INSO
21549
1st.Edition
2016
Identical with
ISO 16948: 2015

جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران
Iranian National Standardization Organization

استاندارد ملی ایران
۲۱۵۴۹
چاپ اول
۱۳۹۵

سوخت‌های زیستی جامد ـ اندازه‌گیری مقدار کل هیدروژن، کربن و نیتروژن

Solid biofuels - Determination of total content of carbon, hydrogen and nitrogen

ICS: 75.160.10

shaghool.ir

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق‌پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج ، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸- ۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.org.ir

وبگاه: http://www.isiri.gov.ir

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.1294 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.org.ir

Website: http://www.isiri .gov.ir

shaghool.ir

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد 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 وظیفهٔ تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران 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 غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های 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 ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند درکمیته ملی طرح، بررسی و درصورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ تدوین و در کمیتهٔ ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)[1]، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)[2] و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)[3] است و به عنوان تنها رابط[4] کمیسیون کدکس غذایی (CAC)[5] 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 مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینهٔ مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدورگواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه 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 یکاها، 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 for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)
4- Contact point
5- Codex Alimentarius Commission

shaghool.ir

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«سوخت‌های زیستی جامد ـ اندازه‌گیری مقدار کل هیدروژن، کربن و نیتروژن»

رئیس :	**سمت و/ یا محل اشتغال**
طالبی، جواد (دکترای شیمی کاربردی)	اداره کل استاندارد مازندران
دبیر :	
گرگانی فیروزجائی، فرج‌اله (کارشناسی ارشد شیمی‌آلی)	اداره کل استاندارد مازندران
اعضاء : (اسامی به ترتیب حروف الفبا)	
آراسته منش، شهاب (دکترای شیمی پلیمر)	آزمایشگاه همکار صدف‌ریز ساری
اکبری، حجت اله (کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)	شرکت چوب و کاغذ مازندران
ابوالحسنی، سیداعلاء (کارشناسی مهندسی کشاورزی)	سازمان جهادکشاورزی مازندران
بصیری، فرشید (کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)	اداره کل استاندارد مازندران
رمضانی، فرج اله (کارشناسی مهندسی چوب)	اداره کل استاندارد مازندران

shaghool.ir

اعضاء : (اسامی به ترتیب حروف الفبا)	**سمت و/ یا محل اشتغال**
عظیمی، سیده بهاره (دکترای شیمی آلی)	پژوهشکده محیط زیست و توسعه پایدار
ملاتبار فیروزجائی، سمیه (کارشناسی شیمی)	اداره تعاون، کار و رفاه اجتماعی شهرستان ساری
میرنبوی، نیرالسادات (کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)	سازمان انرژی‌های نو ایران- دبیر کمیته فنی سوخت‌های زیستی جامد TC238
ویراستار :	
رضاپور، محمد (کارشناسی مهندسی مکانیک)	اداره کل استاندارد مازندران

shaghool.ir

فهرست مندرجات

عنوان		صفحه
پیش‌گفتار		ز
مقدمه		ح
۱	هدف و دامنه کاربرد	۱
۲	مراجع الزامی	۱
۳	اصطلاحات و تعاریف	۱
۴	اصول انجام آزمون	۲
۵	واکنشگرها و مواد کالیبراسیون	۳
	۵-۱ کلیات	۳
	۵-۲ گازحامل	۳
	۵-۳ اکسیژن	۳
	۵-۴ سایر واکنشگرها	۳
	۵-۵ مواد کالیبراسیون	۳
	۵-۶ استفاده از مواد مرجع گواهی شده (CRM یا SRM)	۴
۶	دستگاه‌ها	۵
۷	آماده‌سازی نمونه آزمون	۵
۸	روش	۶
	۸-۱ آماده سازی آزمونه	۶
	۸-۲ کالیبراسیون دستگاه‌ها	۶
	۸-۳ تجزیه نمونه آزمون‌ها	۶
۹	بیان نتایج	۷
۱۰	ویژگی‌های عملکرد	۸
۱۱	گزارش آزمون	۸
پیوست الف	(آگاهی دهنده) عملکرد داده	۹
کتابنامه		۱۱

shaghool.ir

پیش‌گفتار

استاندارد «سوخت‌های زیستی جامد ـ اندازه‌گیری مقدار کل هیدروژن، کربن و نیتروژن» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ تهیه و تدوین شده، در شصت و دومین اجلاسیه کمیتهٔ ملی استاندارد انرژی مورخ ۱۳۹۵/۰۸/۲۳ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک مادهٔ ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوهٔ نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم وخدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط، مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی مزبور است:

ISO 16948:2015, Solid biofuels - Determination of total content of carbon, hydrogen and nitrogen.

shaghool.ir

مقدمه

روش‌های دستگاهی برای تجزیه کربن، هیدروژن و نیتروژن در مقایسه با استانداردهای قبلی به روش شیمیایی بسیار توسعه یافته و به‌طور معمول استفاده می‌شوند.

برای کنترل کیفی و اندازه‌گیری مطمئن مقدار کربن، هیدروژن و نیتروژن مهم است و نتایج را می‌توان پارامتر ورودی برای محاسبات کاربردی احتراق سوخت‌های زیستی جامد به‌کار گرفت. اهمیت زیست‌محیطی نیتروژن موجود مربوط به انتشار NO_x (NO_x حاصل از سوخت) است. مقدارهیدروژن برای محاسبه ارزش گرمایی خالص مهم است. مقدارکربن برای اندازه‌گیری انتشار CO_2 نیاز است.

مشخص شده است که برای اندازه‌گیری مقادیر نیتروژن با غلظت کمتر از ۰٫۱٪ روش آزمون کجلدال[1] مطمئن‌ترین روش است. سایر روش‌های مناسب در کتاب‌نامه آمده است.

1- Kjeldahl

shaghool.ir

سوخت‌های زیستی جامد - اندازه‌گیری مقدار کل هیدروژن، کربن و نیتروژن

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، اندازه‌گیری مقدار کل هیدروژن، کربن و نیتروژن در سوخت‌های زیستی جامد است.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین‌ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ISO 16993: 2015 Solid biofuels -- Conversion of analytical results from one basis to another

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۸۲۱: سال ۱۳۹۴، سوخت های زیستی جامد -تبدیل نتایج تحلیلی از پایه‌ای به پایه دیگر، با استفاده از استاندارد 16993: 2015 تدوین شده است.

2-2 ISO 16559, Solid biofuels - Terminology, definitions and descriptions

2-3 ISO 14780, Solid Biofuels - Sample preparation.

۳ اصطلاحات و تعاریف[1]

در این استاندارد، اصطلاحات با تعاریف زیر به‌کار می‌رود:

1-Terms and definitions

shaghool.ir

۳-۱

ماده مرجع

Reference material

RM

ماده یا معرفی با یک یا چند خواص کاملا همگن و پایدارکه برای ارزیابی روش اندازه‌گیری، کالیبراسیون دستگاه، و یا تعیین مقادیر مواد استفاده می شوند.

۳-۲

ماده مرجع گواهی شده

Certified reference material

CRM

ماده مرجع گواهی شده با یک یا چند خاصیت مقداری که براساس یک روش قابل ردیابی بوده و درک درستی از واحدی که خواص مقداری آن بیان شده گواهی می‌شود، و برای هر مقدار گواهی شده با یک عدم قطعیت با سطح اطمینان بیان شده همراه است.

۳-۳

ماده مرجع استاندارد NIST

NIST standard reference material

SRM

CRM بوسیله NIST منتشر می‌شود که علاوه بر معرفی معیارهای تکمیلی گواهی‌نامه - خاص NIST، می پردازد و به همراه یک گواهی‌نامه و یا گواهی‌نامه آنالیز که نتایج و ویژگی های آن‌را گزارش کرده و اطلاعاتی را درخصوص مصارف مقتضی مواد ارائه می‌کند.

یادآوری- موسسه ملی استاندارد و فناوری (NIST)، بین سال‌های ۱۹۰۱ و ۱۹۸۸ به عنوان اداره ملی استاندارد (NBS) معرفی شد، یک آزمایشگاه استاندارد اندازه‌گیری است، نیز به عنوان یک موسسه ملی اندازه شناسی (NMI) است، که یک سازمان غیر نظارتی از وزارت بازرگانی ایالات متحده آمریکا است.

۴ اصول انجام آزمون

جرمی مشخصی از نمونه با اکسیژن و یا مخلوطی از اکسیژن و گاز حامل سوزانده می‌شود، در این شرایط نمونه به خاکستر و گازهای ناشی از احتراق تبدیل می‌شود. این مخلوط غالباً شامل کربن دی‌اکسید، بخار آب، نیتروژن و یا نیتروژن اکسید، اکسیدها و اکسی‌اسیدهای سولفور و هیدورژن هالیدها است. برای اطمینان از تبدیل هیدروژن ترکیبات سولفوری و هالیدهای ناشی از احتراق به‌صورت بخار آب، ترکیبات حاصل از

shaghool.ir

احتراق پالایش می‌شوند. اکسیدهای نیتروژن به‌صورت نیتروژن کاهیده می‌شوند، و فراورده‌های حاصل از احتراق که در مراحل بعدی روش‌های تجزیه گاز مزاحم هستند، جداسازی می‌شوند. کسرهای جرمی، نیتروژن، کربن دی اکسید و بخار آب جریان گاز به‌طور کمی به‌وسیله دستگاه‌های تجزیه‌ای مناسب گاز، اندازه‌گیری می‌شوند.

۵ واکنشگرها و مواد کالیبراسیون

۵- ۱ کلیات

هشدار: هنگام به‌کاربردن واکنشگرها مراقبت های لازم انجام گردد زیرابسیاری از واکنشگرها سمی و خورنده هستند.

به جز در موارد خاص، فقط از واکنشگرها و استانداردهای کالیبراسیون با درجه خلوص تجزیه‌ای استفاده کنید.

۵- ۲ گاز حامل

گاز حامل مورد استفاده هلیم و یا دیگر گازهای مناسب است، که توسط سازنده دستگاه معرفی می‌شود.

۵- ۳ اکسیژن

اکسیژن مورد استفاده باید براساس ویژگی سازنده دستگاه باشد.

۵- ۴ سایر واکنشگرها

سایر واکنشگرها متنوع و دارای کیفیت‌هایی هستند که توسط سازنده دستگاه معرفی می‌شوند.

۵- ۵ مواد کالیبراسیون

مثال‌های از مواد آلی خالص مناسب برای کالیبراسیون در جدول ۱ معرفی شده‌اند.

shaghool.ir

جدول ۱- مثال‌های از مواد کالیبراسیون مناسب و مقادیر نظری کربن، نیتروژن و کربن

نام گاز	فرمول شیمیایی	% C	% H	% N
استانیلید	C8H9NO	۷۱٫۱	۶٫۷	۱۰٫۴
آتروپین	C17H23NO3	۷۰٫۶	۸٫۰	۴٫۸
بنزوویک اسید	C7H6O2	۶۸٫۸	۵٫۰	۰٫۰
سیستین	C6H12N2O4S2	۳۰٫۰	۵٫۰	۱۱٫۷
دی فنیل آمین	C12H11N	۸۵٫۲	۶٫۶	۸٫۳
EDTA	C10H16N2O8	۴۱٫۱	۵٫۵	۹٫۶
فنیل آلانین	C9H11NO2	۶۵٫۴	۶٫۷	۸٫۵
سولفانیل آمید	C6H8N2O2S	۴۱٫۸	۴٫۷	۱۶٫۳
سولفانیلیک اسید	$C_6H_7NO_3S$	۴۱٫۶	۴٫۱	۸٫۱
TRIS	$C_4H_{11}NO_3$	۳۹٫۷	۹٫۲	۱۱٫۶

این مواد باید خشک و با درجه خلوص بیش از ۹۹٫۹٪ باشند. برای کالیبراسیون، مقادیر کربن، هیدروژن و نیتروژن باید مطابق با معیار عملی مواد و نه براساس مقادیر نظری باشند.

در صورتی می‌توان از سایر مواد خالص استفاده نمود که الزامات این استاندارد را پوشش دهند.

۵- ۶ استفاده از مواد مرجع گواهی شده (CRM یا SRM)

برای بررسی درستی کارکرد مواد کالیبراسیون، از مواد مرجع گواهی شده معتبر بین‌المللی استفاده کنید. مثال‌هایی از مواد مرجع گواهی شده عبارتند از: برگ‌های گوجه فرنگی (NBS 1573) و سوزنی برگ‌ها (NBS 1575).

چنانچه بازیابی مواد مرجع به دلیل اثرهای مواد زمینه یا محدودیت‌های گستره غلظت به آسانی ممکن نباشد، این مشکلات را ممکن است بتوان با استفاده از کالیبراسیون حداقل دو ماده مرجع CRM یا SRM برطرف کرد. در این حالت دو ماده مرجع CRM یا SRM به غیر از استفاده برای کالیبراسیون، باید برای اهداف تایید کردن به‌کار گرفت.

یادآوری- مواد مرجع CRM یا SRM تهیه شده برای سه هدف اصلی به‌کار گرفته می‌شود:

الف- برای کمک به توسعه درستی روش‌های آزمون؛

shaghool.ir

ب- برای کالیبره کردن دستگاه‌های اندازه‌گیری مورد استفاده برای تسهیل مبادله کالا، کنترل کیفیت موسسه، تعیین ویژگی های عملکردی، یا اندازه‌گیری یک ویژگی جدید[1]؛

ج- برای اطمینان از کفایت دوره طولانی و جامع برنامه‌های تحقق اندازه‌گیری کیفیت.

۶ دستگاه‌ها

در این استاندارد دستگاه‌های خاصی برای آزمون معرفی نمی شوند، زیرا دستگاه‌ها از نظر تنوع و ساختار بسیار گسترده و برای انجام آزمون رضایت‌بخش هستند.

به هرحال، دستگاه‌ها باید شرایط زیر را داشته باشند:

الف- شرایط احتراق باید به گونه‌ای باشد که تمام کربن (به همراه کربنات معدنی)، هیدروژن (به همراه آب ترکیبات معدنی)، و نیتروژن موجود، به ترتیب به کربن دی‌اکسید، بخار آب (به استثنا هیدروژن اکسی اسیدهای سولفور و هالیدهای فرار)، و گازهای نیتروژن و یا نیتروژن اکسیدها تبدیل شوند.

ب- گازهای ناشی از احتراق که در فرایند شناسایی و اندازه‌گیری کربن دی‌اکسید، بخار آب یا نیتروژن در جریان گاز مزاحم هستند، باید پالایش شوند.

پ- هیدروژن موجود در هیدروژن هالیدها یا سولفور اکسی اسیدها باید به بخار آب تبدیل و سپس برای اندازه‌گیری به دستگاه تجزیه گاز تزریق شود.

ت- هر نوع نیتروژن‌اکسید حاصل از فرایند احتراق قبل از رسیدن به شناساگر دستگاه، باید به‌صورت نیتروژن کاهیده شوند.

ث- شناساگر دستگاه‌ها باید با غلظت گازهای حاصل از احتراق ارتباط مستقیم داشته باشند، و در گستره کامل کارایی داشته و ترجیحاً خطی باشند.

ج- اگر پاسخ آشکارساز دستگاه غیر خطی است، برای محاسبه پاسخ شناساگر، باید به درستی با غلظت احتراق گاز رابطه داشته باشد.

چ- این دستگاه باید شامل وسیله‌ای جهت نمایش پاسخ‌های آشکارساز یا محاسبه وارایه غلظت کربن، هیدروژن و نیتروژن در ادامه نمونه ورودی داده مناسب مورد نیاز باشد.

۷ آماده‌سازی نمونه آزمون[2]

نمونه آزمون، یک نمونه آنالیز عمومی با بیشینه اندازه اسمی ۱ mm یا کمتر است، که طبق استاندارد ISO 14780 تهیه می‌شود.

---

1 - property at the state-of-the-art limit
2 - Test sample

shaghool.ir

مقدار رطوبت نمونه آزمون باید همزمان طبق استاندارد ملی ایران شماره ۳- ۲۰۸۲۲ سال ۱۳۹۴، و با استفاده از قسمت دیگر نمونه آزمون اندازه‌گیری شود.

یادآوری۱- برای حفظ دقت مورد انتظار، در بعضی از دستگاه‌ها ممکن است به تهیه نمونه آزمون با اندازه اسمی کمتر از ۱ mm، به‌طور مثال ۰٫۲۵ mm نیاز باشد.

یادآوری۲- برای جلوگیری از کاهش خطای نتایج به‌وسیله بعضی از انواع دستگاه‌ها، آزمون اندازه‌گیری هیدورژن باید با استفاده از تجزیه نمونه‌های خشک انجام شود. برای اندازه‌گیری نمونه خشک، نمونه آزمون باید قبل از اندازه‌گیری طبق استاندارد ملی ایران شماره ۳- ۲۰۸۲۲ سال ۱۳۹۴ بلافاصله خشک شود. هنگام استفاده از نمونه خشک شده احتمال خطر کاهش نتایج کربن پایین وجود دارد.

۸ روش

۸- ۱ آماده‌سازی آزمونه[1]

مقداری از نمونه آزمون مورد نیاز را طبق پیشنهاد دستورالعمل سازنده دستگاه و با توجه به غلظت‌های مورد انتظار برای کربن، هیدروژن و نیتروژن با تقریب ۰٫۱٪ توزین کنید. آزمونه باید مستقیماً در کپسول نمونه با در بسته تجزیه‌گر میکرو یا نیمه میکرو توزین شود. در غیر این‌صورت ممکن است بتوان مستقیماً، یا انتقال یافته از یک ظرف توزین مناسب، توزین کرد.

۸- ۲ کالیبراسیون دستگاه‌ها

وقتی‌که یکی از دستگاه آزمون برای بار اول به‌کار گرفته می‌شود، برای هر اندازه‌گیری کالیبراسیون را طبق دستورالعمل‌های سازنده انجام دهید. در صورت نیاز، تنظیمات کالیبراسیون را هنگام آزمون انجام دهید. عملکرد دستگاه را با استفاده از روش‌های استاندارد پذیرفته شده مثل تکرار آزمون، استفاده از استانداردهای CRM و یا SRM، کنترل نمونه‌ها و رسم نمودارهای کنترلی وارسی کنید. شمای کنترل کیفیت و کالیبراسیون باید در این فرایند سامان‌دهی و برقرار شود، تا بتوان عدم قطعیت مورد نیاز برای اندازه‌گیری را به‌دست آورد. مطالعه اعتباربخشی نتایج بیونرم ۲ (پیوست الف) نشان می‌دهد آنچه با دستگاه‌های تجاری دست یافتنی است، به‌وسیله آزمایشگاه‌های ماهر کاربرد دارند.

۸- ۳ تجزیه نمونه‌های آزمون

آزمونه‌های (به زیر بند ۸-۱مراجعه شود) تهیه شده از نمونه‌های آزمون را طبق دستورالعمل‌های سازنده آزمون کنید.

1 -Test portion

shaghool.ir

در فاصله بین هر گروه[1] نمونه‌ها، یک ماده کالیبراسیون (به زیر بند ۵-۵ مراجعه شود)، CRM (به زیر بند ۵-۶ مراجعه شود) یا نمونه کنترل درون آزمایشگاه را آزمون کنید.

نمونه کنترل باید دارای مقدار کربن، نیتروژن و هیدروژن قابل مقایسه با نمونه آزمونی داشته باشد.

مثال‌هایی از انجام آزمون به‌وسیله تجزیه‌گر خودکار:

الف- ۲ نمونه آزمایشی طبق شرایط دستگاه؛

ب- ۳ نمونه ماده کالیبره برای وارسی یا انجام کالیبراسیون؛

پ- ۱ نمونه کنترل آزمایشگاهی، اطمینان از عملکرد دستگاه برای انواع نمونه واقعی؛

ت- ۹ نمونه (برای تکرار)؛

ث- ۲ نمونه ماده کالیبره برای وارسی کالیبراسیون؛

ج- تکرار مرحله ت و ث، تا تمام نمونه‌ها آزمون شوند؛

چ- ۱ نمونه کنترل آزمایشگاهی؛

وارسی‌های کالیبراسیون در طول انجام آزمون ممکن است برای تنظیم ثبات عملکرد کالیبراسیون دستگاه‌ها (به زیر بند ۸-۲ مراجعه شود) به‌کار گرفته شود. بهتر است تنظیمات فقط برای جبران رفع انحراف ناچیز عملکرد دستگاه انجام شود؛ اختلاف نسبی بیش از ۱۰٪، معمولاً یک نقص ممکن را در دستگاه نشان می‌دهد.

۹ بیان نتایج

مقادیر کل نیتروژن، هیدروژن و کربن که در نمونه سوخت زیستی آزمون می‌شوند، باید برحسب درصد جرمی یادداشت شوند.

نتایج را برحسب نمونه خشک و با میانگین دو بار اندازه‌گیری گزارش کنید. معادله‌های زیر باید برای محاسبات بر حسب نمونه‌های خشک استفاده شوند.

برای کربن موجود:

$$C_{\mathrm{d}} = C_{\mathrm{ad}} \times \frac{100}{100 - M_{\mathrm{ad}}} \qquad (۱)$$

برای نیتروژن موجود:

$$N_{\mathrm{d}} = N_{\mathrm{ad}} \times \frac{100}{100 - M_{\mathrm{ad}}} \qquad (۲)$$

برای هیدروژن موجود:

1 - Batch

shaghool.ir

$$H_{\mathrm{d}} = \left(H_{\mathrm{ad}} - \frac{M_{\mathrm{ad}}}{8.937}\right) \times \frac{100}{100 - M_{\mathrm{ad}}} \qquad (۳)$$

که درآن:

d بر مبنا خشک؛

ad به عنوان اندازه‌گیری؛

M_{ad} رطوبت موجود در نمونه آنالیز عمومی هنگام تجزیه است.

ضریب ثابت ۸٫۹۳۷ برای محاسبه غلظت هیدروژن در آب است که در نمونه آزمون وجود دارد. این ضریب از فرمول مولی آب (H_2O) و جرم اتمی هیدروژن (۱٫۰۰۸) و اکسیژن (۱۵٫۹۹۹۴) به‌دست می‌آید.

این نتایج را می‌توان طبق اطلاعات پایه استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۸۲۱ سال ۱۳۹۴محاسبه کرد.

۱۰ ویژگی‌های عملکرد

عملکرد دست یافتنی این روش در پیوست الف آمده است، که نشان دهنده نتایج به‌دست آمده مطالعه بین مقایسه‌ای برای یک نمونه تراشه چوب و یک نمونه تفاله زیتون می باشد. مقدار کربن و هیدروژن در هر دو نمونه گستره نوعی برای سوخت‌های زیستی جامد را نشان می‌دهد. مقدار نیتروژن در سوخت‌های زیستی جامد از تراشه چوب و تفاله زیتون به ترتیب کمترین و بیشترین مقادیر مورد انتظار را نشان می‌دهند.

۱۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید در برگیرنده حداقل آگاهی‌های زیر باشد:

۱-۱۱ مشخصات آزمایشگاه انجام دهنده آزمون و تاریخ انجام آزمون؛

۲-۱۱ مشخصات نمونه آزمون شده؛

۳-۱۱ ارجاع به این استاندارد؛

۴-۱۱ روش اندازه‌گیری؛

۵-۱۱ نتایج آزمون شامل اطلاعات پایه آنچه‌که در بند ۹ آمده، گزارش می‌شوند؛

۶-۱۱ ثبت هر عملیات غیر معمول هنگام آزمون؛

۷-۱۱ هر عملیاتی که در این استاندارد نیامده یا به صورت اختیاری بوده است.

shaghool.ir

پیوست الف
(آگاهی‌دهنده)
عملکرد داده

نمونه آزمایشگاهی در آزمایشگاه‌های استرالیا، بلژیک، دانمارک، فنلاند، آلمان، ایرلند، ایتالیا، هلند، اسپانیا، سوئد و انگلستان انجام شد. تنوع دستگاه‌ها و شرایط‌های متفاوت آزمایشگاه‌ها طبق پارامترهای کیفی ذکر شده در این روش به‌کار گرفته شدند.

آزمون‌ها با استفاده از دو نمونه تراشه چوب و تفاله زیتون تولید شده در پروژه بیونرم اروپایی براساس ISO 14780 انجام شدند. نمونه «تراشه‌های چوب» از تراشه های‌چوب مخروط‌داران آلمانی تهیه شده بود؛ این تراشه‌ها پس از خشک شدن به‌وسیله ابزار تراش، به‌صورت میله ۱ mm درست شدند. نمونه «تفاله زیتون» از صنایع روغن زیتون اسپانیا از یک نمونه انبار شده در هوای آزاد تهیه شد. در نمونه اولیه هسته‌ها و سایر ناخالصی‌ها وجود داشتند. ناخالصی‌ها و هسته‌ها به‌صورت دستی جدا شدند و این نمونه از باقی‌مانده‌ها طی دو مرحله با استفاده از دستگاه آسیاب برش بزرگ با مش ۱۰ mm و دستگاه آسیاب برش آزمایشگاهی مجهز به ابزار برش WC و مش ۱ mm تهیه شد. تمام داده‌ها بر اساس نمونه خشک گزارش شدند.

عملکرد داده طبق استاندارد ملی ایران شماره ۲-۷۴۴۲ سال ۱۳۸۴، در جدول الف-۱ ، الف-۲ و الف-۳ گزارش شدند.

یادآوری ۱- برای نمادهای به‌کار رفته در جداول الف-۱ تا الف-۳، به جدول الف-۱ مراجعه شود.

یادآوری۲- برای پارامترهای اعتبارسنجی می‌توان از استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۸۲۱ سال ۱۳۹۴، پیوست ث بهره گرفت.

جدول الف- ۱- عملکرد داده برای کربن (C)

نمونه	n	l	o %	X % m/m	s_R % m/m	CV_R %	s_r % m/m	CV_r %
تراشه‌های چوب	۲۷	۱۲۸	۱٫۵	۵۰٫۳	۰٫۵۵	۱٫۱	۰٫۱۴	۰٫۲۹
تفاله زیتون	۲۶	۱۲۳	۱٫۶	۴۸٫۰	۰٫۵۵	۱٫۲	۰٫۲۷	۰٫۵۶
نمادها								
N	تعداد آزمایشگاه‌ها بعد از حذف دور از مرکز است							
L	تعداد مقادیر جزئیات تجزیه‌ای آزاد دور از مرکز است							
O	درصد مقادیر دور از مرکز از تکرار اندازه‌گیری است							
X	متوسط گرد شده است							
s_R	تجدیدپذیری انحراف استاندارد است							
CV_R	ضریب انحراف تجدپذیری است							
s_r	تکرارپذیری انحراف استاندارد است							
CV_r	ضریب انحراف تکرارپذیری است							

shaghool.ir

جدول الف- ۲- عملکرد داده برای هیدروژن (H)

نمونه	n	l	o %	X % m/m	s_R % m/m	CV_R %	s_r % m/m	CV_r %
تراشه‌های چوب	۲۸	۱۳۵	۰	۶٫۱	۰٫۳۶	۵٫۹	۰٫۰۷	۱٫۲
تفاله زیتون	۲۴	۱۱۵	۰	۵٫۷	۰٫۳۲	۵٫۷۷	۰٫۰۶	۱٫۱

جدول الف- ۳- عملکرد داده برای نیتروژن (N)

نمونه	n	l	o %	X % m/m	s_R % m/m	CV_R %	s_r % m/m	CV_r %
تراشه‌های چوب	۱۸	۸۴	۶٫۷	۰٫۱۰	۰٫۰۴	۳۰	۰٫۰۱	۷٫۴
تفاله زیتون	۲۵	۱۱۵	۷٫۳	۱٫۴۰	۰٫۱۱	۸٫۱	۰٫۰۴	۳٫۲

یادآوری۱- مقدار بالای s_R، ۰٫۰۴ m/m٪ راجع به اندازه‌گیری نیتروژن در نمونه تراشه چوب به خاطر سهم تجزیه-گرهای عنصری مصرف کننده کم نمونه (ویژه ۲ mg تا ۵ mg) مجهز به شناساگر هدایت گرمایی و با عدم حذف کامل هوا در کپسول نمونه به دست می آید.

عملکرد در سطوح پایین را می‌توان طبق روش کجلدال یا تجزیه عنصری با مصرف نمونه بیشتر و یا با استفاده از شناساگر نیتروژن با حساسیت بالا بهبود داد.

یادآوری۲- مقدار بالای s_R حدود ۰٫۳۶ m/m٪ راجع به اندازه‌گیری هیدروژن می‌تواند به خاطر ادامه شرایط‌های راجع به روش‌های آزمایشگاه‌های شرکت کننده مربوط باشد:

- اندازه‌گیری رطوبت (دریافت شده) نمونه آزمون با استفاده از تجزیه‌گر میکرو و با توجه مشکل ذکر شده در یادآوری بند ۷ ؛

اندازه‌گیری ماده نمونه آزمون خشک که هنگام خشک کردن و آزمون، رطوبت جذب شوند.

هنگام تصحیح روش، s_R با مقدار m/m ۰٫۲٪ بهتر است قابل دست یابی باشد.

shaghool.ir

کتاب‌نامه

[1] ISO 333:1996, Coal — Determination of nitrogen — Semi-micro Kjeldahl method

[2] ISO 5725-2:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results-Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method

[3] ISO 17025:2005/Cor. 1, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories

[4] ISO 18134-3[2]), Solid biofuels — Determination of moisture content — Oven dry method — Part 3: Moisture in general analysis simple

[5] ISO/TS 21748:2004, Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation

[6] ISO/IEC Guide 99, International vocabulary of metrology — Basic and general concepts and associated terms (VIM)

[7] EN 13342:2000Characterisation of sludges — Determination of Kjeldahl nitrogen

[8] DIN 51722-1:1990 Testing of solid fuels; determination of nitrogen content; semi-micro Kjeldahl method

[9] NIST definitions: http://ts.nist.gov/MeasurementServices/ReferenceMaterials/ Definitions.cfm.

[10] Pure Appl. Chem. 1990, **62** (1) pp. 149–162 [Harmonized protocol for the adoption of standardized analytical methods and for the presentation of their performance characteristics]

[11] NIST Technical note 1297:1994, Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results

shaghool.ir