها مشخص شده باید در دستورکار همراه با لوله‌ها فهرست شوند. توصیه می‌شود یک مقیاس کالیبراسیون مستقیماً روی لوله علامت‌گذاری شود یا علامت‌گذاری‌های دیگری که برای تفسیر (قرائت) آسان مقدار هیدروژن سولفید از یک مقیاس کالیبراسیون جداگانه تهیه شده بهتر است با لوله‌ها عرضه شوند. مقیاس کالیبراسیون باید غلظت هیدروژن سولفید را به طول لکه رنگی مرتبط کند. پیوست الف اطلاعات اضافی ارائه می‌کند. زمان نگه‌داری (عمر قفسه‌ای) لوله‌های آشکارساز هنگامی که مطابق توصیه‌های سازنده نگه‌داری شده‌اند، باید حداقل دو سال بعد از تاریخ ساخت باشد.

۷ نمونه برداری

۱-۷ نمونه برداری از نفت کوره ته‌ماند مطابق استاندارد ASTM D 4057 برای نمونه‌برداری از مخازن ذخیره، کشتی‌ها یا قایق‌ها انجام می‌شود. نمونه مرکب یا نمونه‌های در حال حرکت^۱ را نیز می‌توان برای آزمون برداشت. توصیه می‌شود نمونه‌برداری نقطه‌ای از نقطه میانی یا زیر نقطه میانی نفت کوره موجود در مخازن ذخیره ابتدا با پاک‌سازی کافی خطوط انتقال نمونه و سپس برداشتن نمونه‌های منفردی که هر کدام فقط برای یک آزمون است، انجام دهید.

هشدار - نمونه‌های برداشته شده برای این روش آزمون باید مختص یک اندازه‌گیری منفرد هیدروژن سولفید بوده و برای هدف دیگری استفاده نشوند زیرا هر گونه استفاده دیگر می‌تواند منجر به اتلاف هیدروژن سولفید و بنابراین نتایج پایین شود.

یادآوری - نمونه‌های مایع برداشته شده از درون نفت کوره، اتلاف هیدروژن سولفید کمتری (از طریق گاززدایی) در مقایسه با سطح نفت کوره دارند. نمونه‌های برداشته شده از درون مخزن نفت کوره، موادی با بیشترین پتانسیل در معرض قرارگیری با H_2S در حین حرکت نفت کوره ارایه می‌کند. هیدروژن سولفید در اثر گاززدایی (گاززدایی H_2S با دمای بالا و تکان دادن مکانیکی افزایش می‌یابد)، اکسایش و جذب روی سطوح ترشده با آب کاهش می‌یابد.

۲-۷ حداقل دو ظرف نمونه ۱ I را با نفت کوره پر کنید. فضای فوقانی ظرف نمونه را به حداقل برسانید. بلافاصله سرپوش ظرف را گذاشته و به دستگاه آزمون منتقل کنید. هر نمونه را در مدت یک ساعت تا چهار ساعت بعد از زمان نمونه‌برداری آزمون کنید.

۳-۷ یکپارچگی نمونه خیلی مهم است. بنابراین ظروف نمونه باید از جنس مواد بی اثر بوده و تقریباً به صورت کامل با مایع پر شوند و سرپوش ظروف تا زمان آزمون محکم بسته باشد. جابجایی نمونه را باید به حداقل رسانده و آزمون سریع برای هیدروژن سولفید موردنیاز است. نمونه‌ها را نمی‌توان برای آزمون بعدی نگهداری کرد زیرا ممکن است اتلاف هیدروژن سولفید با مکانیسم شرح داده شده در یادآوری بند ۸-۱ رخ دهد.

۸ روش انجام آزمون

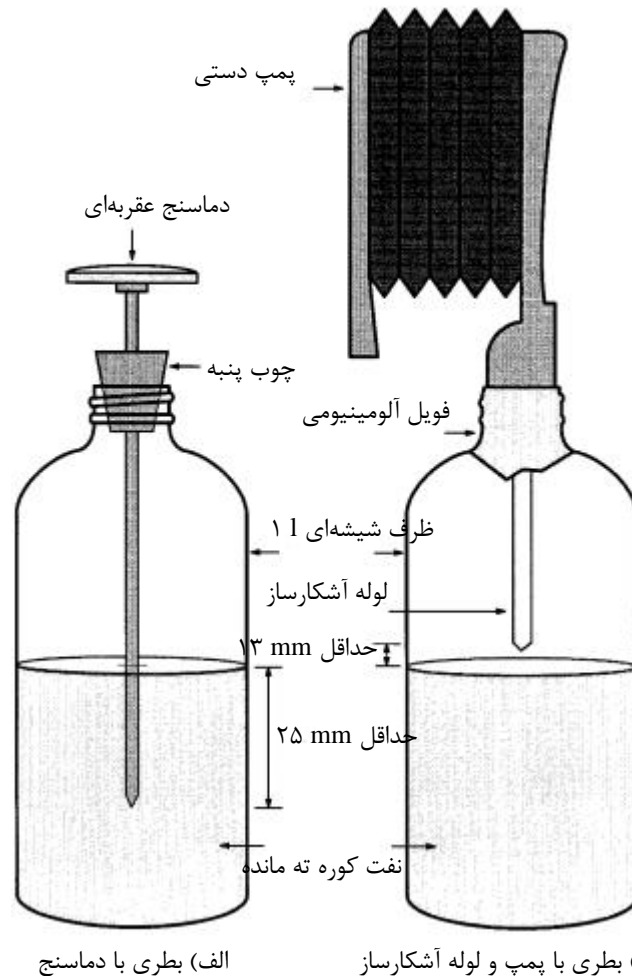
۱-۸ بگذارید هر ظرف نمونه پرشده به مدت یک ساعت در دمای اتاق بماند. سپس قسمتی از محتویات ظرف را به یک بطری آزمون ۱ I خالی منتقل کنید به‌گونه‌ای که تا حجم (50 ± 5) ٪ حجمی با نمونه پر شود. محتویات باقی‌مانده ظرف نمونه را مطابق با قوانین ملی دور بریزید. یک آزمون منفرد باید روی ماده از یک ظرف نمونه مجزا انجام شود.

۲-۸ یک خروجی خط عبور نیتروژن را در محدوده تقریباً ۱۳ mm بالاتر از سطح نمونه نفت قرار دهید. نیتروژن را با سرعت ۲ l/min به مدت ۳۰ ثانیه در فضای فوقانی بالای نمونه آزمون عبور دهید تا جایگزین هوا و بخار آب شود. به‌منظور اجتناب از اتلاف بیشتر بخارات نمونه، مدت زمانی را که بطری باز است، به حداقل برسانید. بلافاصله بعد از عبور نیتروژن، دهانه بطری آزمون (غیرقابل نفوذ نسبت به گاز) را با درپوش چوپ پنبه‌ای مجهز به دماسنج عقربه‌ای (قسمت الف در شکل ۱ را ببینید) ببندید.

۳-۸ هر بطری آزمون حاوی نمونه را در یک گرم‌خانه یا حمام آب تنظیم شده در دمای $(60 \pm 1)^\circ C$ قرار دهید تا زمانی که دمای نمونه به $(60 \pm 1)^\circ C$ برسد. نمونه را به مدت حداقل ۳۰ دقیقه (که زمان لازم برای رسیدن دمای نمونه به $60^\circ C$ را شامل می‌شود) در گرم‌خانه یا حمام نگه‌دارید.

یادآوری - در صورتی که دمای نمونه به $60^\circ C$ نرسد، نتایج پایین برای غلظت هیدروژن سولفید به دست می‌آید. در صورتی که دما از $60^\circ C$ بیشتر شود، نتایج بالا برای غلظت هیدروژن سولفید به دست می‌آید.

۴-۸ درحالی که نمونه گرم می‌شود، یک لوله آشکارساز طول لکه نشکسته^۱ را در پمپ دستی قرار دهید و نشتی پمپ را بررسی کنید. برای جزییات روش بررسی نشتی پمپ و در صورت تشخیص نشتی، برای دستورکارهای تعمیری به دستورکارهای سازنده مراجعه کنید. بررسی نشتی معمولاً یک دقیقه زمان می‌گیرد.



شکل ۱- اندازه‌گیری هیدروژن سولفید در فاز بخار نفت کوره ته‌مانده

۵-۸ بطری آزمون را گرم‌خانه خارج کرده و در گیره چهار زبانه تکان دهنده قرار دهید. برای حصول تعادل H_2S بین فاز مایع و بخار، به مدت ۳ دقیقه ± 1 ثانیه با سرعت ۲۲۰ دور بر دقیقه تکان دهید.

۶-۸ بطری آزمون را سطحی تخت قرار داده، درپوش و دماسنج عقربه‌ای را برداشته و بلافاصله سربطری را با فویل آلومینیومی درزبندی کنید.

۷-۸ یک لوله آشکارساز که در گستره دربرگیرنده بهترین غلظت هیدروژن سولفید موردانتظار است، انتخاب کنید. هنگامی که طول لکه تا نیمه بالایی مقیاس کالیبراسیون ادامه داشته باشد، درستی قرائت بهبود می‌یابد.

۸-۸ سرهای لوله را قطع کرده و لوله را با رعایت علامت مسیر جریان روی لوله، درون پمپ قرار دهید. لوله را از میان فویل آلومینیومی روی بطری آزمون، وارد بطری کنید. پمپ را روی سطح بالایی بطری آزمون قرار

دهید به طوری که لوله آشکارساز فقط در تماس با فاز بخار نمونه باشد. نگذارید لوله آشکارساز در تماس با مایع باشد (قسمت ب در شکل ۱ را ببینید). از یک ضربه فشاری کامل استفاده کنید.

۹-۸ لوله آشکارساز را بعد از تکمیل فشردگی پمپ، برداشته و بلافاصله غلظت هیدروژن سولفید را از مقیاس کالیبراسیون لوله یا از روی نمودار موجود در جعبه لوله‌ها بخوانید. قرائت لوله را در نقطه حداکثر لکه انجام دهید. در صورتی که کانال زنی رخ داد (طول لکه غیر یکنواخت)، حداکثر و حداقل طول لکه را بخوانید و از هر دو مقدار میانگین بگیرید.

هشدار- در صورتی که مقیاس کالیبراسیون مستقیماً روی لوله آشکارساز چاپ نشده است، به منظور اجتناب از نتایج نادرست اطمینان حاصل کنید که هر نمودار کالیبراسیون جداگانه، جفت مناسبی برای لوله در حال استفاده است.

۱۰-۸ در صورتی که مقیاس کالیبراسیون بیش از یک ضربه را تعیین می‌کند، مقدار خوانده شده را با استفاده از رابطه ۱ تصحیح کنید:

$$C = R \times S \quad (1)$$

که در آن:

C مقدار تصحیح شده برحسب قسمت در میلیون حجمی/حجمی؛
 R مقدار خوانده شده برحسب قسمت در میلیون حجمی/حجمی؛
 S ضربات تعیین شده.

یادآوری- در صورتی که آزمون در ارتفاع بالاتر از ۶۱۰ m انجام می‌شود، تصحیحات برای فشار بارومتري معنی دار است. در این موارد، مقدار خوانده شده را با استفاده از رابطه ۲ تصحیح کنید.

$$C = R \times \frac{101.325}{P} \quad (1)$$

که در آن:

C مقدار تصحیح شده برحسب قسمت در میلیون حجمی/حجمی؛
 R مقدار خوانده شده برحسب قسمت در میلیون حجمی/حجمی؛
 P فشار بارومتري برحسب کیلوپاسکال؛
 ۱۰۱/۳۲۵ ضریب تبدیل فشار از کیلوپاسکال به اتمسفر.

۱۱-۸ در صورتی که مقدار خوانده شده از لوله آشکارساز بیشتر از گستره آشکارساز یا زیر آن است (در محدوده گستره آشکارساز نیست)، لوله آشکارساز دیگری با گستره متفاوت بردارید و نمونه دیگری از نفت کوره را آزمون کنید. آزمون را روی نمونه آزمون شده قبلی تکرار نکرده یا لوله‌های آشکارساز را دوباره استفاده نکنید. تازمانی که هر مقدار خوانده شده روی مقیاس یا کمتر از ۵ قسمت در میلیون حجمی/حجمی باشد، آزمون را با استفاده از لوله‌های آشکارساز با گستره متفاوت و نمونه‌های جدید ادامه دهید.

۱۲-۸ بعد از حصول اولین نتیجه مطلوب، آزمون را با نمونه دیگری از همان نفت کوره و لوله آشکارساز تازه تکرار کنید.

۸-۱۳ مقادیر تصحیح نشده، مقادیر تصحیح شده برای تعداد ضربه‌ها (رابطه ۱)، مقادیر تصحیح شده برای فشار بارومتری (رابطه ۲) و دمای آزمون را ثبت کنید.

۹ دقت و انحراف

۹-۱ دقت، دقت این روش آزمون که به وسیله بررسی آماری نتایج آزمون‌های بین آزمایشگاهی تعیین شده است، به صورت زیر می باشد:

یادآوری- داده‌های دقت در یک برنامه آزمون مشارکتی دو مرحله‌ای در سال ۱۹۹۳ ایجاد شدند. هر مرحله شامل چهار سوخت آزمون شده توسط هشت آزمایشگاه شرکت کننده در چهار مکان بود. از آنجایی که نمونه‌ها را نمی‌توان به مسافت‌های دور حمل کرد و برای مدت زمان متفاوتی قبل از آزمون نگهداری کرد، چهار موقعیت برای هر فاز در ناحیه جغرافیایی مشخصی بودند. همه شرکت کننده‌ها هر نمونه را در روز یکسان آزمون کردند. همه شرکت کننده‌ها هر نفت کوره را چهار مرتبه با استفاده از نمونه‌های جداگانه و لوله‌های آشکارساز تازه آزمون کردند. میانگین دو نتیجه اول و میانگین دو نتیجه آخر به دست آمد. دو مقدار میانگین برای بیان عبارات دقت استفاده شدند. پنج شرکت کننده مرحله ۱ در مرحله ۲ نیز بودند. سوخت‌های آزمون شده، مقادیر هیدروژن سولفید بین ۹ قسمت در میلیون و ۴۰۰۰ قسمت در میلیون و گستره گرانیروی $80 \text{ mm}^2/\text{s}$ تا $700 \text{ mm}^2/\text{s}$ در دمای 50°C داشتند. در برنامه تعیین دقت، لوله‌ها و پمپ‌های آشکارساز استفاده شده برای کل نمونه‌های حاوی کمتر از ۲۰۰۰ قسمت در میلیون هیدروژن سولفید از National dragger inc. و لوله‌ها و پمپ‌ها برای یک نمونه با بیش از این غلظت از mine safty appliance بودند (پیوست الف را ببینید).

۹-۱-۱ **تکرارپذیری**، اختلاف بین نتایج آزمون متوالی که توسط یک آزمون‌گر با استفاده از وسایل یکسان تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمون یکسان به دست آمده است، در طولانی مدت با عملیات صحیح و معمول روش آزمون، فقط در یک مورد از بیست مورد از $X \pm 10$ (که در آن X میانگین دو نتیجه آزمون است) بیشتر می‌شود.

۹-۱-۲ **تجدیدپذیری**، اختلاف بین دو نتیجه آزمون منفرد و مستقل که توسط آزمون‌گرهای متفاوت در آزمایشگاه‌های متفاوت روی یک مواد آزمون یکسان به دست آمده است، در طولانی مدت با عملیات صحیح و معمول روش آزمون، فقط در یک مورد از بیست مورد از $X \pm 15$ (که در آن X میانگین دو نتیجه آزمون است) بیشتر می‌شود.

۹-۲ **انحراف**، از آنجایی که ماده مرجع پذیرفته شده‌ای برای تعیین انحراف روش در این استاندارد وجود ندارد، انحراف تعیین نشده است. علاوه بر این، هرگونه انحراف در اندازه‌گیری‌ها با استفاده از لوله‌های آشکارساز طول لکه عرضه شده توسط سازنده‌های متفاوت، مشخص نیست.

۱۰ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

۱۰-۱ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی؛

۱۰-۲ میانگین مقادیر خوانده شده برای نمونه‌های آزمون تکراری؛

۳-۱۰ میانگین غلظت هیدروژن سولفید برحسب قسمت در میلیون حجمی/حجمی برای هر آزمون در طول دمای آزمون؛

۴-۱۰ تمام جزئیات لازم برای شناسایی نمونه؛

۵-۱۰ هر گونه مورد غیر معمول مشاهده شده در حین آزمون؛

۶-۱۰ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به طور اختیاری در نظر گرفته می شود؛

۷-۱۰ تاریخ انجام آزمون؛

۸-۱۰ نام و نام خانوادگی و امضای آزمون گر.

پیوست الف

(الزامی)

لوله آشکارساز طول لکه

الف- ۱ مثال هایی از لوله های آشکارساز با گستره متفاوت در جدول الف-۱ ارائه شده اند.
الف- ۲ قبل از دورریختن لوله های حاوی واکنشگر، آنها را باز کرده و در آب با pH خنثی بخیسانید.

جدول الف-۱- لوله های آشکارساز با گستره متفاوت

گستره (یک ضربه ای) قسمت در میلیون حجمی/حجمی	کد شناسایی لوله آشکارساز ^a
۵ تا ۱۵۰	۰٫۵ /a
۱۰ تا ۲۰۰	۱ /c
۲۰ تا ۲۰۰	۲ /a
۵۰ تا ۶۰۰	۵ /b
۱۰۰ تا ۲۰۰۰	۱۰۰ /b
گستره (یک ضربه ای) قسمت در میلیون حجمی/حجمی	کد شناسایی لوله آشکارساز ^b
۱۰۰۰ تا ۲٫۵	۴۶۰۰۵۸
۲۰۰۰ تا ۱۲٫۵	۴۶۳۸۷۵
۲۰۰ تا ۱	۴۸۷۳۳۹
۴۰۰۰ تا ۱۰	۴۸۷۳۴۰
^a عرضه شده توسط National Drager	
^b عرضه شده توسط Mine Safety Appliances	