



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۶۴۰

چاپ اول

۱۳۹۲

INSO

19640

1st.Edition

2014

اندازه‌گیری چگالی واقعی کک نفتی کلسینه  
شده با جانشین‌سازی زایلن

**Determination of real density of calcined  
petroleum coke by xylene displacement**

ICS: 75.160.10

## 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)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> 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) 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) 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 چگالی واقعی کک نفتی کلسینه شده با جانشین‌سازی زایلن »

### رئیس:

بدری، رشید  
(دکترای شیمی)

### سمت و/یا نمایندگی

استاد دانشگاه علوم و تحقیقات اهواز

### دبیر:

نجفی، زینب  
(فوق لیسانس شیمی)

مدیرعامل شرکت پرشیا پژوهش شریف

### اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آتشی، مزگان  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

پولادزاده، اعظم  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پیشگامان عرصه تدوین

چرم‌زاده، مهرناز  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

حاتمی، امیر  
(دکترای شیمی)

مدیرعامل شرکت پرشیاپژوهش شریف

دادم، نسیم  
(لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس شرکت نفت پاسارگاد

دایی، مینا  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان  
خوزستان

دوستی‌خواه، سمیرا  
(لیسانس شیمی)

کارشناس

مدیر خدمات فنی شرکت کربن ایران

شنبه شهتی، کامبیز  
(لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

فتاحی‌نیا، مهناز  
(فوق لیسانس شیمی)

مشاور آزمایشگاه‌های شرکت فولاد  
خوزستان

کوکب‌زاده، فؤاد  
(لیسانس شیمی)

کارشناس

گیلاسی، فهیمه  
(لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت خوزستان پژوهش گستر  
بردیا

مکوندی، علی  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

نقدی، تینا  
(فوق لیسانس شیمی)

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ اصول آزمون
۳	۵ مزاحمت‌ها
۳	۶ وسایل
۴	۷ مواد و/ یا واکنشگرها
۴	۸ آماده‌سازی نمونه
۵	۹ کالیبراسیون پیکنومتر (تعیین حجم پیکنومتر)
۶	۱۰ اندازه‌گیری چگالی زایلن
۶	۱۱ روش انجام آزمون
۷	۱۲ محاسبات
۸	۱۳ دقت و انحراف
۸	۱۴ گزارش آزمون

## پیش گفتار

استاندارد "اندازه‌گیری چگالی واقعی کک نفتی کلسینه شده با جانشین‌سازی زایلن" که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت پرشیا پژوهش شریف تهیه و تدوین شده است و در شانزدهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فراورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۲/۱۱/۰۹ 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 مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

ASTM D 5004:2011, Standard Test Method for Real Density of Calcined Petroleum Coke by Xylene Displacement.

## اندازه‌گیری چگالی واقعی کک نفتی کلسینه شده با جانشین‌سازی زایلن

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 چگالی واقعی<sup>۱</sup> (RD) کک نفتی کلسینه شده است. این استاندارد طبق تعریف برای آزمون‌هایی با اندازه ذرات کوچکتر از  $75\ \mu\text{m}$  (الک شماره ۲۰۰) کاربرد دارد. چگالی کک نفتی مستقیماً روی خواص فیزیکی و شیمیایی کربن تولید شده و مصنوعات گرافیت ساخته شده از آن تاثیر دارد. بنابراین چگالی یک ویژگی کیفی مهم کک نفتی کلسینه شده است و برای کنترل کلسینه شدن کک کاربرد دارد.

### ۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و 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:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

2-2 ASTM D 346, Practice for Collection and Preparation of Coke Samples for Laboratory Analysis

2-3 ASTM D 2013, Practice for Preparing Coal Samples for Analysis

2-4 ASTM D 2234/D2234M, Practice for Collection of a Gross Sample of Coal

2-5 ASTM D 4057, Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products

2-6 ASTM D 4292, Test Method for Determination of Vibrated Bulk Density of Calcined Petroleum Coke

2-7 ASTM D 4930, Test Method for Dust Control Material on Calcined Petroleum Coke

2-8 ASTM D 6969, Practice for Preparation of Calcined Petroleum Coke Samples for Analysis

2-9 ASTM D 6970, Practice for Collection of Calcined Petroleum Coke Samples for Analysis

2-10 ASTM D 7454, Test Method for Determination of Vibrated Bulk Density of Calcined Petroleum Coke Using a Semi- Automated Apparatus

---

1- Real Density

## 2-11 ASTM E 11, Specification for Woven Wire Test Sieve Cloth and Test Sieves

### ۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

#### ۱-۳

#### کک نفتی کلسینه شده

کک نفتی است که به منظور خروج ماده فرار و گسترش ساختار بلوری، به صورت حرارتی آماده‌سازی شده است.

#### ۲-۳

#### کک نفتی

مواد ته ماند کربن دار جامد که از طریق تجزیه حرارتی نفت سنگین یا مواد حاصل از کراکینگ نفت خام<sup>۱</sup> یا هر دو تولید می‌شوند.

#### ۳-۳

#### چگالی ظاهری

جرم ذرات به حجمی که اشغال می‌کنند. این حجم شامل فضای بین ذرات نیز می‌باشد. برای روش‌های چگالی ظاهری به استانداردهای ASTM D 4292 و ASTM D 7454 مراجعه کنید.

#### ۴-۳

#### مواد غبارگیر

استاندارد ASTM D 4930 را ببینید.

#### ۵-۳

#### چگالی واقعی

نسبت جرم به حجم اشغال شده با ماده به استثنای حجم منافذ و حفره‌ها است (با عنوان وزن مخصوص واقعی نیز اشاره می‌شود). ضروری است که حفره‌ها در کک حذف شوند و منافذ ماده با سیال جانشین شده پر شوند. با کاهش اندازه ذرات کک تا اندازه کمتر از  $75 \mu\text{m}$ ، این الزامات برآورده می‌شود.

بادآوری - با این روش همچنین می‌توان چگالی ذرات بزرگتر از  $75 \mu\text{m}$  تا بزرگترین ذره‌ای که می‌تواند در پیکنومتر هلیوم قرار بگیرد را تعیین کرد، اما باید با عنوان چگالی ذرات<sup>۲</sup> (PD) بیان شود. داده‌های دقت به‌دست آمده برای RD ممکن است برای PD قابل کاربرد نباشند.

---

1- cracked stocks  
2 -Particle Density



## ۴ اصول آزمون

نمونه درون یک پیکنومتر قرار گرفته، جرم نمونه به طور مستقیم تعیین شده و حجم با تعیین جرم مایع جانشین شده مطابق رابطه ۱ به دست می آید.

$$RD = M \times D/L \quad (۱)$$

که در آن:

$M$  جرم نمونه؛

$D$  چگالی مایع جانشین شده؛

$L$  جرم مایع جانشین شده.

## ۵ مزاحمت‌ها

۱-۵ روغن یا سایر مواد پاشیده شده روی کک نفتی کلسینه شده برای کنترل گرد و غبار، با تعیین چگالی واقعی مزاحمت ایجاد می کند، بنابراین روغن باید قبل از کاهش نمونه تا اندازه  $75 \mu\text{m}$  حذف شود.

۱-۱-۵ هنگامی که روغن نفتی مورد استفاده قرار گرفت، می توان آن را با شستشو توسط یک حلال مانند متیلن کلرید، دی کلرو اتان یا تولوئن حذف کرد. قبل از اقدام به تعیین چگالی واقعی، حلال باید به طور کامل حذف شود. برای حذف روغن غبارگیر، حرارت دادن تا  $10^\circ\text{C}$  بالاتر از نقطه جوش حلال استفاده شده یا اعمال خلا مناسب است.

یادآوری- به برگه‌های داده ایمنی مواد<sup>۱</sup> برای حلال انتخابی مراجعه کنید.

۲-۱-۵ یک روش جایگزین برای حذف روغن، حرارت دادن نمونه کک نفتی کلسینه شده در یک گرم‌خانه به مدت یک ساعت در دمای  $700^\circ\text{C}$  می باشد.

## ۶ وسایل

۱-۶ پیکنومتر یا بطری وزن مخصوص، با ظرفیت ۵۰ ml، مجهز به یک درپوش شیشه‌ای سنباده‌ای با یک لوله موئین<sup>۲</sup>. بطری‌های دارای گردن بزرگ (با قطر بیرونی ۱۲ mm تا ۱۳ mm) ترجیح داده می شوند.

۲-۶ حمام آب، کنترل شده در دمای  $(25 \pm 0.1)^\circ\text{C}$

یادآوری- این روش آزمون باید در دمای  $(25 \pm 0.1)^\circ\text{C}$  انجام شود با این وجود برخی از آزمایشگاه‌ها ممکن است شرایط انجام آزمون در این دما را نداشته باشند. انجام این روش آزمون در هر دمایی بین  $20^\circ\text{C}$  و  $40^\circ\text{C}$  مجاز است، مشروط به این که دمای حمام آب در محدوده  $\pm 0.1^\circ\text{C}$  دمای انتخابی کنترل شود و پیکنومترها در همان دمای مورد استفاده برای تعیین چگالی واقعی

نمونه کک نفتی کالیبره شوند. از آنجایی که چگالی واقعی کک نفتی کلسینه شده تحت تاثیر تغییرات دمایی در طول یک گستره دمایی محدود قرار نمی‌گیرد این امر امکان‌پذیر است.

۳-۶ ترازوی تجزیه‌ای ، با درستی  $\pm 0.1 \text{ mg}$

۴-۶ دسیکاتور تحت خلا، دارای محافظ، متصل به یک منبع خلا با قابلیت کاهش فشار تا  $10 \text{ kPa}$

۵-۶ دسیکاتور، دارای عامل خشک کننده. کلسیم سولفات بدون آب مناسب است.

۶-۶ گرمخانه خشک کن، ترجیحا یک گرمخانه تحت خلا، جهت تامین دما تا  $120^\circ \text{C}$

۷-۶ وزنه‌های سربی، برای پیکنومترها، جهت جلوگیری از واژگون شدن در حمام آب. این وزنه‌ها را می‌توان با حلقه کردن سیم جامد لحیم تهیه کرد.

۸-۶ الک سیمی، با اندازه منفذ  $75 \mu\text{m}$ ، (مش ۲۰۰)، مطابق با الزامات استاندارد ASTM E11

## ۷ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۷ آب، فقط باید از آب مقطر یا آب درجه ۳ مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده شود.

۲-۷ حلال‌های با خلوص تجزیه‌ای نیاز نیست اما می‌توان استفاده کرد. خلوص صنعتی<sup>۱</sup> هر یک از موارد زیر مناسب است:

۱-۲-۷ استون، زایلن و اتیل الکل (بند ۵-۱-۲ را ببینید)

## ۸ آماده سازی نمونه

۱-۸ برای تهیه، جابه‌جایی و آماده‌سازی نمونه‌های کک به روش‌های پیشنهادی در استانداردهای ASTM D346، ASTM D2013، ASTM D2234، ASTM D4057، ASTM D6969 و ASTM D6970 مراجعه کنید (بند ۵ را ببینید).

۲-۸  $50 \text{ g}$  کک را به طوری که کل نمونه از یک الک  $75 \mu\text{m}$  (مش ۲۰۰) عبور کند، خرد کنید. نمونه خرد شده را در یک گرم‌خانه خشک کن با دمای  $(115 \pm 5)^\circ \text{C}$  تا رسیدن به جرم ثابت (تقریبا هشت ساعت) خشک و در یک دسیکاتور خنک کنید.

یادآوری- جرم ثابت زمانی به دست می‌آید که بعد از یک دوره زمانی خشک کردن ۳۰ دقیقه‌ای، تغییر جرم کمتر از  $\pm 0.05 \text{ g}$  باشد.

## ۹ کالیبراسیون پیکنومتر (تعیین حجم پیکنومتر)

۹-۱ پیکنومتر و درپوش آن را با شوینده تمیز کنید، کاملاً با آب و سپس با استون بشویید. پیکنومتر را در دسیکاتور قرار دهید تا خشک شود، سپس پیکنومتر خالی را با درپوش آن با دقت  $0.1 \text{ mg}$  وزن کنید (جرم  $W_0$ ). هنگام تعیین وزن پیکنومتر، دمای پیکنومتر در حدود دمای اتاق باشد.

هشدار- پیکنومترهای تجاری (بطری‌های وزن مخصوص) را می‌توان در دمای  $25^\circ\text{C}$  یا تا درستی موردنیاز برای این روش آزمون کالیبره نشده باشند، بنابراین تعیین حجم پیکنومتر ضروری است.

یادآوری- پیکنومتر را بدون دستکش جابه‌جا نکنید. می‌توانید هنگام کار با پیکنومتر برای جلوگیری از تاثیر رطوبت انگشتان بر وزن آن می‌توانید دستکش‌های جراحی بپوشید یا از انبرک استفاده کنید.

۹-۲ پیکنومتر را با آب مقطر تازه جوشیده شده (جهت حذف هوا) و خنک شده پر کنید و درپوش آن را قرار دهید. پیکنومتر را تا گردن در حمام آب با دمای  $(25 \pm 0.1)^\circ\text{C}$  به مدت یک ساعت غوطه‌ور کنید. از وزنه‌های سربی برای جلوگیری از واژگون شدن پیکنومتر استفاده کنید. آبی که در طول این دوره زمانی از لوله موئین خارج شده را جایگزین کنید. یک سرنگ برای این منظور مناسب است.

۹-۳ در پایان دوره تثبیت دما، لوله موئین را برای اطمینان از اینکه به طور کامل پر شده بررسی کنید. آب اضافی روی درپوش را با مرطوب کردن کاغذ صافی حذف کنید. اگر آب از لوله موئین خارج شد باید جایگزین شود. پیکنومتر را از حمام آب با دمای  $25^\circ\text{C}$  خارج کرده، بلافاصله با استون شستشو دهید، خشک کنید و با تقریب  $0.1 \text{ mg}$  وزن کنید (جرم  $W_3$ ).

یادآوری- بعد از خارج کردن پیکنومتر از حمام آب با دمای  $25^\circ\text{C}$ ، از حرارت دادن آن اجتناب کنید. حرارت، آب را منبسط خواهد کرد و سبب خروج از لوله موئین می‌شود. بعد از خارج کردن پیکنومتر از حمام آب با دمای  $25^\circ\text{C}$  به لوله موئین آب اضافه نکنید. هدف از شستشوی سریع با استون، انقباض محتویات است که منجر به کاهش در لوله موئین می‌شود. می‌توان به جای استون از اتیل الکل استفاده کرد. اگر دمای آزمایشگاه  $25^\circ\text{C}$  یا بالاتر است، توصیه می‌شود برای خنک کردن پیکنومتر آن را به مدت حدود یک دقیقه در یک حمام آب با دمای حدود  $20^\circ\text{C}$  نگاه‌داری کنید، سپس پیکنومتر را خشک و توزین کنید. پیکنومترها را تا حدی سرد نکنید، که رطوبت موجود در اتمسفر روی آن‌ها متراکم شده و توزین درست غیرممکن شود.

۹-۴ حجم پیکنومتر،  $V$ ، را با استفاده از رابطه ۲ بر حسب سانتی‌متر مکعب محاسبه کنید. نتایج را تا  $0.001 \text{ cm}^3$  گرد کنید.

$$V = \frac{W_3 - W_0}{\rho_w} \quad (2)$$

که در آن:

$W_0$  جرم پیکنومتر خالی بر حسب گرم؛

$W_3$  جرم پیکنومتر پر شده با آب بر حسب گرم؛

$\rho_w$  چگالی آب در دمای  $25^\circ\text{C}$  که برابر با  $0.9970 \text{ g/cm}^3$  می‌باشد.

۵-۹ بندهای ۱-۹ تا ۴-۹ را در یک دوره زمانی ۲ تا ۳ روزه هفت بار تکرار کنید. توصیه می‌شود مقادیر مجزا بیش از  $cm^3 \pm 0.015$  از مقدار میانگین انحراف نداشته باشد. مقدار میانگین را در تمام محاسبات با استفاده از رابطه ۳ به کار ببرید. حجم پیکنومتر را هر سه ماه مجدداً اندازه‌گیری کنید. توصیه می‌شود جرم  $W_0$  در محدوده  $g \pm 0.01$  ثابت بماند.

هشدار- اگر این روش آزمون در دمایی غیر از  $(25 \pm 0.1)^\circ C$  مطابق یادآوری بند ۶-۲ انجام شود،  $\rho_x$  چگالی آب، در دمای انتخابی برای اندازه‌گیری است. چگالی آب در دماهایی غیر از  $25^\circ C$  در منابع مرجع استاندارد موجود است.

### ۱۰ اندازه‌گیری چگالی زایلن

۱-۱۰ روش کار ذکر شده در بندهای ۱-۹ تا ۳-۹ انجام دهید، اما به جای آب از زایلن استفاده کنید. چگالی زایلن،  $\rho_x$ ، را در دمای  $25^\circ C$  بر حسب گرم بر سانتی‌متر مکعب با استفاده از رابطه ۳ محاسبه کنید. نتایج را تا  $g/cm^3 / 0.0001$  گرد کنید.

هشدار- بعد از خارج کردن پیکنومتر از حمام آب با دمای  $25^\circ C$  از حرارت دادن آن اجتناب کنید. حرارت، زایلن را منبسط خواهد کرد و سبب خروج آن از لوله موئین می‌شود. بعد از خارج کردن پیکنومتر از حمام آب با دمای  $25^\circ C$ ، زایلن اضافه نکنید.

$$\rho_x = \frac{W_2 - W_0}{v} \quad (3)$$

که در آن:

$W_0$  جرم پیکنومتر خالی بر حسب گرم؛

$W_2$  جرم پیکنومتر پر شده با زایلن بر حسب گرم؛

$v$  حجم پیکنومتر بر حسب سانتی‌متر مکعب.

### ۱۱ روش انجام آزمون

۱-۱۱ پیکنومتر و درپوش آن را با شوینده تمیز کنید و کاملاً با آب و سپس با استون بشویید و در دسیکاتور خشک کنید.

۲-۱۱ پیکنومتر را همراه با درپوش آن با تقریب  $0.1 \text{ mg}$  وزن کنید (جرم  $W_0$ ). دمای پیکنومتر باید در حدود دمای محیط اتاق باشد (یادآوری بند ۹-۱ را ببینید).

۳-۱۱ حدود  $10 \text{ g}$  از نمونه تجزیه‌ای خشک و خنک شده را درون پیکنومتر خشک و تمیز قرار دهید. از مقدار نمونه کمتر نیز می‌توان استفاده کرد اما نباید کمتر از  $5 \text{ g}$  باشد.

۴-۱۱ درپوش را گذاشته، هر گونه کک چسبیده به سطح بیرونی پیکنومتر را بردارید و مجدداً وزن کنید. اختلاف بین این جرم و  $W_0$  برابر با جرم نمونه می‌باشد (جرم  $W_s$ ).

۵-۱۱ پیکنومتر را با مقدار کافی زایلن پر کنید تا نمونه را تر کرده و بپوشاند. پیکنومترها را جهت کمک به تر شدن نمونه و خروج هوا به آرامی بچرخانید. مقداری زایلن اضافی بیافزایید تا حدود دو سوم پیکنومتر پر شود سپس آن را بدون درپوش در دسیکاتور تحت خلا در فشار پایین تا حد مطلق (یا در خلا بالا) قرار دهید تا هوای کک حذف شود اما از تبخیر بیش از حد زایلن اجتناب کنید. اگر وسیله‌ای در دسترس است، پیکنومتر را به آرامی و به طور متناوب در حالی که در دسیکاتور است برای کمک به حذف هوا به آرامی تکان دهید. تحت خلا قرار دهید تا خروج حباب‌های هوا متوقف شود. توصیه می‌شود مدت زمان خلا حداقل ۳۰ دقیقه باشد.

۶-۱۱ پیکنومتر را از دسیکاتور خارج کرده، با زایلن پر کنید و در حمام آب با دمای  $(25 \pm 0.1)^\circ\text{C}$  دارای درپوش قرار دهید. پیکنومتر را تا گردن به مدت یک ساعت در حمام آب غوطه‌ور کنید. وزنه‌های سربی را برای جلوگیری از واژگون شدن استفاده کنید. زایلن که در طول این دوره از لوله موئین خارج شده را جایگزین کنید. یک سرنگ برای این منظور مناسب است.

۷-۱۱ در پایان دوره تثبیت دما، لوله موئین را برای اطمینان از اینکه به طور کامل پر شده بررسی کنید. زایلن اضافی روی درپوش را با مرطوب کردن کاغذ صافی حذف کنید. اگر زایلن از لوله موئین خارج شد باید جایگزین شود. پیکنومتر را از حمام با دمای  $25^\circ\text{C}$  خارج کرده، بلافاصله با استون شستشو دهید، خشک کنید و با تقریب  $0.1\text{ mg}$  وزن کنید (جرم  $W_1$ ).

۸-۱۱ پس از اتمام آزمون، پیکنومتر را تمیز و خشک کنید. برای سهولت تمیزکاری پیکنومترها، یک قسمت از زایلن را خارج کرده و با استون جایگزین کنید. سپس این مخلوط زایلن/ استون را تکان دهید و به آسانی کک نفتی کلسینه شده را از پیکنومترها خارج کنید. پیکنومترها را قبل از استفاده مجدد مطابق بند ۹-۱ تمیز کنید.

## ۱۲ محاسبات

۱-۱۲ چگالی نمونه را بر حسب گرم بر سانتی‌متر مکعب از رابطه ۴ محاسبه کنید.

$$\text{چگالی} = w_s \left( \frac{\rho_x}{w_s - (w_1 - w_2)} \right) \quad (4)$$

که در آن:

$W_s$  جرم نمونه بر حسب گرم؛

$\rho_x$  چگالی زایلن در دمای  $25^\circ\text{C}$ ، بر حسب گرم بر سانتی‌متر مکعب؛

$W_1$  جرم پیکنومتر پر شده با نمونه و زایلن، بر حسب گرم؛

$W_2$  جرم پیکنومتر پر شده با زایلن، بر حسب گرم؛

$w_s - (w_1 - w_2)$  جرم زایلن جانشین شده با کک نفتی کلسینه شده، بر حسب گرم؛

حجم زایلن جانشین شده با کک نفتی کلسینه شده، بر حسب سانتی‌متر مکعب.  $\left( \frac{\rho_x}{w_s - (w_1 - w_2)} \right)$

## ۱۳ دقت و انحراف

۱-۱۳ دقت این روش آزمون با بررسی آماری نتایج آزمون بین آزمایشگاهی به شرح زیر تعیین می‌شود:

۱-۱-۱۳ تکرارپذیری، اختلاف بین نتایج متوالی که توسط یک آزمون‌گر با استفاده از وسایل یکسان تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمون یکسان در مدت زمان طولانی در عملیات معمول و صحیح روش آزمون انجام شد، تنها در یک مورد از بیست مورد از مقدار  $0.067$  بیشتر شد.

۱-۲-۱۳ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه منفرد و مستقل که در دو آزمایشگاه متفاوت با روش آزمون یکسان توسط آزمون‌گرهای متفاوت در مدت زمان طولانی در عملیات معمول و صحیح روش آزمون به‌دست آمد، تنها در یک مورد از بیست مورد از مقدار  $0.156$  بیشتر شد.

۱۳-۲-۲ انحراف، از آنجایی که هیچ ماده مرجع استاندارد پذیرفته شده مناسبی برای تعیین انحراف در فرآیند این روش آزمون به‌منظور اندازه‌گیری چگالی واقعی کک نفتی کلسینه شده وجود ندارند، انحراف را نمی‌توان تعیین کرد.

## ۱۴ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۴ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی؛

۲-۱۴ میانگین اندازه‌گیری‌های تکراری را که در محدوده  $0.07 \text{ g/cm}^3$  مطابقت داشته باشند، تا سه رقم اعشار گزارش کنید. در صورتی که با آن مطابقت نداشت مقادیر مشکوک در نظر گرفته می‌شود و مجموعه تکرارهای دیگری باید انجام شود. میانگین همه نتایج را در توافق با محدوده  $0.07 \text{ g/cm}^3$  گزارش کنید. در صورتی که مجموعه دوم هم مطابقت نداشت، میانگین هر چهار مقدار را گزارش کنید. در صورتی که مجموعه دوم اندازه‌تکراری نیز در محدوده مطابقت نداشت آزمونگر باید این امر را گزارش کند.

۳-۱۴ هر گونه مورد غیرمعمول مشاهده شده در حین اندازه‌گیری؛

۴-۱۴ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به‌طور اختیاری در نظر گرفته می‌شود؛

۵-۱۴ نام و نام خانوادگی آزمون‌گر؛

۶-۱۴ تاریخ انجام آزمون.