



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۱۵۶۶

چاپ اول

۱۳۹۵

INSO

21566

1st.Edition

2017

سوخت‌های هیدروکربنی مایع - تعیین
گرمای احتراق با بمب کالریمتر (روش دقیق)

**Liquid hydrocarbon fuels - Determination
of heat of combustion of by bomb
calorimeter (Precision Method)**

ICS: 75.160.20



سازمان ملی استاندارد ایران

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

صندوق پستی: 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>



به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد 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.

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 منصفانه 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 پیشنهادهای در کمیته 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 در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته 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)^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 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 استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی 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، گواهینامه 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

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«سوخت‌های هیدروکربنی مایع - تعیین گرمای احتراق با بمب کالریمتر (روش دقیق)»

رئیس:

سمت و/یا محل اشتغال:

ردائی، احسان

اداره کل استاندارد استان همدان

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

دبیر:

افتخاری دافچاهی، سمیه

شرکت رویان پژوهان سینا

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسمعیلی طارمسری، معصومه

شرکت رویان پژوهان سینا

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

بیگلری، حسن

پژوهشگاه استاندارد

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

حسینی، مجتبی

شرکت بندر آبادان ده هزار

(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

خانلرزاده، خاطره

آزمایشگاه شیمی تجزیه راک

(دکتری شیمی فیزیک)

رضوی، سید محمد رامین

شرکت پخش فرآورده‌های نفتی

(کارشناسی ارشد MBA)

شیخ علیزاده، کاملیا

پالایشگاه نفت پارس

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

صیافی، سید محمد

شرکت پالایش الموت آبادان

(کارشناسی شیمی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

طاهری نیا، یونس

(کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)

قصابانی، مژگان

(کارشناسی شیمی)

سمت و/یا محل اشتغال:

اداره کل استاندارد استان همدان

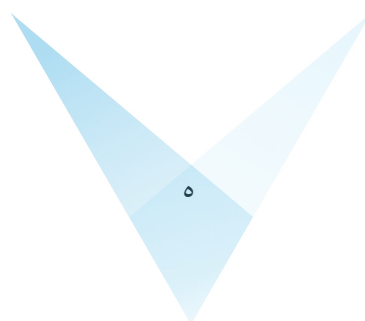
شرکت پتروپالایش کاسیان

ویراستار:

ردائی، احسان

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد استان همدان



فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
ح	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۳	۳ اصطلاحات و تعاریف و یکاها
۵	۴ اصول آزمون
۵	۵ وسایل
۵	۶ مواد و/یا واکنشگرها
۶	۷ آماده‌سازی وسایل
۷	۸ استانداردسازی
۹	۹ روش اجرای آزمون
۱۳	۱۰ محاسبات
۱۶	۱۱ گزارش آزمون
۱۶	۱۲ دقت و اریبی
۱۸	پیوست الف (الزامی) وسایل برای آزمون گرمای احتراق
۲۱	پیوست ب (الزامی) تصحیحات
۲۳	پیوست پ (الزامی) هشدارها

پیش‌گفتار

استاندارد «سوخت‌های هیدروکربنی مایع- تعیین گرمای احتراق با بمب کالریمتر (روش دقیق)» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط تهیه و تدوین شده است، در نودمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۵/۱۱/۱۶ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده 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 شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون‌های مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

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

ASTM D4809: 2013, Standard Test Method for Heat of Combustion of Liquid Hydrocarbon Fuels by Bomb Calorimeter (Precision Method)

مقدمه

گرمای احتراق معیاری از انرژی قابل دسترس از یک سوخت می‌باشد. آگاهی داشتن از این مقدار با توجه به راندمان حرارتی تجهیزات برای تولید نیرو یا گرما ضروری می‌باشد. گرمای احتراق برحسب واحد جرم سوخت می‌باشد که با روش ارائه شده در این استاندارد، اندازه‌گیری می‌شود. مقدار گرمای احتراق برای وسایل دارای محدودیت وزنی مانند هواپیما، وسایل دارای اثر سطحی و هیدروفویل‌ها در یک مسافت مشخص طی شده ارتباط مستقیمی با میزان گرمای جرمی احتراق و چگالی سوخت دارد. گرمای احتراق برحسب واحد حجم سوخت با ضرب کردن گرمای احتراق جرمی در چگالی سوخت محاسبه می‌شود. گرمای احتراق برحسب واحد حجم نسبت به گرمای احتراق برحسب واحد جرم دارای اهمیت بیشتری می‌باشد، زیرا در وسایل نقلیه مانند اتومبیل‌ها ارتباط مستقیمی بین مسافت طی شده و سوخت‌گیری‌های مجدد وجود دارد.

سوخت‌های هیدروکربنی مایع - تعیین گرمای احتراق با بمب کالریمتر (روش دقیق)

هشدار - در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی درج نشده است. در صورت مواجهه با چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط بهداشت و ایمنی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، تعیین گرمای احتراق سوخت‌های هیدروکربنی است. این استاندارد هنگامی که اختلاف مجاز بین اندازه‌گیری‌های تکراری 0.2% باشد برای سوخت‌های توربین هوایی کاربرد دارد. این استاندارد برای گستره وسیعی از مواد فرار و غیرفرار که دارای اختلاف کمی بیشتر از دقت بیان شده باشند، استفاده می‌شود.

۱-۲ به منظور دستیابی به این دقت، پایبندی به تمام جزئیات این روش ضروری می‌باشد، زیرا خطای وارد شده توسط هر اندازه‌گیری مجزا که دقت را تحت‌تاثیر قرار می‌دهد باید تا آنجایی که ممکن است کمتر از 0.04% نگه داشته شود.

۱-۳ تحت شرایط معمول، این روش آزمون به طور مستقیم برای سوخت‌هایی از قبیل بنزین، نفت سفید، نفت کوره با درجات ۱ و ۲، سوخت دیزل با درجات 1-D و 2-D و سوخت‌های توربین گازی با درجات 0-GT، 1-GT، 2-GT کاربرد دارد.

۱-۴ از طریق کنترل بهتر کالریمتر و اندازه‌گیری‌های دما، دقت این روش آزمون نسبت به استاندارد ASTM D240 بیشتر می‌شود.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، 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 الزام‌آور 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 ASTM D129, Test Method for Sulfur in Petroleum Products (General High Pressure Decomposition Device Method)

2-2 ASTM D240, Test Method for Heat of Combustion of Liquid Hydrocarbon Fuels by Bomb Calorimeter

2-3 ASTM D1018, Test Method for Hydrogen In Petroleum Fractions

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۰۷: سال ۱۳۹۳، اندازه‌گیری هیدروژن در برش‌های نفتی، با استفاده از استاندارد ASTM D1018:2011 تدوین شده است.

2-4 ASTM D1193, Specification for Reagent Water

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱، آب - مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون، با استفاده از استاندارد ISO 3696: 1987 تدوین شده است.

2-5 ASTM D1266, Test Method for Sulfur in Petroleum Products (Lamp Method)

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۹۳۹: سال ۱۳۹۴، فرآورده‌های نفتی - تعیین گوگرد به روش لامپ - روش آزمون، با استفاده از استاندارد ASTM D1266:2013 تدوین شده است.

2-6 ASTM D2622, Test Method for Sulfur in Petroleum Products by Wavelength Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometry

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۶۰۶: سال ۱۳۸۸، فرآورده‌های نفتی - تعیین مقدار گوگرد - روش طیف سنجی فلورسانس اشعه ایکس با پاشندگی طول موج، با استفاده از استاندارد ISO 14596: 2007 تدوین شده است.

2-7 ASTM D3120, Test Method for Trace Quantities of Sulfur in Light Liquid Petroleum Hydrocarbons by Oxidative Microcoulometry

2-8 ASTM D3701, Test Method for Hydrogen Content of Aviation Turbine Fuels by Low Resolution Nuclear Magnetic Resonance Spectrometry

2-9 ASTM D4294, Test Method for Sulfur in Petroleum and Petroleum Products by Energy Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometry

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۸۴۰۲: سال ۱۳۹۴، فرآورده‌های نفتی - تعیین مقدار گوگرد به روش طیف سنجی فلورسانس پرتوایکس با پاشندگی انرژی - روش آزمون، با استفاده از استاندارد ASTM D4294:2016 تدوین شده است.

2-10 ASTM D5453, Test Method for Determination of Total Sulfur in Light Hydrocarbons, Spark Ignition Engine Fuel, Diesel Engine Fuel, and Engine Oil by Ultraviolet Fluorescence

2-11 ASTM D7171, Test Method for Hydrogen Content of Middle Distillate Petroleum Products by Low-Resolution Pulsed Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy

2-12 ASTM E1, Specification for ASTM Liquid-in-Glass Thermometers

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۳۰۳: سال ۱۳۸۷، دماسنج‌های مایع در شیشه - روش آزمون، با استفاده از استاندارد OIML R 133 Edition 2002(E) : تدوین شده است.

2-13 ASTM E144, Practice for Safe Use of Oxygen Combustion Bombs

2-14 ASTM E200, Practice for Preparation, Standardization, and Storage of Standard and Reagent Solutions for Chemical Analysis

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۰۶۹ : سال ۱۳۹۱، آماده‌سازی، استانداردسازی و نگهداری محلول‌های واکنشگر استاندارد برای تجزیه شیمیایی - آئین کار، با استفاده از استاندارد ASTM E 200:2008 تدوین شده است.

۳ اصطلاحات و تعاریف و یکاها

۱-۳ در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۱-۳

گرمای احتراق ناخالص

gross heat of combustion

گرمای احتراق ناخالص در حجم ثابت سوخت مایع یا جامد حاوی عناصر کربن، هیدروژن، اکسیژن، نیتروژن و گوگرد، مقدار گرمای آزاد شده از واحد جرم سوخت سوزانده شده با اکسیژن در یک محفظه با حجم ثابت است. فرآورده‌های حاصل از احتراق، گازهای کربن دی‌اکسید، نیتروژن، دی‌اکسید گوگرد و آب مایع می‌باشند. گرمای احتراق ناخالص با Q_g نشان داده می‌شود.

یادآوری ۱- گرمای احتراق ناخالص برحسب مگا ژول بر کیلوگرم بیان می‌شود.

یادآوری ۲- کاربران این روش آزمون، که متمایل به محاسبه ΔH برای یک ترکیب خالص می‌باشند باید توجه داشته باشند که تصحیحات را باید برای مقدار Q_g برای اثرات اصطکاک هوا، ظرفیت گرمایی اجزای واکنش، کاهش تا یک روند با فشار ثابت و انحراف واکنش از حالت استاندارد ترمودینامیکی اعمال کنند. در مقایسه اندازه‌گیری‌ها در ترکیبات خالص که در این استاندارد ارائه شده است، کاربر این روش باید تشخیص دهد که ناخالصی‌های مختلفی شامل آب و هیدروکربن‌های خارجی ممکن است اثرات قابل توجهی بر روی مقادیر به دست آمده برای نمونه‌های خاص از مواد را ایجاد نمایند.

۲-۱-۳

گرمای احتراق خالص

net heat of combustion

گرمای احتراق خالص در فشار ثابت سوخت مایع یا جامد حاوی عناصر کربن، هیدروژن، اکسیژن، نیتروژن و گوگرد، میزان گرمای آزاد شده از واحد جرم سوخت سوزانده شده در اکسیژن در فشار ثابت ۰٫۱۰۱ MPa است. فرآورده‌های حاصل از احتراق، گازهای کربن دی‌اکسید، نیتروژن، دی‌اکسید گوگرد و آب (همه در حالت گازی) می‌باشند. گرمای احتراق خالص با Q_n نشان داده می‌شود. گرمای احتراق خالص را می‌توان با استفاده از معادله ۱ و از میزان گرمای احتراق ناخالص محاسبه کرد.

$$Q_n (\text{خالص}, 25^\circ \text{C}) = Q_g (\text{ناخالص}, 25^\circ \text{C}) - 0,2122 \times H \quad (1)$$

که در آن:

Q_n (خالص، 25°C)، گرمای احتراق خالص در فشار ثابت، برحسب MJ/kg؛

Q_g (ناخالص، 25°C)، گرمای احتراق ناخالص در حجم ثابت، برحسب MJ/kg؛

H درصد جرمی هیدروژن در نمونه.

یادآوری - گرمای احتراق خالص بر حسب مگا ژول بر کیلوگرم بیان می شود.

۳-۱-۳

همارزی انرژی (ظرفیت گرمایی موثر یا همارزی آب)

energy equivalent (effective heat capacity or water equivalent)

یادآوری ۱- همارزی انرژی کالریمتر برحسب ژول بر درجه سلسیوس بیان می شود.

یادآوری ۲- همارزی انرژی در هر واحد انرژی و هر واحد دمایی می تواند بیان شود و باید به طور مداوم در طی محاسبات استفاده شود.

۳-۲ یکاها

۳-۲-۱ دماها برحسب درجه سلسیوس، اندازه گیری می شوند.

۳-۲-۲ زمان برحسب دقیقه و کسر اعشاری آن بیان می شود. زمان برحسب دقیقه یا ثانیه یا هر دو اندازه گیری می شود.

۳-۲-۳ جرمها برحسب گرم اندازه گیری می شوند. به استثنای به دست آوردن جرم بنزوییک اسید، هیچ گونه تصحیحات شناوری^۱ نباید اعمال شود.

۳-۲-۴ واحد اندازه گیری انرژی به کار رفته در این روش آزمون، ژول می باشد و گرمای احتراق برحسب مگاژول بر کیلوگرم گزارش می شود.

$$1 \text{ MJ/kg} = 1000 \text{ J/g} \quad (۲)$$

۳-۲-۵ برای تبدیل به سایر واحدها از معادلات زیر می توان استفاده کرد:

$$1 \text{ cal (International Table calorie)} = 4,1868 \text{ J}$$

$$1 \text{ Btu (British thermal unit)} = 1055,06 \text{ J}$$

$$1 \text{ cal (I.T.)}/\text{g} = 0,0041868 \text{ MJ/kg}$$

$$1 \text{ Btu}/\text{lb} = 0,002326 \text{ MJ/kg}$$

$$1 \text{ atm} = 0,101325 \text{ MPa}$$

1- Buoyancy corrections

۴ اصول آزمون

گرمای احتراق با سوزاندن نمونه وزن شده در یک بمب کالریمتر تحت شرایط کنترل شده تعیین می‌شود. افزایش دما با خوانش دمای دستگاه در صورتی که الزامات دقت این استاندارد را برآورده سازد، اندازه‌گیری می‌شود. گرمای احتراق از مشاهدات دمایی، قبل از احتراق، در حین احتراق و پس از احتراق با مقدار مجاز برای تصحیحات انتقال گرما و گرماشیمیایی محاسبه می‌شود. کالریمترهای ایزوپریبول^۱ یا آدیاباتیک می‌توانند استفاده شوند.

۵ وسایل

۱-۵ اتاقک آزمون^۲، بمب، کالریمتر، پوشش عایق^۳، دماسنج‌ها و لوازم جانبی، همانگونه که در پیوست الف ارائه شده است.

۲-۵ ترازوی تجزیه‌ای شبه میکرو^۴، با دارا بودن حساسیت ۰٫۰۱ mg، همانگونه که در زیربند ۹-۵-۱ ارائه شده است.

۳-۵ ترازوی تجزیه‌ای ظرفیت بالا^۵، با دارا بودن حساسیت ۰٫۰۵ g، همانگونه که در زیربند ۹-۷-۲ ارائه شده است.

۶ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۶ خلوص واکنشگرها، در طول تجزیه، فقط از واکنشگرهایی با خلوص تجزیه‌ای استفاده کنید، مگر اینکه نوع دیگری مشخص شده باشد. موادی با خلوص دیگر نیز ممکن است استفاده شوند، مشروط بر آنکه ابتدا معلوم شود که این مواد دارای خلوص کافی هستند تا کاربرد آنها، بدون کاهش صحت اندازه‌گیری‌ها مجاز گردد.

۲-۶ خلوص آب، آب درجه سه یا بهتر، مطابق با ویژگی‌های استاندارد ASTM D1193 باید برای آماده‌سازی واکنشگرها استفاده شود.

۳-۶ بنزوئیک اسید، باید قبل از استفاده به شکل قرص باشد.

- 1- Isoperibol
- 2- Test Room
- 3- Jacket
- 4- Semimicro Analytical Balance
- 5- Heavy-Duty Analytical Balance

۴-۶ سیم جرقه‌زنی^۱، سیم پلاتینی ۰/۱۲۷ mm، سیم آهنی شماره 34B & S یا سیم مقاوم کرومیل C که به طول ۱۰۰ mm بریده شده است.

۵-۶ شناساگر متیل رد

۶-۶ اکسیژن، اکسیژن تجاری تهیه شده از هوای مایع بدون خالص‌سازی را می‌توان استفاده کرد.

هشدار- اکسیژن به شدت تسریع‌کننده اشتعال می‌باشد (به پیوست پ-۱ مراجعه شود). اکسیژن آماده شده به وسیله الکترولیز آب را نمی‌توان بدون خالص‌سازی استفاده کرد، زیرا دارای مقداری هیدروژن می‌باشد. ناخالصی‌های احتراق را می‌توان با عبور بر روی مس اکسید در دمای 500°C حذف کرد.

۷-۶ نوار حساس به فشار، نوار سلفونی با پهنای ۳۸ mm عاری از کلر و گوگرد.

۸-۶ محلول‌های استاندارد قلیایی

۱-۸-۶ محلول سدیم هیدروکسید، ۰/۰۸۶۶ N، مقدار ۳/۵ g سدیم هیدروکسید را در آب حل کرده و تا حجم یک لیتر رقیق کنید.

هشدار- سدیم هیدروکسید خورنده بوده و منجر به سوختگی‌های شدید یا کوری می‌شود. در اثر واکنش سدیم هیدروکسید با آب، یک واکنش شدید یا انفجار سریع رخ می‌دهد (به زیربند پ-۲ در پیوست پ مراجعه شود). این محلول را با پتاسیم اسید فتالات استاندارد کرده و تا غلظت ۰/۰۸۶۶ N مطابق با استاندارد ASTM E200 تهیه کنید.

۲-۸-۶ محلول سدیم کربنات، ۰/۰۷۲۵ N، مقدار ۳/۸۴ g سدیم کربنات (Na_2CO_3) را در آب حل کرده و تا حجم یک لیتر رقیق کنید.

۹-۶ ۲، ۲، ۴- تری متیل پنتان (ایزو اکتان)، استاندارد

هشدار- به شدت قابل اشتعال بوده و در صورت استنشاق، مضر می‌باشد. بخارات این ترکیب نیز منجر به ایجاد شعله آتش می‌شود (به زیربند پ-۳ در پیوست پ مراجعه شود).

۷ آماده‌سازی وسایل

۱-۷ چیدمان وسایل

دماسنج‌ها را مطابق با دستورالعمل ارائه شده توسط تولیدکننده کالریمتر نصب کنید. دماسنج‌های مایع در شیشه را به نحوی قرار دهید که حباب آن در نیمه پایینی سطل قرار گیرد و ترمیستور با عنصر حسگر آن در نقطه میانی حباب دماسنج قرار گیرد. در موقع استفاده از کالریمتر، این عنصر را به نحوی نصب کنید که در همان طول غوطه‌وری باشد. ترمیستور همراه با عنصر حسگر را در پوشش عایق آب و تا همان عمقی که در

1- Firing Wire

سطل غوطه‌ور شده است، نصب کنید. قرار دادن دماسنج‌های کالریمتری مایع در شیشه در سطل و پوشش عایق برای مشاهدات سریع دما مفید بوده، اما ضروری نمی‌باشد. ترمیستورها را می‌توان به این دماسنج‌ها به وسیله نوار بست. در صورتی که ترمیستورها با دماسنج بسته شوند، این عمل را می‌توان به نحوی انجام داد که عنصر حسگر در نقطه میانی حباب‌های دماسنج باشند. حباب‌های دماسنج و عنصر حسگر دما نباید با بمب، سطل یا پوشش عایق در تماس باشند.

۲-۷ کنترل‌کننده پوشش عایق کالریمتر و تجهیزات جانبی، کنترل‌کننده پوشش عایق، شیرها، گرم‌کننده‌ها و غیره را مطابق با دستورالعمل ارائه شده توسط سازنده کالریمتر تنظیم کنید.

۸ استانداردهای

۱-۸ هم‌ارزی انرژی کالریمتر، بنزوئیک اسید به عنوان استاندارد اولیه استفاده می‌شود. جرم نمونه را به نحوی انتخاب کنید که افزایش دما به طور تقریبی معادل با تغییر انرژی J ۳۰۰۰۰ باشد. در ابتدا هم‌ارزی انرژی را با استفاده از بنزوئیک اسید و با میانگین‌گیری شش اندازه‌گیری در یک دوره سه روزه اندازه‌گیری کنید.

۱-۱-۸ انحراف استاندارد نسبی (RSD)^۱، % ۰٫۱ یا کمتر برای شش تعیین باید به دست آید. در غیر این صورت، آزمون را ادامه داده تا مادامی که شش تعیین مقدار انحراف استاندارد نسبی % ۰٫۱ یا بهتر را ایجاد کند. اگر این مقدار از دقت به دست نیاید، روش، اندازه‌گیری‌های بحرانی، عملیات‌های مکانیکی و هرگونه عامل مشارکت‌کننده در پراکندگی این نتایج را بازبینی کنید. پس از به دست آوردن مقدار هم‌ارزی انرژی، این مقدار را در فواصل منظم (هر یک روز یا دو روز آزمون) با استفاده از بنزوئیک اسید و با میانگین‌گیری حداقل شش تعیین (شش تعیینی که دارای RSD، % ۰٫۱ یا کمتر باشند) اندازه‌گیری کنید.

۲-۱-۸ در صورتی که هر قسمتی از تجهیزات تغییر کند یا قسمتی از روش تغییر داده شود، مقدار هم‌ارزی انرژی را مجدد تعیین کنید. هر تعیین را مطابق با بند ۹ انجام دهید. تصحیح برای نیتریک اسید را مطابق با زیربند ۳-۱۰ تعیین کرده و در معادله ۳ جاگذاری کنید.

$$W = (Q_b \times m + e_1) / \Delta t \quad (3)$$

که در آن:

W هم‌ارزی انرژی کالریمتر، برحسب ژول بر درجه سلسیوس؛

m جرم بنزوئیک اسید، برحسب گرم؛

Δt افزایش دمای تصحیح شده، مطابق با زیربند ۱-۱۰ یا زیربند ۲-۱۰، برحسب درجه سلسیوس؛

1- Relative standard deviation

e_1 تصحیح برای گرمای تشکیل نیتریک اسید، برحسب ژول؛

Q_b گرمای احتراق بنزوئیک اسید برحسب ژول بر گرم.

یادآوری ۱- استفاده از ۲، ۲، ۴- تری متیل پنتان جهت ارزیابی هم‌ارزی انرژی سامانه، برای استفاده با سوخت‌های فرار مجاز است.

یادآوری ۲- گرمای به دست آمده به وسیله احتراق نمونه استاندارد را در فاکتورهای زیر ضرب کنید.

$$1 + 10^{-6} [197 (P - 3,04) + 42 ((m / V) - 3) + 30 ((M_w / V) - 3) - 45 (t - 25)] \quad (4)$$

که در آن:

P فشار مطلق اولیه اکسیژن، برحسب مگا پاسکال در دمای t ؛

m جرم بنزوئیک اسید، برحسب گرم؛

M_w جرم آب قرار گرفته در بمب، قبل از احتراق، برحسب گرم؛

V حجم داخلی بمب، برحسب لیتر؛

t دمای واکنش احتراق، برحسب درجه سلسیوس (دمای نهایی کالریمتر).

۸-۲ گرمای احتراق نوار حساس به فشار، گرمای احتراق نوار حساس به فشار را مطابق با بند ۹ و با استفاده از ۱٫۲ g نوار حساس به فشار به جای نمونه تعیین کنید. حداقل سه اندازه گیری را انجام داده و گرمای احتراق را با استفاده از معادله ۵ محاسبه کنید.

$$Q_{pst} = (\Delta t \times W - e_1) / a \quad (5)$$

که در آن:

Q_{pst} گرمای احتراق نوار حساس به فشار، برحسب ژول بر گرم؛

Δt افزایش دمای تصحیح شده، مطابق با زیربند ۱۰-۱ یا ۱۰-۲، برحسب درجه سلسیوس؛

W هم‌ارزی انرژی کالریمتر، برحسب ژول بر درجه سلسیوس؛

e_1 تصحیح برای گرمای تشکیل HNO_3 ، برحسب ژول؛

a جرم نوار حساس به فشار، برحسب گرم.

۸-۲-۱ میانگین اندازه گیری ها را محاسبه کنید. در صورت استفاده از یک رول جدید گرمای احتراق نوار را مجدد تعیین کنید.

۹ روش اجرای آزمون

- ۱-۹ دستگاه را روشن کنید. همه اتصالات الکتریکی را متصل کرده و خطوط آب را باز کنید.
- ۲-۹ قبل از شروع، اطمینان حاصل کنید که بمب و همه اتصالات آن در داخل و خارج به طور کامل خشک باشند.
- ۳-۹ یک قطعه از سیم جرقه‌زنی به طول ۱۰۰ mm را اندازه‌گیری کرده و سیم را به الکترودهای بمب به صورت یک حلقه U شکل متصل نمایید.
- ۴-۹ با استفاده از پیپت، ۱٫۰ cm³ از آب را به بمب منتقل کرده و با شیشه ساعت بپوشانید.
- ۵-۹ جرم نمونه

۱-۵-۹ ظرف نمونه را با دقت ۰٫۰۱ mg بر روی ترازوی تجزیه‌ای شبه میکرو وزن کنید. قطعه‌ای از نوار حساس به فشار (به یادآوری ۶ مراجعه شود) را به صورت عرضی در بالای ظرف قرار دهید. اطراف لبه را با یک تیغ بریده و محکم ببندید. یک قطعه باریک از نوار را به ابعاد ۱۲ mm × ۳ mm که در قسمت میانی ماریپیچ شده است روی یک لبه صفحه مسطح بالایی قرار دهید. برای اطمینان از حصول چیدمان، چند ضربه محکم را وارد نمایید. ظرف و نوار را وزن کنید. سپس با استفاده از انبرک از روی ترازو بردارید. یک سرنگ را از نمونه پر کنید. حجم نمونه موردنیاز برای ایجاد افزایش دمای معادل با J ۳۰۰۰۰ را با استفاده از معادله ۶ محاسبه کنید.

$$V = (W \times 0,0032) / (Q \times D) \quad (۶)$$

که در آن:

V حجم نمونه مورد استفاده بر حسب سانتی‌متر مکعب؛

W هم‌ارزی انرژی کالریمتر، بر حسب ژول بر درجه سلسیوس؛

Q گرمای تقریبی احتراق نمونه، بر حسب مگاژول بر کیلوگرم؛

D چگالی نمونه، بر حسب گرم بر سانتی‌متر مکعب.

یادآوری- برای نمونه‌هایی با دمای جوش به نسبت بالا، مانند سوخت‌های جت از نوع نفت سفید غیرفرار (به عنوان مثال IBP، بالای ۱۸۰ °C) استفاده از نوار ضروری نمی‌باشد.

۲-۵-۹ با قرار دادن نوک نازل از طریق صفحه مسطح نواری نمونه را به نحوی در درون ظرف قرار دهید که زبانه نوار سوراخ برداشت نازل را بپوشاند. زبانه را با فشار دادن یک قاشق فلزی محکم کنید. ظرف همراه با نوار و نمونه را مجدد وزن کنید. اقدامات احتیاطی را در تمام مراحل توزین و پر کردن جهت اجتناب از

تماس نوار یا ظرف با اثر انگشت در نظر بگیرید. ظرف را در یک الکتروود منحنی شکل قرار داده و سیم فیوز را به نحوی متصل کنید که قسمت مرکزی فشار حلقه^۱ بر روی مرکز صفحه نواری باشد.

۶-۹ مجموعه بمب، درپوش بمب را به طور محکم ببندید. بمب را به اکسیژن متصل کرده و به آرامی اکسیژن را وارد کنید تا فشار ۳ MPa حاصل شود. جهت حذف هوای داخل، بمب را تخلیه نکنید. بمب را از استوانه اکسیژن جدا کرده و پوشش سوپاپ را بردارید (هشدار- انفجار شدید ممکن است ایجاد شود) و مراقب باشید بمب بیش از ظرفیت پر نشود. در صورتی که به صورت تصادفی بیش از ۴/۰ MPa اکسیژن وارد شود، احتراق را انجام ندهید. انفجار شدید ممکن است سبب گسیختگی بمب گردد. اتصال پرکننده را جدا کرده و بمب را با روش معمول خارج کنید. نمونه را دور بریزید.

یادآوری- از فشار در گستره ۲/۵ MPa تا ۳/۵۵ MPa می توان استفاده کرد، مشروط بر آنکه فشار یکسان برای همه آزمون ها و استانداردسازی استفاده شود.

۷-۹ آب کالریمتر

۱-۷-۹ دمای آب کالریمتر را تنظیم کنید. انتخاب دمای آب قبل از توزین به تعدادی از عوامل از قبیل دمای اتاق، دمای اولیه موردنظر آزمون و ظرفیت گرمای نسبی سطل کالریمتر، آب و بمب بستگی دارد. هیچ قانون قطعی در این مورد ارائه نشده است، اما کاربر باید با استفاده از تجربه دمای مناسب را تحت شرایط آزمایشگاهی خاص و وسایل انتخاب کند. از اطلاعات زیر می توان به عنوان راهنما استفاده کرد.

- روش ایزوترمال 3°C تا $3/5^{\circ}\text{C}$ کمتر از دمای پوشش عایق

- روش آدیاباتیک $1/5^{\circ}\text{C}$ تا $1/8^{\circ}\text{C}$ کمتر از دمای اتاق

۸-۱-۷-۹ روش ایزوپریبول، دما را به نحوی تنظیم کنید که پس از نصب بمب کالریمتر و سطل، دمای آن ها در چند دهم درجه، کمتر از دمای اولیه موردنظر باشد.

۲-۱-۷-۹ روش آدیاباتیک، دما را به نحوی تنظیم کنید که تا حد امکان دمای اولیه تعیین، نزدیک به مقادیر ثابت باشد. دمای میانگین همه تعیین ها را کنترل کرده تا بیش از $\pm 0/5^{\circ}\text{C}$ باشد و افزایش دما برای همه تعیین ها در $\pm 0/3^{\circ}\text{C}$ باشد.

۲-۷-۹ سطل کالریمتر را با دقت $\pm 0/05\text{ g}$ بر روی ترازوی تجزیه ای (زیربند ۳-۵) وزن کنید و پس از به دست آوردن وزن سطل خشک، گهگاهی وزن آن را کنترل نمایید. سطل را با مقدار آب موردنیاز (2000 g تا 2100 g) پر کرده و مجدد با دقت $\pm 0/05\text{ g}$ وزن کنید (به یادآوری زیربند ۹-۵-۱ مراجعه شود). مقدار دقیق آب تا مادامی که به اندازه کافی برای پوشش بمب و اتصالات آن کافی باشد، مهم نبوده و برای هر تعیین یکسان می باشد.

یادآوری- به دلیل تبخیر آب در سطل کالریمتر پس از توزین، تغییر در جرم بر روی هم‌ارزی انرژی تأثیر می‌گذارد. در صورتی که روش قرار دادن بمب در سطل آن و کامل کردن مجموعه سامانه مشابه با آزمون کالیبراسیون اندازه‌گیری گرمای احتراق باشد، اثر این کاهش حجم را می‌توان نادیده گرفت.

۳-۷-۹ بلافاصله پس از توزین، سطل را در پوشش عایق کالریمتر قرار دهید. به دقت بمب را در سطل قرار دهید و مدار جرقه‌زنی را کامل کنید. درب کالریمتر را بسته و دماسنج و ترمیستور را در آن قرار دهید.

یادآوری- توصیه می‌شود بمب را بدون تماس آب با انگشتان در کالریمتر قرار دهید. این عمل را می‌توان با استفاده از قلابی که بر روی بمب قرار دارد و به آن آویزان است، انجام داد و پس از قرار گرفتن بمب در سطل کالریمتر می‌توان آن را برداشت. قلاب ساخته شده از یک قطعه میله برنجی با قطری حدود ۱٫۶ mm رضایتبخش می‌باشد. انتهای قلاب شده میله را در سوراخ‌هایی در طرف مقابل بالای پیچ بمب قرار داده و پس از قرار گرفتن بمب در مکان می‌توان آن را به سادگی حذف نمود. بسیار مهم است که همه عملیات‌ها در روش آزمون به شیوه یکسانی برای اندازه‌گیری‌های هم‌ارزی انرژی و گرمای احتراق انجام شود.

۸-۹ دستورالعمل برای روش ایزوپریبول

۱-۸-۹ موتور همزن و کنترل کننده گرمکن پوشش عایق را روشن کنید تا دمای آب درون پوشش عایق به 28°C برسد. خوانش دما و زمان را در یک دوره ۲۵ min انجام دهید. در طی این دوره، سه فاصله زمانی مشخص به شرح زیر وجود دارد:

۱-۱-۸-۹ یک دوره اولیه در حدود ۶ min تا ۹ min که در طی آن نتایج تغییر دما فقط ناشی از نشر گرما و گرمای همزدن می‌باشد؛

۲-۱-۸-۹ یک دوره متوسط در حدود ۱۲ min در ابتدایی که محتویات درون بمب آتش زده می‌شود و در طی آن تغییر دما به طور عمده ناشی از گرمای آزاد شده با واکنش سوختن در بمب و به صورت جزئی نشر حرارتی و گرمای همزدن می‌باشد؛

۳-۱-۸-۹ یک دوره نهایی در حدود ۹ min تا ۱۱ min که تغییرات دمایی فقط ناشی از نشر حرارتی و گرمای همزدن می‌باشد.

۲-۸-۹ اجازه دهید دمای آب کالریمتر به دمای اولیه برسد و پس از آن خوانش زمان و دمای دوره اولیه را انجام دهید. در طی این دوره، هنگامی که آهنگ افزایش دما ثابت باشد، مشاهدات دمایی را در فواصل ۱ min انجام دهید. به طور معمول، دمای آغاز همان مقدار تعیین شده از آزمون کالیبراسیون می‌باشد.

۳-۸-۹ هنگام رسیدن به دمای جرقه‌زنی، نمونه را با بستن مدار جرقه‌زنی از طریق سیم فیوز در بمب و با فشار دادن دکمه جرقه‌زنی مشتعل کنید. روشنایی پیلوت باید دارای درخشش لحظه‌ای بوده و دما باید در حدود ۱۵ s افزایش یابد. در صورتی که مدار بسته نشده باشد یا همچنان بسته باقی‌مانده باشد یا دما افزایش نیابد، آزمون را باید متوقف نمود. پس از احتراق نمونه و در طی دوره میانی، هنگامی که دما به سرعت افزایش می‌یابد، اندازه‌گیری‌های دما را در فواصل ۳۰ s انجام دهید. پس از حدود سه دقیقه، آهنگ افزایش

دما را به نحوی کاهش دهید که خوانش دما با درستی بیشتری انجام شود. این خوانش‌ها را به صورت پیوسته انجام داده تا زمانی که سرعت تغییر دما، برای حداقل ۱۰ min ثابت باقی بماند. پس از آنکه آهنگ تغییرات دمایی ثابت می‌شود، خوانش‌ها را انجام دهید.

یادآوری- در طی دوره‌های اولیه و نهایی، توصیه می‌شود دماسنج با بالاترین دقت ممکن خوانده شود، زیرا دقت کلی تعیین‌ها به طور مستقیم به اندازه‌گیری‌های دما وابسته می‌باشد. در طول دوره میانی، به دلیل آنکه آهنگ افزایش دما بسیار سریع می‌باشد، خوانش‌ها را نمی‌توان به دقت دوره‌های اولیه و نهایی انجام داد. از آنجایی که خوانش‌های انجام شده در دوره میانی فقط برای محاسبات تصحیح برای نشت گرما و گرمای همزدن استفاده می‌شوند، انجام خوانش‌ها در دوره میانی مهم نمی‌باشد.

۹-۹ دستورالعمل برای روش آدیاباتیک

۱-۹-۹ موتور همزن و کنترل‌کننده کالریمتر را روشن کنید. از سویچ کنترل دستی کنترل‌کننده برای رساندن دمای پوشش عایق به شرایط نزدیک به دمای سطل استفاده کنید. اجازه دهید کنترل‌کننده به صورت خودکار دما را کنترل کرده و به مدت ۱۵ min برای رسیدن به تعادل صبر کنید. در این مرحله و در نقطه پایانی، دمای پوشش عایق را کنترل کرده تا مشابه با دمای سطل یا کمی (حداکثر 0.05°C) کمتر از دمای آن باشد. خوانش‌ها را در فواصل یک دقیقه‌ای انجام داده تا زمانی که سه خوانش متوالی تغییری را نشان ندهد. نمونه را با فشردن دکمه واحد احتراق مشتعل کنید. توصیه می‌شود نور پیلوت دارای درخشش لحظه‌ای بوده و دما در حدود ۱۵ s افزایش یابد (در صورتی که افزایش دما ایجاد نشود، آزمون را متوقف نمایید). مقاومت اولیه را خوانده و ثبت کنید و این مقدار را با تقریب 0.05°C تخمین بزنید.

۲-۹-۹ پس از گذشت ۶ min از مشتعل نمودن، خوانش دما را در هر دقیقه انجام دهید. تا زمانی که سه خوانش متوالی تغییری را نشان ندهد یا خوانش‌ها کاهش یابد، ادامه دهید. خوانش دمای نهایی را خوانده و ثبت کنید و این مقدار را با تقریب 0.05°C تخمین بزنید.

۱۰-۹ آنالیز محتویات بمب

۱-۱۰-۹ کنترل‌کننده و همزن را خاموش کرده و بمب را از کالریمتر خارج کنید. شیر نازل را باز کرده و اجازه دهید گاز با سرعت یکنواختی خارج شود به نحوی که فشار آن در مدت زمانی که کمتر از ۱ min نباشد تا فشار اتمسفر کاهش یابد. بمب را باز کرده و داخل آن را برای وجود کربن نسوخته بررسی کنید. در صورتی که آثار ناچیزی از کربن نسوخته وجود داشته باشد، توصیه می‌شود آزمون را رد کنید. داخل بمب، شامل الکترودها و ظرف نمونه را به وسیله یک جت آب به خوبی شستشو داده و به صورت کمی محلول حاصل از شستشو را در بالن ۵۰۰ ml جمع‌آوری کنید. از حداقل مقدار آب برای شستشو استفاده کنید، این مقدار باید به طور ترجیحی کمتر از ۳۰۰ ml باشد. محلول حاصل از شستشو را با محلول قلیایی استاندارد و با استفاده از شناساگر متیل رد تیترا کنید.

۲-۱۰-۹ مقدار گوگرد نمونه را با تقریب 0.2% ، بسته به فراریت نمونه مطابق با استانداردهای ASTM D1266، ASTM D2622، ASTM D4294، ASTM D129، ASTM D5453 تعیین کنید.

۳-۱۰-۹ هنگامی که از آهن یا سیم کرومل C استفاده می‌شود، تکه‌های ترکیب شده از سیم جرقه‌زنی سوخته نشده را برداشته و اندازه‌گیری کنید و سپس از طول اولیه کم کنید. این اختلاف را به عنوان سیم مصرف شده ثبت کنید.

۱۰ محاسبات

۱-۱۰ افزایش دمای روش ایزوپروپیل، از داده‌های به دست آمده در بند ۹ استفاده کرده و نمودار خوانش دما در برابر زمان را رسم کرده و افزایش دمای تصحیح شده، Δt ، را برحسب درجه سلسیوس با استفاده از معادله ۷ محاسبه کنید.

$$\Delta t = t_f - t_i - r_1(b - a) - r_2(c - b) \quad (۷)$$

که در آن:

Δt افزایش دمای تصحیح شده، برحسب درجه سلسیوس؛

a زمان جرقه‌زنی؛

b زمان (با تقریب ± 1 min) هنگامی که افزایش دما به $\% 63$ کل (به دست آمده از منحنی یا به صورت عددی) می‌رسد؛

c زمان در آغاز دوره نهایی در حالتی که آهنگ تغییرات دمایی با زمان ثابت باشد؛

t_i دما در زمان جرقه‌زنی، برحسب درجه سلسیوس؛

t_f دما در زمان C، برحسب درجه سلسیوس؛

r_1 سرعتی که در آن دما در طی دوره اولیه قبل از جرقه‌زنی افزایش می‌یابد، برحسب درجه سلسیوس بر دقیقه؛

r_2 سرعتی که در آن دما در طی دوره نهایی افزایش می‌یابد، برحسب درجه سلسیوس بر دقیقه؛

۲-۱۰ افزایش دما، روش آدیاباتیک، با استفاده از داده‌های به دست آمده در بند ۹، افزایش دما، Δt ، را برحسب درجه سلسیوس با استفاده از معادله ۸ محاسبه کنید.

$$\Delta t = t_f - t_i \quad (۸)$$

که در آن:

Δt افزایش دمای تصحیح شده، برحسب درجه سلسیوس؛

t_f دمای تعادل نهایی، برحسب درجه سلسیوس؛

t_i دما در زمان جرقه‌زنی، برحسب درجه سلسیوس.

۳-۱۰ تصحیح گرما شیمیایی^۱ (به پیوست ب مراجعه شود)، این تصحیحات زیر را برای هر آزمون مطابق زیر محاسبه کنید:

e_1 تصحیح برای گرمای تشکیل HNO_3 , $\text{ml} = J$ محلول استاندارد NaOH (۰٫۰۸۶۶) مورد استفاده در تیتراسیون $\times ۵$ ؛

e_2 تصحیح برای گرمای تشکیل H_2SO_4 , $J = ۵۸٫۶ \times$ درصد گوگرد موجود در نمونه \times جرم نمونه برحسب گرم؛

e_3 تصحیح برای گرمای احتراق نوار حساس به فشار، $J =$ جرم نوار برحسب گرم \times گرمای احتراق نوار برحسب ژول بر گرم؛

e_4 تصحیح برای گرمای احتراق سیم جرقه‌زنی، برحسب ژول:

$$= ۱٫۱۳ \times \text{میلی‌متر سیم آهن مصرف شده}$$

$$= ۰٫۹۶ \times \text{سیم کرومیل C مصرف شده.}$$

۴-۱۰ گرمای احتراق ناخالص، گرمای احتراق ناخالص را با جاگذاری در معادلات ۹ و ۱۰ محاسبه کنید.

$$Q_g (\text{ناخالص}, t^\circ\text{C}) = (\Delta t \times W - e_1 - e_2 - e_3 - e_4) / 1000 M \quad (۹)$$

$$Q_g (\text{ناخالص}, 25^\circ\text{C}) = Q_g (\text{ناخالص}, t^\circ\text{C}) + A(t - 25) \quad (۱۰)$$

که در آن:

Q_g (ناخالص، $t^\circ\text{C}$) گرمای احتراق ناخالص در حجم ثابت و دمای نهایی آزمون، برحسب MJ/kg؛

Q_g (ناخالص، 25°C) گرمای احتراق ناخالص در حجم ثابت، برحسب MJ/kg؛

Δt افزایش دمای تصحیح شده، برحسب $^\circ\text{C}$ ؛

W هم ارز انرژی کالریمتر، برحسب ژول بر درجه سلسیوس؛

M جرم نمونه، برحسب گرم؛

t دمای نهایی احتراق، برحسب درجه سلسیوس؛

e_1 ، e_2 ، e_3 و e_4 تصحیحات مطابق با زیربند ۳-۱۰.

A ضریب تصحیح (MJ/kg °C) با تصحیح حاصل از دمای نهایی احتراق تا ۲۵ °C که مقدار ضریب A در جدول ۱ ارائه شده است.

یادآوری- گرمای احتراق ناخالص در فشار ثابت را با استفاده از معادله ۱۱ محاسبه کنید.

$$Q_{gp} = Q_g + 0.006145 H \quad (11)$$

که در آن:

Q_{gp} گرمای احتراق ناخالص در فشار ثابت، برحسب مگاژول بر کیلوگرم؛

H مقدار هیدروژن، مطابق با استانداردهای ASTM D1018 یا ASTM D3701 یا ASTM D7171، بر حسب درصد جرمی.

۵-۱۰ گرمای احتراق خالص، گرمای احتراق خالص را با استفاده از معادله ۱۲ محاسبه کنید.

$$Q_n (\text{خالص، } 25^\circ\text{C}) = Q_g (\text{ناخالص، } 25^\circ\text{C}) - 0.2122 \times H \quad (12)$$

که در آن:

Q_n (خالص، ۲۵ °C) گرمای احتراق خالص در فشار ثابت، برحسب مگاژول بر کیلوگرم؛

Q_g (ناخالص، ۲۵ °C) گرمای احتراق ناخالص در حجم ثابت، برحسب مگاژول بر کیلوگرم؛

H مقدار هیدروژن، مطابق با استانداردهای ASTM D1018 یا ASTM D3701 یا ASTM D7171، بر حسب درصد جرمی.

جدول ۱- مقادیر ضریب A

A	Q_g (ناخالص، t °C)	A	Q_g (ناخالص، t °C)
MJ/kg. °C	MJ/kg	MJ/kg. °C	MJ/kg
۰,۰۰۲۷۱	۴۵,۷۵	۰,۰۰۱۵۷	۴۳,۰۰
۰,۰۰۲۸۲	۴۶,۰۰	۰,۰۰۱۶۷	۴۳,۲۵
۰,۰۰۲۹۲	۴۶,۲۵	۰,۰۰۱۷۸	۴۳,۵۰
۰,۰۰۳۰۲	۴۶,۵۰	۰,۰۰۱۸۸	۴۳,۷۵
۰,۰۰۳۱۳	۴۶,۷۵	۰,۰۰۱۹۹	۴۴,۰۰
۰,۰۰۳۲۳	۴۷,۰۰	۰,۰۰۲۰۹	۴۴,۲۵
۰,۰۰۳۳۳	۴۷,۲۵	۰,۰۰۲۱۹	۴۴,۵۰
۰,۰۰۳۴۴	۴۷,۵۰	۰,۰۰۲۳۰	۴۴,۷۵
۰,۰۰۳۵۴	۴۷,۷۵	۰,۰۰۲۴۰	۴۵,۰۰
۰,۰۰۳۶۵	۴۸,۰۰	۰,۰۰۲۵۰	۴۵,۲۵
		۰,۰۰۲۶۱	۴۵,۵۰

۱۱ گزارش آزمون

گزارش باید حداقل دارای اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۱ روش آزمون مطابق با این استاندارد ملی ایران؛

۲-۱۱ گرمای احتراق خالص و ناخالص با تقریب 0.002 MJ/kg .

۱۲ دقت و اریبی

۱-۱۲ دقت، دقت این روش آزمون با انجام بررسی‌های آماری نتایج مطالعات آزمون بین آزمایشگاهی به شرح زیر به دست آمده است:

۱-۱-۱۲ تکرارپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون که توسط یک آزمایشگر با وسایل یکسان تحت شرایط عملکردی ثابت روی مواد آزمون یکسان در شرایط صحیح آزمایشی به دست آمده است، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد از مقادیر جدول ۲ بیشتر است.

جدول ۲- مقادیر تکرارپذیری

تکرارپذیری MJ/kg		روش
خالص	ناخالص	
۰/۰۹۶	۰/۰۹۷	همه سوخت‌ها
۰/۰۹۹	۰/۰۹۶	غیرفرار
۰/۰۹۱	۰/۱۰۰	فرار

۲-۱-۱۲ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون مستقل و مجزا که توسط آزمایشگرهای مختلف در آزمایشگاه‌های متفاوت با مواد آزمون یکسان در شرایط صحیح آزمایشی به دست آمده است، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد از مقادیر جدول ۳ بیشتر است.

جدول ۳- مقادیر تجدیدپذیری

تکرارپذیری MJ/kg		روش
خالص	ناخالص	
۰/۳۲۴	۰/۲۲۸	همه سوخت‌ها
۰/۲۳۴	۰/۲۳۹	غیرفرار
۰/۴۵۰	۰/۲۰۷	فرار

۲-۱۲ اریبی، اریبی روش آزمون در این استاندارد با بررسی آماری نتایج آزمون بین آزمایشگاهی به شرح جدول ۴ به دست آمده است.

جدول ۴- اریبی، MJ/kg

خالص	ناخالص
۰/۰۸۹	۰/۰۰۱

پیوست الف

(الزامی)

وسایل برای آزمون گرمای احتراق

الف- ۱ اتاقتک آزمون

اتاقتکی که در آن آزمون توسط کالریمتر انجام می‌شود باید عاری از هرگونه رانش بوده و نباید در معرض تغییرات ناگهانی دما باشد. دمای دقیق تا زمانی که دما در گستره 23°C تا 26°C باشد و ثابت نگه داشته شود، مهم نمی‌باشد. نه تنها دما باید در طول روز ثابت باشد، بلکه باید به صورت سالیانه نیز ثابت باقی بماند. اشعه مستقیم نور آفتاب نباید به پوشش عایق کالریمتر، اتصالات و گالوانومتر برخورد نماید. روشنایی، گرمایش و تهویه کافی باید فراهم شود. کنترل ترموستاتیکی دمای اتاق و رطوبت کنترل شده مطلوب می‌باشد.

الف- ۲ بمب اکسیژن

بمب اکسیژن باید الزامات مشخص شده در استاندارد ASTM E 144 را برآورده کرده و دارای حجم داخلی (50 ± 350) ml باشد. تمامی قطعات باید از موادی ساخته شوند که به وسیله فرایند احتراق تحت تاثیر قرار نگیرند یا به اندازه کافی گرمای قابل اندازه‌گیری تولید نکرده یا فرآورده نهایی را تغییر ندهند. در صورتی که بمب با پلاتین یا طلا اندود شده باشد، به منظور جلوگیری از محصولات احتراق حاصل از رسیدن به فلز به حالت پایه، همه دهانه‌ها باید محکم درزبندی شوند. بمب باید به نحوی طراحی شود که همه محصولات احتراق مایع را بتوان به طور کامل با شستشوی سطوح داخلی بازیابی نمود. نشت گاز نباید در طول آزمون وجود داشته باشد. بمب باید در مقابل آزمون فشار هیدرواستاتیک تا اندازه فشار 20.7 MPa در دمای اتاق بدون ایجاد تنش در هر قسمت، بیش از حد الاستیک آن مقاوم باشد. در صورت لزوم، بمب باید به نحوی اصلاح شود که پایین آن 12 mm بالاتر بوده تا اجازه دهد چرخش آب در زیر بمب به خوبی انجام شود.

الف- ۳ سطل کالریمتر

سطل کالریمتر باید از فلزی (به طور ترجیحی مس یا برنج) با پوشش تیره ساخته شده و همه سطوح خارجی آن باید به خوبی صیقل داده شود. اندازه سطل باید به حدی باشد که بمب به صورت کامل در آب غوطه‌ور شود. سطل باید دارای وسیله‌ای برای همزدن آب به صورت کامل در سرعت یکنواخت اما با حداقل گرمای ورودی باشد. همزدن پیوسته به مدت 10 min نباید دما را بیش از 0.1°C از دماهای یکسان در کالریمتر، اتاقتک و پوشش عایق افزایش دهد. قسمت غوطه‌ور شده همزن باید از جنس موادی با هدایت حرارتی کم باشد.

الف-۴ پوشش عایق

بمب کالریمتر، سطل و آب باید به صورت کامل در پوشش عایق آب دارای چرخش محصور شود، به نحوی که دیواره‌ها، بالا و پایین آن در فاصله ۱ cm از دیواره‌های پوشش عایق قرار گیرند. پوشش عایق باید به نحوی قرار گیرد که در دمای ثابت یا با شرایطی برای تنظیم خودکار دمای پوشش عایق معادل با بمب کالریمتر، سطل و آب برای شرایط آدیاباتیک باقی بماند. پوشش عایق باید به نحوی ساخته شود که تبخیر آب حاصل از پوشش عایق بر روی سطل کالریمتر متراکم نشود.

الف-۵ دماسنج

الف-۵-۱ دمای مخزن و کالریمتر باید به ترتیب با دماسنج‌های زیر اندازه‌گیری شوند:

الف-۵-۱-۱ ساقه حکاکی شده، مایع در شیشه، دماسنج‌های بمب کالریمتر ASTM با دارا بودن گستره دمایی از 19°C تا 35°C ، 18.9°C تا 25.1°C یا 23.9°C تا 30.1°C به ترتیب مطابق با الزامات دماسنج 56°C یا 116°C همانگونه که در استاندارد ASTM E1 مشخص شده است. درستی هر یک از این دماسنج‌ها را در فواصلی که بیش از 1.5°C بر روی کل مقیاس زینه‌بندی شده نباشد، آزمون کنید. تصحیحات را با 0.02°C به ترتیب برای هر نقطه آزمون محاسبه کنید.

الف-۵-۲ دمای درون کالریمتر را با دماسنج‌های زیر اندازه‌گیری کنید.

الف-۵-۲-۱ دماسنج‌های مقاومتی پلاتینی، ترمیستور یا سایر وسایل اندازه‌گیری دما که هنگام استفاده با ابزارهای مربوطه، افزایش دما را به صورت تکرارپذیر با تفکیک ثبت شده 0.001°C اندازه‌گیری می‌کند و تکرارپذیری باید به نحوی باشد که الزامات دقت برای هم ارز انرژی را برآورده سازد. علاوه بر آن، ویژگی‌هایی که به الزامات دمای میانگین همه تعیین‌ها محدود شده است، نباید بیش از 0.5°C انحراف داشته باشد و افزایش دما برای همه آزمون‌ها باید در حدود $0.3^{\circ}\text{C} \pm$ باشد.

الف-۶ کنترل‌کننده ریزپردازنده کالریمتر خودکار

الف-۶-۱ در صورتی که خوانش دماها و محاسبات انرژی معادل به صورت دستی انجام شود، استفاده از یک کنترل‌کننده خودکار مجاز است. این کنترل‌کننده باید دارای قابلیت ذخیره‌سازی خوانش‌های دمای کالریمتر در فواصل معین، مشتعل کردن بمب و پایان آزمون باشد. اطلاعات ذخیره شده همراه با جرم نمونه، تصحیح نیتریک اسید و مقدار گوگرد هنگامی که در دستگاه وارد می‌شود، باید برای محاسبه هم ارز انرژی موردنظر یا گرمای احتراق استفاده شود.

الف-۷ مدار جرقه‌زنی

الف-۷-۱ یک جریان مستقیم یا متناوب بین 6 V تا 16 V برای ایجاد احتراق با یک آمپرسنج یا شمعک پیلوت در مدار که نشان‌دهنده وجود جریان می‌باشد، موردنیاز است. استفاده از یک ترانسفورماتور کاهنده، متصل شده به مدار اشتعال $50/60\text{ HZ}$ یا 115 V یا باطری مجاز است.

هشدار - کلید مدار اشتعال باید از نوع تماسی لحظه‌ای، بازشونده به صورت نرمال باشد، به استثنای مواردی که به وسیله کاربر، بسته نگاه داشته می‌شود.

الف-۸ زمان سنج

الف-۸-۱ یک ساعت یا سایر وسایل زمان‌سنجی با قابلیت اندازه‌گیری زمان تا یک ثانیه برای استفاده در روش ایزوپریبول موردنیاز می‌باشد.

الف-۹ ظرف نمونه

الف-۹-۱ یک ظرف پلاتینی با قطر ۲۶ mm و عمق ۱۱ mm با لبه پیچ‌خورده موردنیاز می‌باشد. در صورتی که پس از چند جرقه اولیه، وزن بوته‌هایی با آلیاژ فلزی در بین آزمون‌ها تغییر چشم‌گیری نداشته باشد، استفاده از چنین بوته‌هایی قابل قبول می‌باشد.



پیوست ب

(الزامی)

تصحیحات

ب-۱ تصحیحات دماسنج

ب-۱-۱ اعمال تصحیحات غلاف برای دماسنج‌ها الزامی نمی‌باشد.

ب-۲ تصحیحات گرما شیمیایی

ب-۲-۱ گرمای تشکیل نیتریک اسید، تصحیح ۵ J برای هر سانتی‌متر مکعب از محلول استاندارد NaOH مورد استفاده در تیتراسیون اسید اعمال می‌شود. این تصحیح بر پایه فرضیات زیر است:

الف- همه اسید تیترا شده، نیتریک اسید می‌باشد.

ب- گرمای تشکیل نیتریک اسید ۰٫۱ N تحت شرایط آزمون ۵۷٫۸ kJ/mol باشد. هنگامی که H_2SO_4 نیز وجود داشته باشد، قسمتی از تصحیح برای H_2SO_4 در تصحیح e_1 و باقیمانده در تصحیح e_2 گنجانده شده است.

ب-۲-۲ گرمای تشکیل سولفوریک اسید، برای هر گرم گوگرد در نمونه، تصحیح ۵٫۸۶ kJ اعمال می‌شود. این تصحیح بر پایه گرمای تشکیل H_2SO_4 ، ۰٫۱۷ N است که برابر با ۳۰۱٫۴ kJ/mol + می‌باشد. اما تصحیح برابر با $2 \times 57.8 = 115.6$ kJ/mol یا ۳۰۱٫۴ - (۲×۵۷٫۸) = ۱۸۵٫۸ kJ/mol یا ۵٫۸۶ kJ/g گوگرد می‌باشد.

ب-۲-۲-۱ مقدار تصحیح ۵٫۸۶ kJ/g گوگرد بر اساس نفت کوره که دارای مقادیر نسبتاً زیادی از گوگرد است، نتیجه آن کاهش تصحیح و ایجاد خطای بزرگتری می‌باشد. برای این محاسبات ٪ ۰٫۸ از گوگرد، ٪ ۹۹٫۲ از CH_2 به عنوان ترکیب عملی نفت کوره در نظر گرفته شده است. در صورتی که ۰٫۶ g از نمونه نفت کوره در یک بمب حاوی ۱۱ آب سوزانده شود، H_2SO_4 تشکیل شده به طور تقریبی ۰٫۱۷ N خواهد بود.

ب-۲-۲-۲ با استفاده از داده‌های حاصل از موسسه Bureau of standards circular No.500، گرمای واکنش $H_2SO_4 \cdot 650 H_2O (1) - SO_2 (g) + 1/2 O_2 (g) + 651 H_2O (1)$ در حجم ثابت و فشار ۳ Mpa برابر با ۳۰۱٫۴ kJ/mol - می‌باشد.

ب-۲-۳ گرمای احتراق سیم فیوز، هنگام استفاده از سیم پلاتینی، هیچگونه تصحیحی برای گرمای احتراق سیم مورد نیاز نمی‌باشد، در صورتی که طول یکسانی از سیم در هم‌ارزی انرژی و آزمون‌های نامشخص استفاده شود، انرژی الکتریکی مورد نیاز را می‌توان نادیده گرفت. هنگام استفاده از آهن یا سیم کرومومول C، گرمای احتراق زیر قابل قبول می‌باشد.

34 B & S = ۱,۱۳ J/mm سیس آهنی شماره

C = ۰,۹۶ J/mm سیس کرومل

ب-۲-۴ گرمای احتراق نوار حساس به فشار، تصحیح گرمای احتراق نوار (مطابق با زیربند ۸-۲) با فرض اشتعال کامل نوار می‌باشد.

پیوست پ

(الزامی)

هشدارها

پ-۱ اکسیژن

- پ-۱-۱ از حجم نمونه زیاد استفاده نکنید.
- پ-۱-۲ از دستورالعمل سازنده برای پر کردن بمب استفاده کنید.
- پ-۱-۳ از روغن یا گریس بر روی تنظیم کننده‌ها، اندازه‌گیرهای فشار و تجهیزات کنترل استفاده نکنید.
- پ-۱-۴ فقط از تجهیزات تثبیت شرایط شده برای کار با اکسیژن استفاده کرده و به دقت روغن، گریس و دیگر ترکیبات سوختی را پاک کنید.
- پ-۱-۵ ترکیبات سوختی را دور از اکسیژن نگه داشته و از منابع احتراق دور کنید.
- پ-۱-۶ برای جلوگیری از اشتعال یا انفجار، سطوح در تماس با اکسیژن را تمیز نگه دارید.
- پ-۱-۷ همیشه از یک تنظیم کننده فشار استفاده کنید. قبل از باز کردن شیر سیلندر، فشار تنظیم کننده را آزاد کنید.
- پ-۱-۸ همه تجهیزات و ظروف مورد استفاده باید مناسب باشند و برای کار با اکسیژن پیشنهاد شده باشند.
- پ-۱-۹ هرگز اکسیژن را از یک سیلندر به سیلندر دریافت کننده دیگر منتقل نکنید.
- پ-۱-۱۰ گازهای درون سیلندر را مخلوط نکنید.
- پ-۱-۱۱ از افتادن سیلندرها جلوگیری کرده و اطمینان حاصل کنید که سیلندرها در همه حال به صورت ایمن نگه داشته می‌شوند.
- پ-۱-۱۲ در صورت عدم استفاده از سیلندر، شیر آن را به صورت بسته نگه دارید.
- پ-۱-۱۳ هنگام باز بودن شیر سیلندر، دور از خروجی آن بایستید.
- پ-۱-۱۴ خروجی سیلندر را دور از گرما و نور خورشید نگه‌داری کنید.
- پ-۱-۱۵ سیلندر را دور از محیط‌های خورنده نگه‌داری کنید.
- پ-۱-۱۶ از سیلندرهایی بدون نشانه‌گذاری استفاده نکنید.
- پ-۱-۱۷ از سیلندرهایی آسیب دیده یا ضربه دیده استفاده نکنید.

- پ-۱-۱۸ فقط برای کاربردهای فنی استفاده کرده و از آن برای استنشاق استفاده نکنید.
- پ-۱-۱۹ تنها در محیط‌هایی که تهویه به خوبی انجام می‌شود، استفاده کنید.
- پ-۱-۲۰ برای جزئیات بیشتر در مورد اقدامات ایمنی هنگام استفاده از گاز اکسیژن به کتابچه‌های راهنما مراجعه کنید.
- پ-۲ سدیم هیدروکسید
- پ-۲-۱ قبل از استفاده، برای جابه‌جایی ایمن از اطلاعات ایمنی در مورد روش‌ها و اقدامات حفاظتی استفاده کنید.
- پ-۲-۲ از تماس بر روی چشم، پوست و لباس اجتناب کنید.
- پ-۲-۳ از تنفس گرد و غبار اجتناب کنید.
- پ-۲-۴ از ورود سدیم هیدروکسید به محفظه آزمون جلوگیری کنید.
- پ-۲-۵ هنگام جابه‌جایی، از عینک‌های ایمنی مواد شیمیایی، دستکش‌های حفاظتی، چکمه و لباس استفاده کنید.
- پ-۲-۶ هنگام مخلوط کردن با آب جهت اجتناب از پاشش شدید به آرامی به سطح محلول اضافه کنید. در آماده‌سازی محلول‌ها از آب داغ استفاده نکنید. افزایش دما را تا $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ محدود کرده یا دمای محلول را حداکثر تا 90°C محدود نمایید. افزودن طی یک مرحله نباید منجر به افزایش غلظت بیش از ۵٪ شود.
- پ-۳ ۲، ۲، ۴- تری‌متیل پنتان
- پ-۳-۱ دور از گرما، جرقه یا شعله باز قرار دهید.
- پ-۳-۲ در ظروف دربسته نگهداری کنید.
- پ-۳-۳ از تهویه مناسب استفاده کنید.
- پ-۳-۴ از ایجاد بخار اجتناب کرده و همه منابع اشتعال به ویژه وسایل الکتریکی ضدانفجار و گرم‌کن‌ها را حذف کنید.
- پ-۳-۵ از تنفس طولانی بخار یا اسپری بخار اجتناب کنید.
- پ-۳-۶ از تماس پوستی مکرر یا طولانی مدت اجتناب کنید.