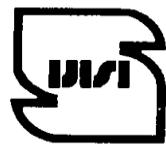




جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران



استاندارد ملی ایران

INSO

19511

1st.Edition

2015

Iranian National Standardization Organization

۱۹۵۱۱

چاپ اول

۱۳۹۳

اندازه‌گیری نقطه جامد شدن مواد نفتی

Determination of solidification point of
petroleum waxes

ICS:75.140

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسهٔ استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک مادهٔ ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسهٔ 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 موسسهٔ 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 حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران 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 منصفانهٔ صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرفکنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیر دولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیتهٔ 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 ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیتهٔ ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ تدوین و در کمیتهٔ ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌دهد 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 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 ملی تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینهٔ مشاوره، آموزش، بازرگانی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) و سایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامهٔ تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاهای کالیبراسیون (واسنجی) و سایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبهای 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 نقطه جامد شدن مواد نفتی »**

سمت و / یا نمایندگی

هیات علمی دانشگاه آزاد اسلامی

رئیس:

نظری، سیمین
(دکترای شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

دبیر:

نجفی، زینب
(فوق لیسانس شیمی)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس شرکت دانش پیشرو اکسین

ابراهیم نیا، مینا
(لیسانس فیزیک)

کارشناس

جولاباف، الهام
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت صنایع شبنم
خوزستان

چرم زاده، مهرناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت ملی حفاری

حاتمی، امیر
(دکترای شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس آزمایشگاه شرکت نفت پاسارگاد

دارم، نسیم
(لیسانس مهندسی شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت نفت پاسارگاد

دستوری رزاز، مهدی
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس ارشد شرکت ملی حفاری

دهدشتی زاده، الهام
(لیسانس شیمی)

کارشناس ارشد آزمایشگاه پتروشیمی مارون	ریحانی زاده، اکبر (لیسانس شیمی)
هیات علمی دانشگاه آزاد اسلامی واحد ماهشهر	طاهری، نرگس (فوق لیسانس شیمی)
رئیس واحد مهندسی فراورده‌های شرکت ملی پخش فراورده‌های نفتی منطقه اهواز	ظهوری فر، علیرضا (فوق لیسانس مهندسی شیمی)
کارشناس اداره کل استاندارد استان خوزستان	فتحی نیا، مهناز (فوق لیسانس شیمی)
کارشناس	کجباف، نسیم (فوق لیسانس شیمی)
کارشناس کنترل کیفیت آبفای اهواز	محمدنیا، حسین (فوق لیسانس مهندسی آب و فاضلاب)
کارشناس	نظری رهبری، مرجان (فوق لیسانس شیمی)
کارشناس شرکت زرگستر روبینا	نقدی، تینا (فوق لیسانس شیمی)

پیش گفتار

"استاندارد" اندازه‌گیری نقطه جامد شدن موم‌های نفتی " که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت پژوهش شریف تهیه و تدوین شده است و در چهل و نهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فراورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۳/۱۲/۴ 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 موقع 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 مأخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:
ASTM D 3944: 2012, Standard Test Method for Solidification Point of Petroleum Wax

اندازه‌گیری نقطه جامد شدن مومهای نفتی

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 سریع نقطه جامد شدن مومهای نفتی است. این استاندارد فقط برای مومهای نفتی و همچنین برای مواد مشابه مانند مومهای سنتزی کاربرد دارد.

یادآوری - این استاندارد برای مومهای سنتزی کاربرد دارد اما دقت آن متفاوت است.

روش‌های مرتبط برای اندازه‌گیری نقطه ذوب مومهای نفتی نسبتاً وقت‌گیر هستند. در این روش آزمون مدت زمان آزمون به طور قابل توجهی کاهش یافته و هم‌زمان دقت مناسبی به دست آمده است.

این استاندارد برای کنترل کیفیت مومهای نفتی و همچنین تحقیق و توسعه روی این مومها کاربرد دارد. برای روش‌های مورد استفاده برای آزمون نقطه ذوب مومهای نفتی، استانداردهای ASTM D 87، ASTM D 127 و ASTM D 938 را ببینید.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود.

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

2-1 ASTM D 87, Test Method for Melting Point of Petroleum Wax (Cooling Curve)

2-2 ASTM D 127, Test Method for Drop Melting Point of Petroleum Wax, Including Petrolatum

2-3 ASTM D 938, Test Method for Congealing Point of Petroleum Waxes, Including Petrolatum

2-4 ASTM E 1, Specification for ASTM Liquid-in-Glass Thermometers

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاح و تعریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

نقطه جامد شدن مومنهای نفتی

دمایی در منحنی خنک‌سازی مومنه که به دلیل تغییر نمونه مومن از حالت مایع به جامد، شیب منحنی در ابتدا به طور قابل توجهی تغییر می‌کند.

۴ اصول آزمون

نمونهای ۵۰ g از مومن در لوله آزمون در دمای محیط قرار داده شده و تا دمای بالاتر از نقطه جامد شدن نمونه مومن، گرم می‌شود. پراب ترموکوپل که به یک ثبات متصل است، درون نمونه مومن وارد می‌شود که تا دمای اتاق خنک شود. با پاسخ ترموکوپل به خنک شدن مومن، یک منحنی روی کاغذ نمودار ثبات رسم می‌شود. اولین تغییر قابل توجه در شیب منحنی، نقطه جامد شدن است.

۵ وسایل

۱-۵ توموکوپل، با اتصال آهن-کنستانتان (آلیاژ مس-نیکل حاوی٪ ۵۵ مس و٪ ۴۵ نیکل)

۲-۵ ثبات، با قابلیت ثبت ولتاژ و مجهز به یک مدول پایه زمانی. توصیه می‌شود ثبات دارای حداقل ویژگی‌های زیر باشد:

۳-۲-۵ محدوده، mV ۰ تا ۱۰ mV یا سایر محدوده‌های مناسب

۴-۲-۵ درستی،٪ ۲۵ مقیاس کامل

۵-۲-۵ مرحله زمان پاسخ یا زمان پاسخ مرحله‌ای، مقیاس کامل ۱ ثانیه، همچنین مقیاس کامل ۳ ثانیه مناسب است.

۶-۲-۵ اتصال صفر/اتصال مرجع/اتصال جبرانی دما، باید گنجانده شوند.

۷-۵ رابط نگهدارنده از جنس تترا فلوئورو اتیلن (TFE)-فلوئوروکربن، شکل‌های ۱ و ۲ را ببینید.

۸-۵ غلاف مرکز کننده صفحه TFE-فلوئوروکربن، شکل‌های ۱ و ۲ را ببینید.

۹-۵ لوله آزمایش، با ابعاد ۵۰ mm × ۶ mm

۱۰-۵ ویال، با ابعاد ۵۲ mm × ۲۵ mm

۱۱-۵ وسیله کالیبراسیون ثبات دما

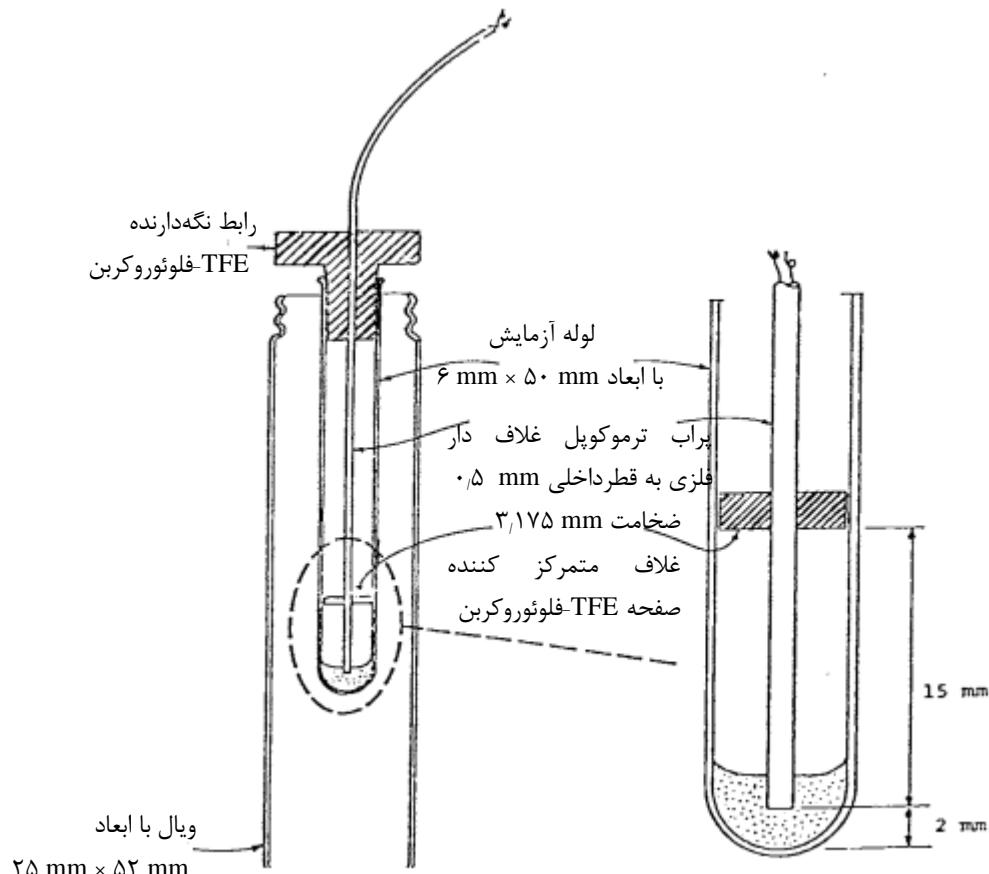
۱-۷-۵ بشر از جنس فولاد زنگ نزن، با ظرفیت ۱۰۰۰ mm

۲-۷-۵ منتل گرم کن، مناسب برای بشر (بند ۱-۷-۵)

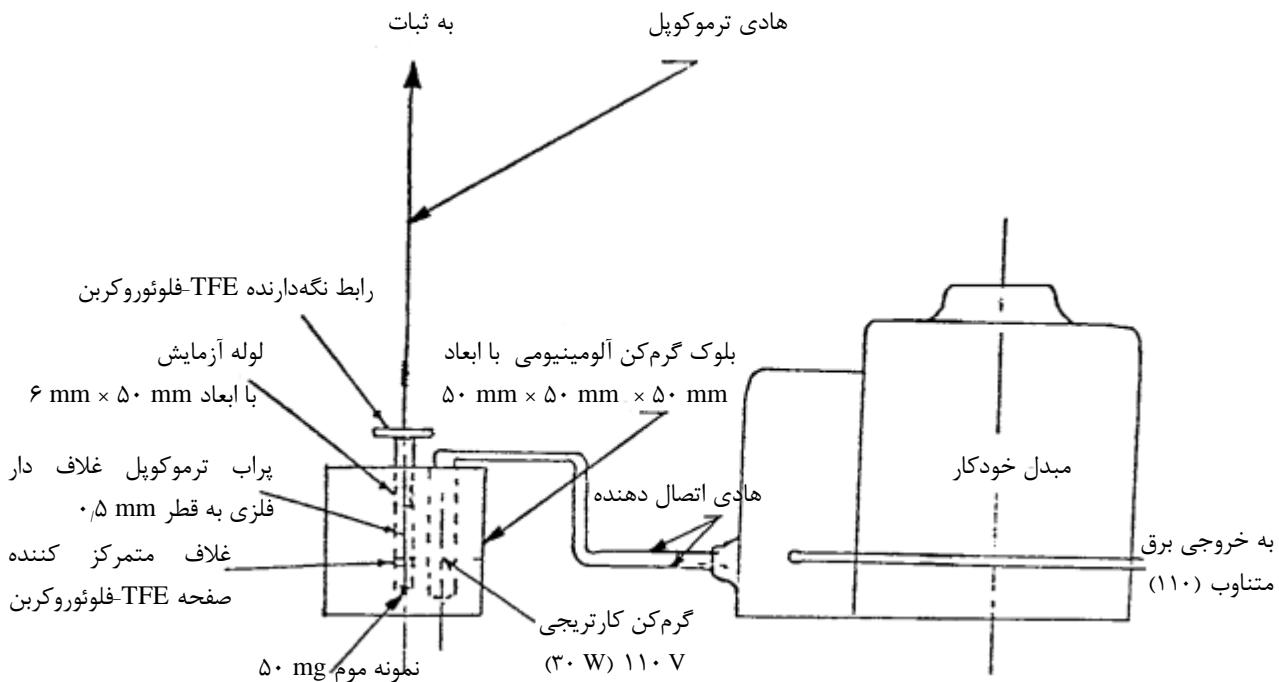
۳-۷-۵ مبدل خودکار برای کنترل گرما در بند ۵

۴-۷-۵ هم زن با سرعت متغیر

به ثبات



شکل ۱- دستگاه نقطه چامد شدن



شکل ۲- دستگاه برای گرم کردن نمونه موم

۱-۷-۵ دماسنچ، یا سایر وسایل اندازه‌گیری دما مطابق بند الف-۱

۸-۵ روش‌های گرم کردن آزمونه

۱-۸-۵ دمنده هوای داغ با توان W ۱۰۰۰، W ۱۲۰۰ یا سایر توانهای مناسب. این وسیله می‌تواند آزمایشگاهی یا سشوار خانگی باشد.

۲-۸-۵ بلوک گرم کن آلومینیومی، با ابعاد ۵۰ mm x ۵۰ mm x ۵۰ mm. در مرکز یک وجهه بلوک، یک حفره با قطر ۷ mm و عمق ۳۷ mm برای جادادن لوله آزمایش (بند ۵-۵) و حفره دیگری در مجاور آن برای جادادن یک گرم کن کارتیریجی ۳۰ W با توان V ۱۱۰ در دسترس تجاری با ابعاد ۹ mm x ۳۸ mm ساخته شده است.

۶ روش انجام آزمون

۱-۶ ثبات را هنگامی که مکررا در حال استفاده است، حداقل هر ۶۰ روز کالیبره کنید (پیوست الف را ببینید)
۲-۶ یک نمونه موم نماینده از مواد مورد آزمون به دست آورید.

۳-۶ 50 ± 5 mg نمونه را با گذاشتن چند تکه ریز موم جامد درون یک لوله آزمایش (بند ۵-۵) از قبل وزن شده به وسیله یک ترازو با درستی حداقل ۱ mg وزن کنید.

۴-۶ ثبات دما را روشن کنید. سرعت افقی قلم حدود ۱۵۰ mm در هر ۱۰ دقیقه برای ثبات Y-X یا سرعت رسم نمودار حدود ۱۵۰ mm در هر ۱۰ دقیقه برای یک ثبات نمودار نواری معمولاً مناسب است.

۵-۶ نمونه را با هر روش مناسبی مثلاً با استفاده از یکی از موارد زیر گرم کنید.

۱-۵-۶ دمنده هوای داغ

۲-۵-۶ بلوک گرم کن آلومینیومی

۶-۶ هنگام استفاده از هر یک از روش‌های گرم کردن نمونه، توجه کنید که موم گرما را به آرامی جذب می‌کند. بنابراین باید به منظور اجتناب از گرم شدن بیش از حد سطح نزدیک وسیله گرم‌کن، احتیاط کنید. موم بیش از حد گرم شده می‌تواند تخریب شود. یک دقیقه روی نتایج تاثیرگذار است.

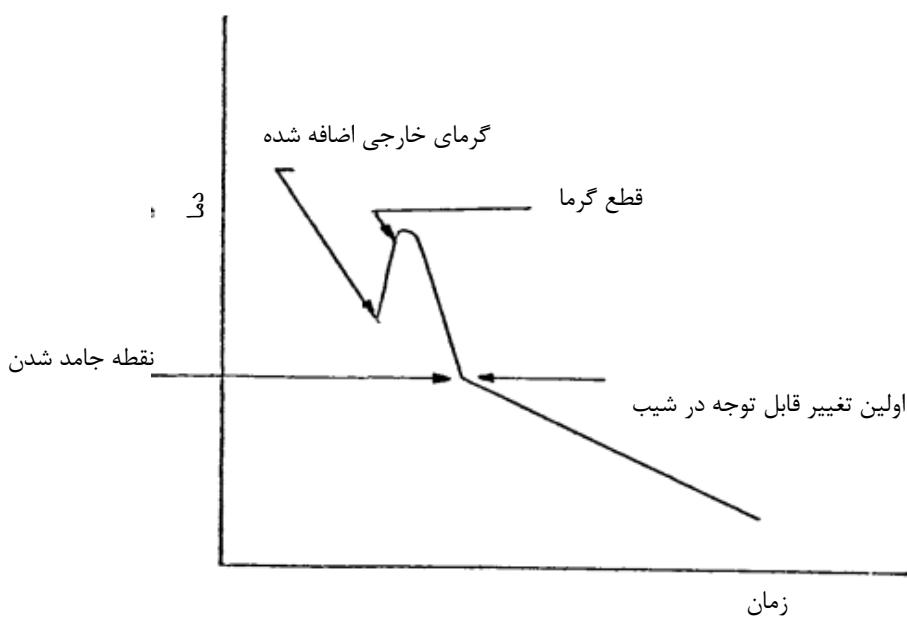
۷-۶ هنگامی که نمونه ذوب می‌شود، پراب ترموکوپل را درون موم مذاب وارد کنید.

۸-۶ بگذارید دمای نمونه موم بین 10°C تا 15°C بالاتر از نقطه جامد شدن مورد انتظار بالارود.

۹-۶ لوله آزمایش (بند ۵-۵) را به همراه آزمونه گرم شده از وسیله گرم‌کن به ویال (بند ۶-۵) منتقل کنید که ویال به عنوان مخزن خنک سازی عمل می‌کند (شکل ۱ را ببینید).

۱۰-۶ تا زمانی که منحنی با خنک شدن موم روی کاغذ نمودار ثبات رسم شود، بگذارید آزمونه خنک شود.

۱۱-۶ نقطه‌ای که اولین تغییر قابل توجه را در شیب منحنی نشان می‌دهد، روی منحنی تعیین کنید (شکل ۳ را ببینید). این نقطه، نقطه جامد شدن است.



شکل ۳- منحنی نوعی

۷ دقیق و انحراف

۱-۷ دقیق این روش آزمون با بررسی آماری نتایج بین آزمایشگاهی به صورت زیر تعیین شده است:

۱-۱-۷ تکرارپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون که توسط یک آزمون‌گر با وسائل یکسان تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد یکسان به دست آمده است، در یک آزمون طولانی مدت در عملیات صحیح و معمول

روش آزمون فقط در یک مورد از بیست مورد از ${}^{\circ}\text{C}$ (۱۰ ${}^{\circ}\text{F}$) برای مومهای حاصل از تقطیر و ${}^{\circ}\text{C}$ (۷ ${}^{\circ}\text{F}$) (۱/۳) برای مومهای پسمانده بیشتر می‌شود.

۲-۱-۷ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون منفرد و مستقل که توسط آزمونگرهای مختلف در آزمایشگاههای مختلف روی مواد یکسان به دست آمده است، در یک آزمون طولانی مدت در عملیات صحیح و معمول روش آزمون فقط در یک مورد از بیست مورد از ${}^{\circ}\text{C}$ (۱۲ ${}^{\circ}\text{F}$) برای مومهای حاصل از تقطیر و ${}^{\circ}\text{C}$ (۴/۳ ${}^{\circ}\text{F}$) (۲/۴) برای مومهای پسمانده بیشتر می‌شود.

۲-۷ داده‌های دقت در یک مطالعه بین آزمایشگاهی شامل ۵ آزمایشگاه که نقطه جامد شدن ۵ موم حاصل از تقطیر (${}^{\circ}\text{C}$ ۵۱ تا ${}^{\circ}\text{C}$ ۶۹ [۱۲۳ ${}^{\circ}\text{F}$ تا ۱۵۵ ${}^{\circ}\text{F}$] و ۵ موم پسمانده (${}^{\circ}\text{C}$ ۵۳ تا ${}^{\circ}\text{C}$ ۸۵ [۱۲۸ ${}^{\circ}\text{F}$ تا ۱۸۵ ${}^{\circ}\text{F}$]) را تعیین کردند، به دست آمده است.

۲-۸ انحراف، از آنجایی که مقدار نقطه جامد شدن را فقط می‌توان بر حسب یک روش آزمون تعریف کرد، روش کار در این روش آزمون انحراف ندارد.

۸ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

۱-۸ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی؛

۲-۸ هر گونه جزئیات ضروری برای شناسایی کامل نمونه؛

۳-۸ نتایج با تقریب ${}^{\circ}\text{C}$ ۰/۱؛

۴-۸ هر گونه مورد غیر معمول مشاهده شده در حین اندازه‌گیری؛

۵-۸ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به‌طور اختیاری در نظر گرفته می‌شود.

۶-۸ تاریخ انجام آزمون؛

۷-۸ نام و امضای آزمون‌گر.

پیوست الف
(الزمائی)
کالیبراسیون ثبات

الف-۱ یک مجموعه کالیبراسیون شامل یک پراب ترموموکوپل معلق در مرکز آن و یک دماسنجد یا وسیله تعیین دما دیگری با درستی معادل یا بهتر و معلق در موقعیتی در نزدیکی سطح غوطه وری تنظیم کنید. توصیه می‌شود وسیله تعیین دما گستره ${}^{\circ}\text{C}$ 32 تا 127 (${}^{\circ}\text{F}$ 90 تا 260) را پوشش دهد (شماره دماسنجد 61C [61F]). در صورت استفاده از دماسنجهای جیوهای^۱ باید مطابق با الزامات شرح داده شده در استاندارد ۱ ASTM E 1 یا مشخصات دماسنجهای استاندارد IP باشد.

الف-۲ آب داغ که نزدیک جوشیدن در دمای حدود 95 ${}^{\circ}\text{C}$ است، در بشر قرار داده و با همزن با سرعت متغیر کاملاً هم بزنید. ثبات را روشن کنید. زمانی که آب خنک می‌شود، دمای دقیق و قرائت قلم ثبات (برحسب میلی ولت) را ثبت کرده و تا زمانی که حمام تا دمای 50 ${}^{\circ}\text{C}$ خنک شود، یک مجموعه از قرائتها با فاصله 5 ${}^{\circ}\text{C}$ بردارید.

الف-۳ منحنی کالیبراسیون را با نشان دادن قرائت قلم روی محور طول و مقدار تصحیح شده (قرائتها) وسیله تایید شده برای تعیین دما) بر روی محور عرض رسم کنید. از این منحنی برای به دست آوردن نقطه جامد شدن تصحیح شده استفاده کنید.