



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۹۳۹

تجدید نظر دوم

۱۳۹۳

INSO

2939

2nd .Revision

2014

اندازه‌گیری باقی‌مانده کربن فرآورده‌های
نفتی به روش کنرادسون

Determination of
Conradson Carbon Residue of Petroleum
Products

ICS:75.080

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) 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 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

«اندازه‌گیری باقی‌مانده کربن فراورده‌های نفتی به روش کنرادسون»

(تجدیدنظر دوم)

رئیس:

زرگر، بهروز
(دکترای شیمی)

سمت و/یا نمایندگی

دانشیار دانشگاه شهید چمران اهواز

دبیر:

نجفی، زینب
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیاپژوهش شریف

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

احمد نژاد، سید عبدالوهاب
(لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس شرکت نفت پاسارگاد

تاجی، مرضیه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

چرم‌زاده، مهرناز
(کارشناسی ارشد شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت صنایع شیمیایی
شبتم خوزستان

حاتمی، امیر
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت ملی حفاری

دستوری رزاز، مهدی
(فوق لیسانس شیمی)

مسئول آزمایشگاه شرکت نفت پاسارگاد

دوستی‌خواه، سمیرا
(کارشناسی ارشد شیمی)

کارشناس شرکت کیمیا کنکاش جندی
شاپور

رافعی پور، مرجان
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت دانش پیشرو اکسین

سیرکی، نرگس
(فوق لیسانس فیتو شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت فناوران اروند

کارشناس شرکت تابان صنعت نخست

عبدالهی، نرگس
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت پارس لیان اروند

کریمی چشمه علی، مریم
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

نظری رهبری ، مرجان
(کارشناسی ارشد شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۳	۵ وسایل
۴	۶ نمونه برداری
۴	۷ روش انجام آزمون
۶	۸ روش انجام آزمون برای باقی مانده بیش از ۵٪
۶	۹ روش انجام آزمون برای باقی مانده در مورد ۱۰٪ باقی مانده تقطیر
۷	۱۰ محاسبات
۷	۱۱ دقت و انحراف
۸	۱۲ گزارش آزمون
۹	پیوست الف (اطلاعاتی) اطلاعاتی در مورد تصحیح بین نتایج باقی مانده کربن تعیین شده مطابق روش‌های آزمون ارائه شده در این استاندارد و استانداردهای ملی ایران شماره ۲۰۰ و ۸۱۳۷

پیش گفتار

استاندارد "اندازه‌گیری باقی‌مانده کربن فراورده‌های نفتی به روش کنرادسون" نخستین بار در سال ۱۳۶۷ تدوین شد. این استاندارد براساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط شرکت پرشیا پژوهش شریف و تایید کمیسیون‌های مربوط برای دومین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در سی و یکمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فراورده‌های نفتی مورخ ۹۳/۰۹/۱۶ تصویب شد. اینک این استاندارد 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 تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۲۹۳۹: سال ۱۳۸۶ است.

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

ASTM D 189: 2010, Standard Test Method for Conradson Carbon Residue of Petroleum Products1

مقدمه

مقدار باقی مانده کربن در سوخت مشعل ها، به عنوان تمایل تقریبی سوخت برای تشکیل رسوبات در حین تبخیر در مشعل های نوع کاسه ای^۱ و لوله ای^۲ به کار می رود. هم چنین در صورتی که الکیل نیترات ها در سوخت دیزل وجود نداشته باشد (در صورت وجود مشروط بر این که آزمون بر روی سوخت پایه بدون مواد افزودنی انجام شود) باقیمانده کربن سوخت های دیزلی تقریباً با رسوبات تشکیل شده در محفظه احتراق ارتباط دارد.

مقدار باقی مانده کربن در روغن موتور که در گذشته به عنوان شاخص مقدار رسوبات کربنی روغن موتور تشکیل شده در محفظه احتراق موتور در نظر گرفته می شد، امروزه به دلیل وجود مواد افزودنی در اکثر روغن ها، مفهوم آن مورد تردید می باشد، برای مثال یک ماده افزودنی شوینده که خاکستر تشکیل می دهد، ممکن است مقدار باقی مانده کربن روغن را افزایش دهد در حالی که تمایل آن را نسبت به تشکیل رسوبات کاهش می دهد.

مقدار باقیمانده کربن نفت گاز در تولید گاز از نفت گاز به عنوان یک راهنما مفید است در حالی که مقادیر باقی مانده کربن نفت خام، روغن سیلندر و روغن سنگین خام^۳ در ساخت روان کننده ها مفید می باشند.

1- pot-type
2- sleeve-type
3- Bright stocks

اندازه‌گیری باقی‌مانده کربن فراورده‌های نفتی به روش کنرادسون

هشدار: این استاندارد مسائل ایمنی مربوط به عملیات، وسایل و مواد مصرفی را که ممکن است خطرناک باشد در بر نمی‌گیرد، رعایت تمام جوانب ایمنی به عهده آزمون‌گر خواهد بود. بنابراین آزمون‌گر باید قبل از انجام آزمون‌ها با به کارگیری روش‌های ایمنی و بهداشتی مناسب و توجه به دستوالعمل‌های مربوطه پیش‌بینی‌های لازم را به عمل آورد.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری مقدار باقی‌مانده کربن (یادآوری بند ۳-۱ را ببینید) پس از تبخیر و پیرولیز^۱ نفت است.

این استاندارد به منظور تعیین شاخصی برای تمایل نسبی نفت به تشکیل کک کاربرد دارد. این استاندارد به‌طور کلی برای فراورده‌های نفتی نسبتاً غیرفراری که در اثر تقطیر در فشار اتمسفر به میزان جزئی تجزیه می‌شوند، کاربرد دارد. فراورده‌های نفتی حاوی اجزای تشکیل‌دهنده خاکستر که خاکستر آنها مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۹۰ تعیین می‌شود، بسته به مقدار خاکستر تشکیل شده دارای باقی‌مانده کربن بسیار بالایی می‌باشد (یادآوری‌های ۱ و ۲ و ۳ را ببینید).

یادآوری ۱- مقادیر حاصل از این روش از نظر عادی معادل نتایج بدست آمده از استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۰ نمی‌باشد. همبستگی تقریبی مطابق شکل الف-۱ بدست آمده، ولی شامل همه مواد نفتی نمی‌باشد اما نمیتوان آن را برای همه مواد نفتی مورد آزمون بکار برد زیرا آزمون باقیمانده کربن برای انواع مختلفی از فراورده‌های نفتی استفاده می‌شود.

یادآوری ۲- نتایج حاصل از این روش معادل نتایج به دست آمده از استاندارد ملی ایران شماره ۸۱۳۷ می‌باشد.

یادآوری ۳- وجود الکیل نیترات‌ها (مانند آمیل نیترات، هگزیل نیترات یا اکتیل نیترات) در سوخت‌های دیزل، مقدار باقی‌مانده کربن را بیشتر از مقدار مشاهده شده در سوخت‌های تصفیه نشده نشان می‌دهد و نتایج نادرستی از تمایل به تشکیل کک برای این نوع سوخت‌ها می‌دهد. حضور الکیل نیترات در سوخت مطابق روش ارائه شده در استاندارد ملی ایران شماره ۸۱۳۷ تشخیص داده می‌شود.

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 تجدیدنظرهای 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 تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

^۱ Pyrolysis

- ۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۹۰، اندازه‌گیری مقدار خاکستر فرآورده‌های نفتی
- ۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۰، آزمایشات روغن‌های روان‌کننده (روش اندازه‌گیری کربن بازمانده بطریقه رمزباتام)
- ۳-۲ استاندارد ملی ایران به شماره ۴۱۸۹، روش‌های نمونه برداری دستی از مواد و فرآورده‌های نفتی
- ۴-۲ استاندارد ملی ایران به شماره ۵۸۱۳، صنعت نفت- اصطلاحات، خواص و آزمون‌ها
- ۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۶۷۹۴، دماسنج‌های مایع در شیشه-روش‌های بازرسی و بررسی
- ۶-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۲۳۳، فرآورده‌های نفتی - سوخت‌های دیزلی اندازه‌گیری آلکیل نیترات-روش طیف‌سنجی
- ۷-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۸۱۳۷، فرآورده‌های نفتی-اندازه‌گیری کربن باقی‌مانده به روش میکرو-روش آزمون

2-8 ASTM D 4177, Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products

2-9 ASTM E133, Specification for Distillation Equipment

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاح و تعریف زیر به کار می‌رود :

۱-۳

باقی‌مانده کربن

باقی‌مانده کربن حاصل از تبخیر و تخریب حرارتی مواد حاوی کربن مواد باقیمانده کاملاً از کربن تشکیل نشده است بلکه ککی است که در اثر پیرولیز بیشتر می‌تواند تغییر کند. بدیهی است که واژه باقی‌مانده کربن در این استاندارد با توجه به مفهوم ویژه فوق و متفاوت از مفهوم معمولی آن موردنظر می‌باشد.

۴ اصول آزمون

یک مقدار وزن شده از نمونه در بوتله ریخته شده و تقطیر تخریبی روی آن انجام می‌گیرد. بر روی باقی‌مانده مواد، واکنش‌های کراکینگ و کک شدن در فواصل زمانی معین حرارت شدید انجام می‌گیرد. در پایان مدت معین حرارت دهی، بوتله آزمون حاوی باقی‌مانده کربنی در یک دسیکاتور خنک شده و سپس توزین می‌شود. باقی‌مانده برحسب درصد نمونه اصلی محاسبه شده و به‌عنوان باقی‌مانده کربن کنرادسون گزارش می‌شود.

۵ وسایل (شکل ۱ را ببینید)

۱-۵ بوتله چینی، دهانه گشاد لعابدار یا یک بوتله سیلیکا با ظرفیت ۲۹ ml تا ۳۱ ml و با قطر لبه^۱ ۴۶ mm تا ۴۹ mm.

۲-۵ بوتله آهنی میانی از نوع اسکیدمور^۲، لبه‌دار و حلقه‌دار با ظرفیت ۶۵ ml تا ۸۲ ml، به قطر داخلی لبه ۵۳ mm تا ۵۷ mm، قطر خارجی لبه ۶۰ mm تا ۶۷ mm و ارتفاع ۳۷ mm تا ۳۹ mm مجهز به درپوش بدون لوله خروجی و دارای یک دهانه عمودی بسته شده. دهانه افقی به قطر تقریبی ۶/۵ mm که باید همیشه تمیز نگه داشته شود. قطر خارجی کف بوتله باید ۳۰ mm تا ۳۲ mm باشد.

۳-۵ بوتله ساخته شده از ورق آهنی با درپوش، به ارتفاع ۵۸ mm تا ۶۰ mm و قطر خارجی قسمت فوقانی آن ۷۸ mm تا ۸۲ mm و ضخامت تقریبی ۰/۸ mm. قبل از هر آزمون لایه ای از ماسه خشک حدود ۲۵ ml یا به مقدار کافی به طور مسطح در کف این بوتله قرار دهید به گونه‌ای که بوتله اسکیدمور با درپوش نزدیک به سطح فوقانی بوتله برسد.

۴-۵ مثلث سیمی نگه دارنده، از سیم بدون روکش از جنس نیکل کروم با شماره تقریبی 13B و S با دهانه به قدر کافی کوچک برای نگه داشتن کف بوتله ورقه آهنی خارجی و هم سطح با قطعه ای از پنبه نسوز یا صفحه خالی آهنی (مطابق بند ۵-۶).

۵-۵ هود، هود آهنی استوانه ای شکل به قطر ۱۲۰ mm تا ۱۳۰ mm که ارتفاع کناره عمودی پایین آن ۵۰ mm تا ۵۳ mm بوده و در قسمت بالای آن دودکشی به ارتفاع ۵۰ mm تا ۶۰ mm و با قطر داخلی ۵۰ mm تا ۵۶ mm تعبیه شده، که از طریق یک بخش مخروطی شکل به قسمت پایینی با دو کناره عمودی متصل می‌شود. کل ارتفاع هود بین ۱۲۵ mm تا ۱۳۰ mm می‌باشد. هود ممکن است به طور یکپارچه از یک قطعه فلزی ساخته شود مشروط بر آن که ابعاد آن با ابعاد ذکر شده در بالا مطابقت داشته باشد. به منظور کنترل ارتفاع شعله در بالا می‌توان میله ای از جنس مفتول آهنی یا کروم-نیکل به قطر تقریبی ۳ mm و به ارتفاع ۵۰ mm متصل کرد.

۶-۵ عایق، صفحه مقاوم به حرارت، حلقه دیرگداز یا جعبه فلزی توخالی به قطر ۱۵۰ mm تا ۱۷۵ mm (در صورت مدور بودن) و یا با طول ضلع ۱۵۰ mm تا ۱۷۵ mm (در صورت مربع شکل بودن) و با ضخامت ۳۲ mm تا ۳۸ mm، که در مرکز دارای دهانه به شکل مخروط وارونه و با آستر فلزی با قطر پایینی ۸۳ mm و قطر بالایی ۸۹ mm باشد. در صورت استفاده از حلقه دیرگداز، آستر فلزی مورد نیاز نیست، مشروط بر آن که حلقه از مواد محکم و مقاوم در برابر حرارت باشد.

1-Rim

۲- Skidmore

۷-۵ مشعل، از نوع مکر^۱، دارای روزنه ای به قطر تقریبی ۲۴ mm

۶ نمونه برداری

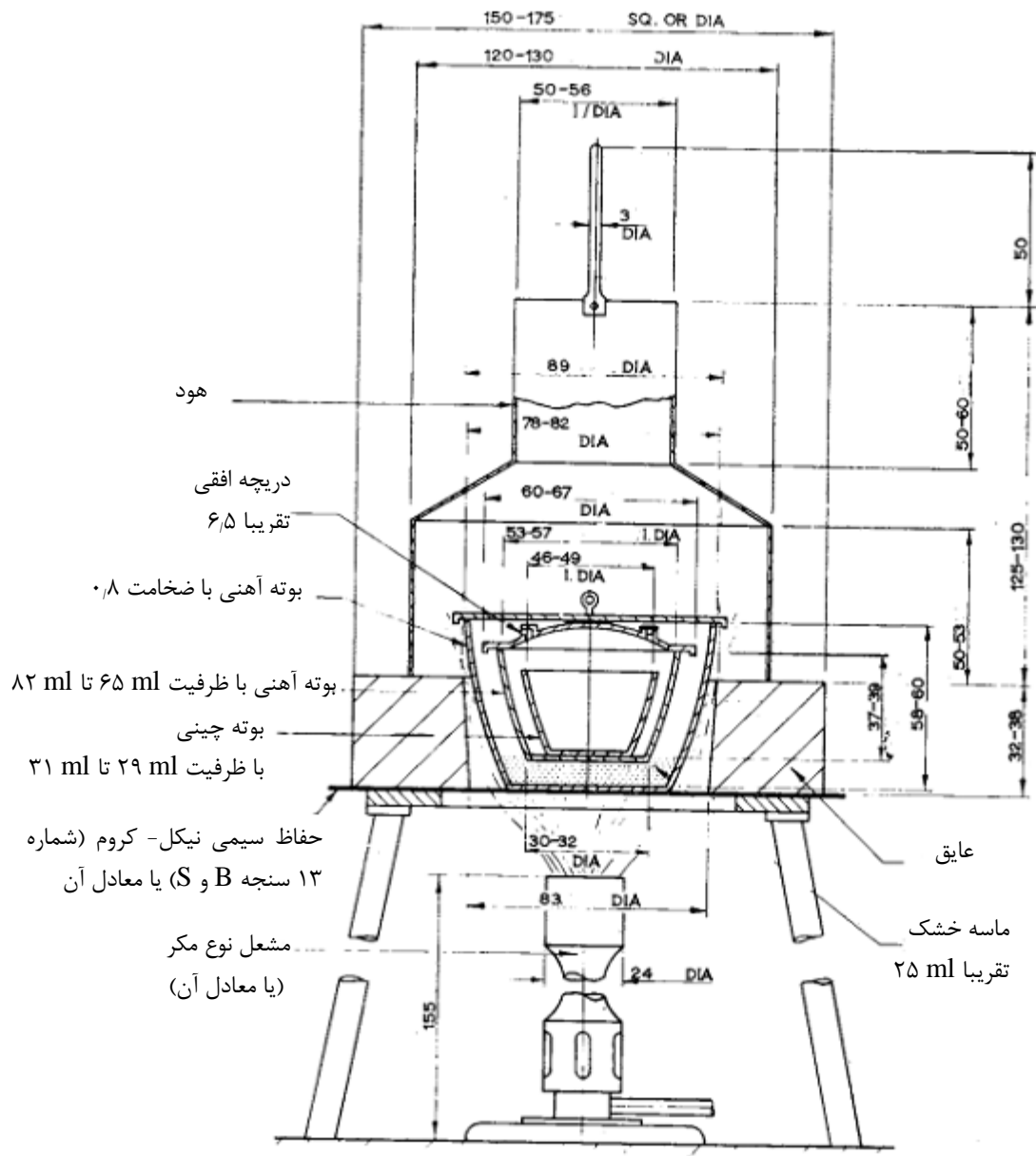
نمونه برداری را مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹ و استاندارد ASTM D 4177 انجام دهید.

۷ روش انجام آزمون

۷-۱ ابتدا نمونه مورد آزمون را کاملاً تکان داده و در صورت نیاز به کاهش گرانیروی به مدت ۰٫۵ ساعت تا دمای $10^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ گرم کنید. بلافاصله بعد از گرمایش و تکان دادن، آزمون را از یک غربال با مش ۱۰۰ صاف کنید. ۱۰ g از نمونه روغن مورد آزمون (عاری از رطوبت و سایر مواد معلق) را با دقت ۵ mg درون یک بوته سیلیکا یا چینی (حاوی دوعدد سنگ جوش به قطر ۲/۵ mm) وزن کنید. سپس بوته را در مرکز بوته اسکیدمور (بند ۲-۵) قرار داده و ماسه درون بوته آهنی خارجی بزرگ (بند ۳-۵) را تراز کنید و بوته اسکیدمور (بند ۲-۵) را دقیقاً در مرکز بوته آهنی خارجی (بند ۳-۵) قرار دهید. درپوش های هر دو بوته را بگذارید. درپوش بوته آهنی باید کمی آزاد باشد تا امکان خروج آزادانه بخارات حاصل فراهم شود.

۷-۲ مثلث سیمی نگه‌دارنده نیکل- کروم (بند ۴-۵) را روی یک حلقه یا پایه مناسب قرار داده و صفحه عایق را بر روی آن قرار دهید. سپس بوته آهنی خارجی (بند ۳-۵) را در مرکز عایق قرار دهید، به طوری که کف آن بر روی مثلث سیمی قرار گیرد و به منظور توزیع یکنواخت گرما در طول فرایند، کل مجموعه بوته را زیر هود آهنی (بند ۵-۵) قرار دهید (شکل ۱ را ببینید).

۷-۳ مجموعه بوته‌ها را به وسیله مشعل گازی نوع مکر با شعله بلند و شدید حرارت دهید به گونه‌ای که مدت زمان اشتعال اولیه $(10 \pm 1,5)$ دقیقه باشد (مدت زمان کوتاه‌تر ممکن است تقطیر را به قدری سریع کند که باعث ایجاد کف و یا یک شعله خیلی بلند شود). هنگامی که دود بالای دهانه هود ظاهر شد، بلافاصله مشعل را حرکت داده یا کج کنید به گونه‌ای که شعله گاز به منظور اشتعال بخارات با دیواره‌های بوته تماس پیدا کند. سپس شعله را به‌طور موقت دور کنید و قبل از استفاده مجدد از شعله، با پیچاندن گیره فشاری در روی لوله گاز، شعله را طوری تنظیم کنید که بخارات مشتعل شده در بالای دودکش (و نه در بالای پل سیمی) به طور یکنواخت بسوزند. در صورت لزوم، هنگامی که شعله در بالای دودکش دیده نشود، حرارت را می‌توان افزایش داد. مدت زمان سوختن بخارات باید (13 ± 1) دقیقه باشد. در صورتی که برآورده کردن الزامات هر دو عامل شعله و مدت زمان سوختن امکان پذیر نباشد، الزامات زمان سوختن مهم تر است.



شکل ۱- دستگاه اندازه گیری باقیمانده کربن کنرادسون

۴-۷ هنگامی که سوختن بخارات متوقف شد و هیچ گونه دود آبی رنگی دیده نشد، مشعل را دوباره تنظیم کنید و به گونه‌ای نگه‌دارید که کف و قسمت پایین بوته آهنی خارجی (بند ۵-۲) قرمز آلبالویی شود و حرارت دهی را دقیقاً ۷ دقیقه ادامه دهید. مدت زمان کل گرمایش باید (30 ± 2) دقیقه باشد که این زمان شامل محدودیت اضافی در رواداری‌ها برای زمان‌های اشتعال اولیه و سوزاندن می‌باشد. با انجام دقیق آزمون مطابق دستورکارهای مشعل گازی نوع مکر با استفاده از گاز شهر $(20 \text{ MJ/m}^3 \text{ تا } 40 \text{ MJ/m}^3)$ و در حالتی که سرمشعل حدود ۵۰ mm پایین‌تر از کف بوته باشد، نباید مشکلی پیش آید. این دوره‌های زمانی باید با هر نوع مشعل و گاز مورد استفاده رعایت شود.

۷-۵ مشعل را خارج کرده و بگذارید دستگاه خنک شود تا دیگر دودی دیده نشود و سپس سرپوش بوته اسکیدمور را (در حدود ۱۵ دقیقه) بردارید. بوته سیلیکایی یا چینی را با یک انبرک گرم شده بردارید، در دسیکاتور گذاشته و پس از خنک شدن، وزن کنید. درصد باقی مانده کربن را بر مبنای نمونه اصلی محاسبه کنید.

۸ روش انجام آزمون (برای باقیمانده کربن بیش از ۵٪)

۸-۱ این روش برای موادی مانند نفت خام سنگین، باقی مانده تقطیر، نفت کوره سنگین و نفت گاز سنگین کاربرد دارد.

۸-۲ هنگامی که باقی مانده کربن حاصل مطابق روش شرح داده شده در بند ۷ (با استفاده از ۱۰ g نمونه) بیش از ۵٪ باشد، ممکن است مشکلاتی به علت سرریز شدن نمونه در حین جوشیدن پیش آید. هم چنین با نمونه های ترکیبات سنگین که به سختی آب خود را از دست می دهند، ممکن است مشکلاتی بوجود آید.

۸-۳ برای نمونه هایی که با روش شرح داده شده مطابق بند ۷ بیش از ۵٪ و کم تر از ۱۵٪ باقیمانده کربن نشان می دهند، آزمون را با استفاده از یک نمونه $g (0.5 \pm 0.5)$ توزین شده با تقریب ۵ mg تکرار کنید. در صورت حصول نتیجه ای بزرگ تر از ۱۵٪، آزمون را با کاهش اندازه نمونه تا $g (1.0 \pm 0.3)$ توزین شده با تقریب ۵ mg تکرار کنید.

۸-۴ اگر نمونه در حین جوشیدن سر ریز شود، در صورت لزوم اندازه نمونه را به منظور جلوگیری از این مشکل ابتدا تا ۵ g و سپس تا ۳ g کاهش دهید.

۸-۵ هنگام استفاده از نمونه ۳ g، کنترل زمان های اشتعال اولیه و سوختن بخارات با محدودیت های مشخص شده در بند ۷-۳ امکان پذیر نیست. وجود این، در این گونه موارد نتایج حاصل باید معتبر در نظر گرفته شوند.

۹ روش انجام آزمون (برای باقی مانده کربن در مورد ۱۰٪ باقی مانده تقطیر)

۹-۱ این روش کار برای سوخت های سبک مانند نفت کوره نوع ASTM 1 و ASTM 2 کاربرد دارد.

۹-۲ دستگاه تقطیر را مطابق استاندارد ASTM E133 با استفاده از بالن تقطیر با حجم بالن ۲۵۰ ml (D) و قطر دهانه ۵۰ mm و استوانه مدرج با ظرفیت ۲۰۰ ml (C) تهیه کنید. دماسنج نیاز از دماسنج تقطیر $^{\circ}C 8$ یا $^{\circ}F 8$ مطابق استاندارد ASTM E 1 یا دماسنج 6C مطابق استاندارد IP توصیه می شود.

هشدار- جیوه توسط بسیاری از سازمان های نظارتی به عنوان یک ماده خطرناک شناخته شده است که می تواند به سیستم اعصاب مرکزی، کلیه ها و کبد آسیب برساند. جیوه یا بخارات آن سمی و خورنده مواد می باشند. توصیه می شود در کاربرد این ماده و محصولات حاوی جیوه دقت به عمل آید.

۹-۳ حجمی از نمونه را که در دمای $^{\circ}C 13$ تا $^{\circ}C 18$ معادل ۲۰۰ ml است، در بالن بریزید. حمام کندانسور را در دمای $^{\circ}C 0$ تا $^{\circ}C 4$ نگه دارید (برای بعضی از فراروده های نفتی ضروری است که به منظور جلوگیری از جامد شدن موادمومی در لوله کندانسور دما را بین $^{\circ}C 38$ تا $^{\circ}C 60$ نگه دارید). از همان استوانه مدرجی که با آن نمونه دریافتی اندازه گیری شده بدون تمیزکاری استفاده کنید و آن را به گونه ای قرار دهید که نوک کندانسور در تماس با دیواره های استوانه نباشد.

۴-۹ بالن تقطیر را به طور یکنواخت حرارت دهید به طوری که اولین قطره تقطیر بین ۱۰ دقیقه تا ۱۵ دقیقه پس از شروع گرمایش از کندانسور خارج شود. پس از چکیدن اولین قطره، استوانه مدرج را به گونه‌ای حرکت دهید که نوک کندانسور در تماس با دیواره استوانه مدرج قرار گیرد. سپس گرمای را طوری تنظیم کنید که با نرخ یکنواخت ۸ ml تا ۱۰ ml در دقیقه ادامه پیدا کند. تقطیر را تا زمانی ادامه دهید که ۱۷۸ ml مایع حاصل از تقطیر جمع آوری شود، سپس گرمایش را قطع کرده و بگذارید کندانسور تخلیه شود تا ۱۸۰ ml (%). ۹۰ محتویات بالن) مایع جمع آوری شود.

۵-۹ بلافاصله استوانه را با یک ارلن مایر کوچک عوض کرده و تخلیه نهایی را در آن جمع آوری کنید. در حالی که بالن تقطیر هنوز گرم است، باقیمانده تقطیر موجود در آن را به ارلن مایر اضافه کنید و به خوبی مخلوط کنید. محتویات ارلن مایر نماینده % ۱۰ باقیمانده تقطیر حاصل از نمونه اصلی است.

۶-۹ در حالی که باقی‌مانده به حد کافی تقطیر گرم است که به راحتی جریان یابد، حدود $g (0.5 \pm 0.1)$ از آن را در بوته از قبل وزن شده که برای آزمون باقیمانده کربن استفاده شد، بریزید. پس از خنک‌سازی، وزن نمونه را با تقریب ۵ mg تعیین کرده و آزمون کربن باقی‌مانده را مطابق روش شرح داده شده در بند ۷ انجام دهید.

۱۰ محاسبات

باقی‌مانده کربن نمونه یا % ۱۰ باقیمانده تقطیر نمونه با استفاده از رابطه ۱ محاسبه کنید:

$$\text{باقی‌مانده کربن} = \frac{A \times 100}{W} \quad (1)$$

که در آن:

A جرم باقیمانده کربن برحسب گرم؛

W جرم نمونه برحسب گرم.

۱۱ دقت و انحراف

دقت این روش آزمون به صورت تعیین شده با بررسی آماری نتایج بین آزمایشگاهی به شرح زیر است:

۱-۱۱ تکرارپذیری

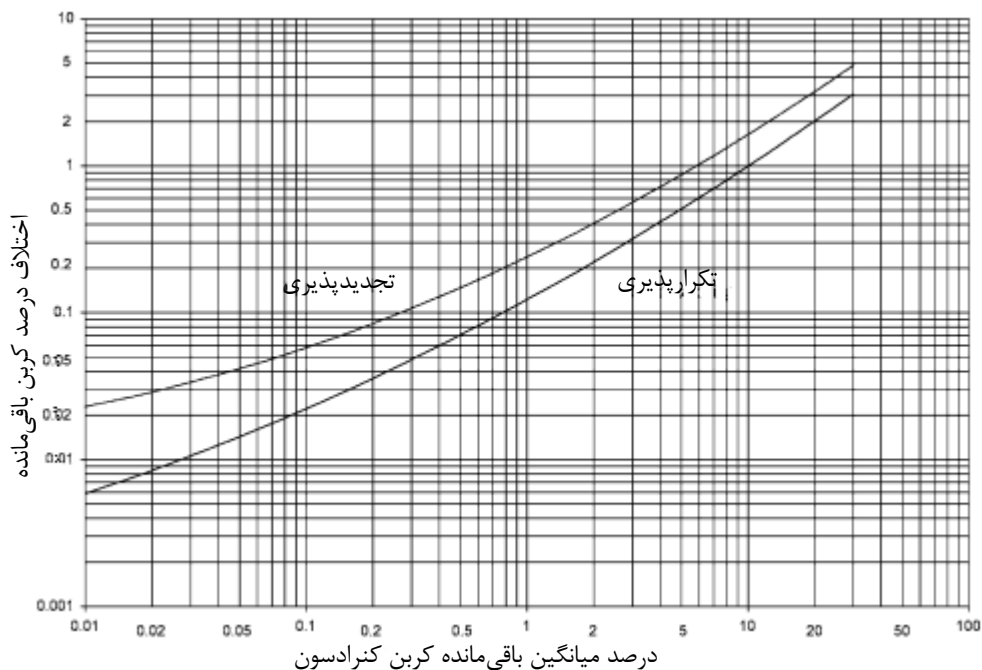
اختلاف بین نتایج آزمون به دست آمده توسط یک آزمون‌گر با استفاده از وسایل یکسان تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمون یکسان در طولانی مدت، در عملیات معمول و صحیح روش آزمون، فقط در یک مورد از بیست مورد از مقادیر داده شده در شکل ۲ بیش‌تر شد.

۲-۱۱ تجدیدپذیری

اختلاف بین دو نتیجه منفرد و مستقل به دست آمده توسط آزمون‌گرهای مختلف در آزمایشگاه‌های مختلف روی مواد آزمون یکسان در طولانی مدت، در عملیات معمول و صحیح روش آزمون، فقط در یک مورد از 20 مورد از مقادیر داده شده در شکل ۲ بیش‌تر شد.

یادآوری- دقت براساس داده‌های ایجاد شده برحسب واحد پوند-اینچ می باشند.

۳-۱۱ انحراف، این روش آزمون بر اساس نتایج تجربی بوده و توضیحاتی در باره انحراف تعیین نشده است.



یادآوری

$$\text{Log } r = -0.91666 + 0.82504 \text{ Log } x + 0.08239 (\text{Log } x)^2$$

$$\text{Log } R = -0.62668 + 0.72403 \text{ Log } x + 0.10730 (\text{Log } x)^2$$

X میانگین نتایج مقایسه شده است.

شکل ۲- دقت

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۱۲ روش آزمون استفاده شده مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۲۹۳۹؛
- ۲-۱۲ مقدار حاصل را به عنوان باقیمانده کربن کنرادسون یا به عنوان باقیمانده کربن کنرادسون بر روی ۱۰٪ درصد باقیمانده تقطیر، بر حسب درصد؛
- ۳-۱۲ کل جزییات لازم برای شناسایی کامل نمونه؛
- ۴-۱۲ شرایط آزمون؛
- ۵-۱۲ هر گونه انحراف از روش آزمون مشخص شده؛
- ۶-۱۲ تاریخ انجام آزمون؛
- ۷-۱۲ نام و امضای آزمون گر؛
- ۸-۱۲ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به طور اختیاری در نظر گرفته می شود.

پیوست الف

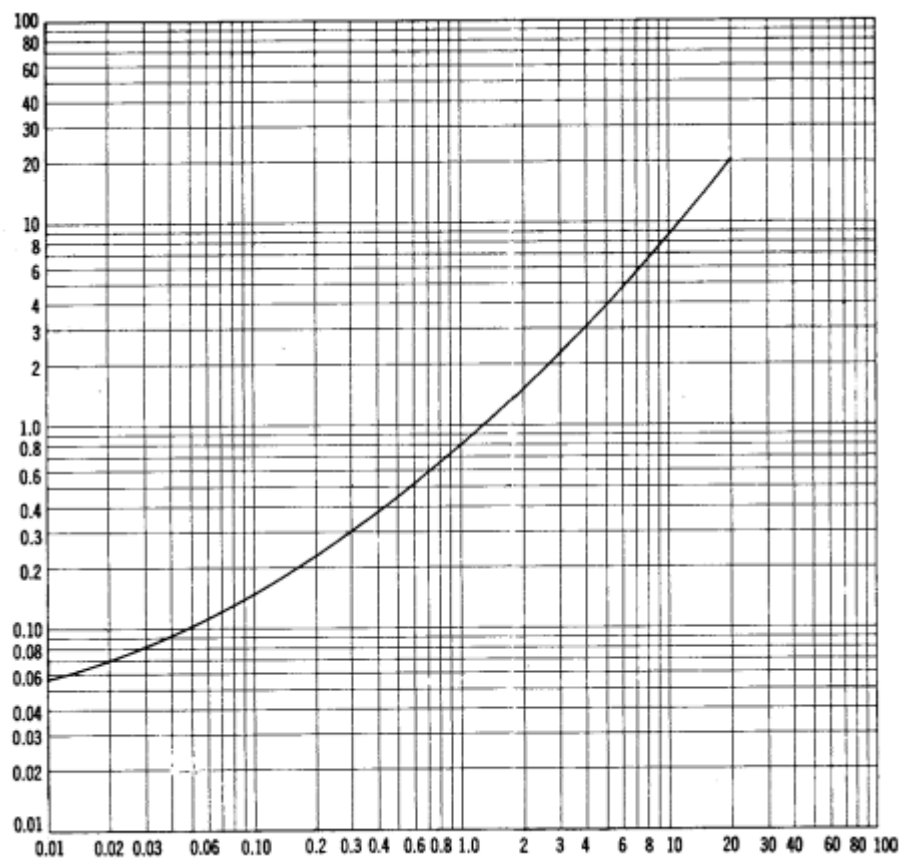
(اطلاعاتی)

اطلاعاتی در مورد تصحیح بین نتایج باقی مانده کربن تعیین شده مطابق روش‌های آزمون ارائه شده در این استاندارد و استانداردهای ملی ایران شماره ۲۰۰ و ۸۱۳۷

الف-۱ به علت ماهیت تجربی دو آزمون (کنرادسون و رمزباتوم) هیچ همبستگی دقیقی بین نتایج حاصل از این دو روش وجود ندارد. بنابراین یک همبستگی تقریبی (شکل الف-۱ را ببینید) با کمیته ASTM D 02 از نتایج حاصل از آزمون مشارکتی ۱۸ نمونه فراورده نفتی نماینده به دست آمده است و با داده‌های بعدی روی حدود ۱۵۰ نمونه که به صورت مشارکتی آزمون نشده بودند، تایید شدند. نتایج آزمون حاصل از هر دو روش برای انواع غیر عادی فراورده‌های نفتی نیاز نیست که نزدیک خط همبستگی در شکل الف-۱ قرار گیرد. در کاربرد این رابطه تقریبی برای نمونه‌هایی با میزان باقی مانده کربن پایین باید احتیاط کرد.

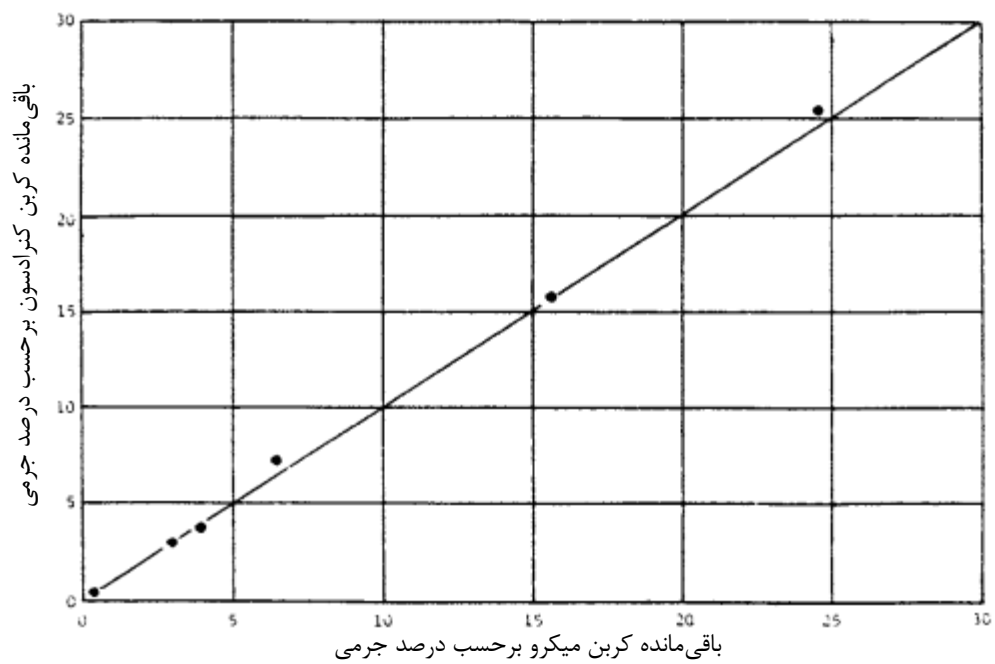
الف-۲ یک همبستگی مستقیم از نتایج حاصل با روش ارائه شده در این استاندارد و استاندارد ملی ایران شماره ۸۱۳۷ با کمیته ASTM D 02 مطابق شکل الف-۲ به دست آمده است.

باقی مانده کربن رمزباتوم برحسب درصد جرمی
(استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۰)



باقی مانده کربن کنرادسون برحسب درصد جرمی
(این استاندارد)

شکل الف-۱ - داده های همبستگی



شکل الف-۲- همبستگی آزمون‌های باقی مانده کربن کنترادسون و میکرو