



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۶۰۵

تجدید نظر اول

۱۳۹۲

INSO

2605

1st.Revision

2013

سوخت‌های معدنی جامد - اندازه‌گیری کربن
و هیدروژن - روش لی‌بیگ

Solid mineral fuels - Determination of
carbon and hydrogen - Liebig method

ICS: 73.040 , 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)^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 استانداردهای 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

« سوخت‌های معدنی جامد - اندازه‌گیری کربن و هیدروژن - روش لی بیگ »

(تجدید نظر اول)

سمت و / یا نمایندگی

هیات علمی دانشگاه شهیدچمران اهواز

رئیس:

جواهریان، محمد
(دکترای شیمی)

دبیر:

دانشیار دانشگاه شهیدچمران اهواز

زرگر، بهروز
(دکترای شیمی)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

ابراهیمی‌زاده، وحید
(فوق لیسانس مکانیک)

کارشناس شرکت معیارسنجش سینا

اسماعیلیان، امین
(لیسانس مهندسی صنایع)

کارشناس شرکت معیارسنجش سینا

بقالیان نژاد، رضا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

پوررشنو، ساناز
(فوق لیسانس شیمی)

رئیس آزمایشگاه گروه ملی

پولادگر، عبدالعلی
(لیسانس مکانیک)

مدیر عامل شرکت پرشیا پژوهش شریف

حاتمی، امیر
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

حقیقی زاده، مریم
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت معیارسنجش سینا	سپهر، ساناز (لیسانس صنایع غذایی)
کارشناس خدمات فنی کربن ایران	شهینی، کامبیز (لیسانس مهندسی شیمی)
مدیر فنی شرکت پارس لیان اروند	عباس اصل حیزانی، آسیه (لیسانس شیمی)
کارشناس شرکت زرگستر رویینا	فتاحی‌نیا، مهناز (فوق لیسانس شیمی)
کارشناس	محمودی، اکرم (لیسانس شیمی)
کارشناس شرکت معیار دانش پارس	مسجدی، فائزه (لیسانس مهندسی صنایع)
کارشناس اداره کل استاندارد استان خوزستان	مهرمولایی، فاطمه (فوق لیسانس شیمی)
کارشناس شرکت بهین آزمون اروند	نظامی، راضیه (لیسانس شیمی کاربردی)
کارشناس استاندارد	نبی، مهدی (فوق لیسانس شیمی)

پیش‌گفتار

استاندارد " سوخت‌های معدنی جامد - اندازه‌گیری کربن و هیدروژن- روش لی‌بیگ " نخستین بار در سال ۱۳۶۴ تدوین شد. این استاندارد بر اساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط سازمان ملی استاندارد ایران و تایید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در سومین اجلاس کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های نفتی مورخ ۹۲/۷/۱۳ 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 ۲۶۰۵: سال ۱۳۶۴ است.

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

ISO 625: 1996, Solid mineral fuels - Determination of carbon and hydrogen - Liebig method

سوخت‌های معدنی جامد - اندازه‌گیری کربن و هیدروژن - روش لی بیگ

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روشی برای اندازه‌گیری کربن کل و هیدروژن کل به روش لی بیگ است. این استاندارد در زغال سنگ سخت، زغال سنگ قهوه‌ای، لیگنیت و کک کاربرد دارد. نتایج شامل مقدار کربن در کربنات‌ها و هیدروژن به صورت ترکیب در رطوبت و آب موجود در ساختار سیلیکات‌ها است. اندازه‌گیری رطوبت هم‌زمان انجام می‌شود و تصحیح مناسبی در مقدار هیدروژن به دست آمده از احتراق به عمل می‌آید. اندازه‌گیری کربن دی‌اکسید نیز انجام می‌شود و مقدار کربن کل برای وجود کربنات‌های معدنی تصحیح 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 تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۱۴، زغال سنگ - کک - اندازه‌گیری مقدار رطوبت

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲۶۰۴، سوخته‌های جامد - زغال سنگ روش اندازه‌گیری دی‌اکسید کربن

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۸۱۱، زغال و کک - محاسبه آنالیز بر پایه‌های مختلف

۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۱۴۲، زغال سنگ - روش نمونه برداری

۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۲۱۴، کک - روش نمونه برداری

2-6 ISO 5068-1, Brown coals and lignites - Determination of moisture content - Part 1: Indirect gravimetric method for total moisture

2-7 ISO 5068-2, Brown coals and lignites - Determination of moisture content - Part 2: Indirect gravimetric method for moisture in the analysis sample

2-8 ISO 5069-2, Brown coals and lignites - Principles of sampling - Part 2: Sample preparation for determination of moisture content and for general analysis

۳ اصول آزمون

جرم مشخصی از نمونه زغال سنگ یا کک در جریان از اکسیژن در یک لوله غیر قابل نفوذ به گازها سوزانده شده و محصولات سوخت ناقص مجدداً روی مس اکسید سوزانده می‌شوند. کل هیدروژن به آب و تمامی کربن به کربن دی‌اکسید تبدیل می‌شود. این محصولات به وسیله واکنش‌گرهای مناسب جذب و به طریق وزن سنجی

اندازه‌گیری می‌شوند. اکسیدهای گوگرد به وسیله سرب کرومات، کلر به وسیله لوله توری نقره و اکسیدهای نیتروژن به وسیله منگنز دی اکسید گرانولی جذب می‌شوند.

۴ مواد و/یا واکنشگرها

هشدار - توصیه می‌شود مراقبت لازم هنگام استفاده از واکنشگرها به خاطر سمی بودن اغلب آن‌ها به عمل آید.

در طی تجزیه، به جز در موارد مشخص شده، فقط از واکنشگرها با درجه خلوص تجزیه‌ای شناخته شده و فقط از آب مقطر یا آب با خلوص معادل استفاده کنید.

۴-۱ منیزیم پرکلرات

بدون آب، با اندازه کمتر از ۱٫۲ mm و ترجیحا در محدوده اندازه ۱٫۲ mm تا ۰٫۷ mm

هشدار - مقررات محلی هنگام دور ریختن منیزیم پرکلرات باید در نظر گرفته شود. به دلیل خطر انفجار نباید اقدام به تولید مجدد منیزیم پرکلرات کرد.

۴-۲ سدیم هیدروکسید روی یک پایه بی‌اثر، ترجیحا با دانه‌های درشت برای مثال ۳٫۰ mm تا ۱٫۵ mm اما ریزتر از ۱٫۲ mm تا ۰٫۷ mm و ترجیحا از نوع خود شناساگر

۴-۳ منگنز دی‌اکسید، گرانولی، با اندازه ذرات ۱٫۲ mm تا ۰٫۷ mm

منگنز دی‌اکسید به شکل گرانولی و اندازه ذرات مورد نیاز را می‌توان به روش زیر تهیه کرد.

منگنز سولفات را در آب حل کرده و محلول را بجوشانید. محلول را با آمونیوم هیدروکسید قلیایی کرده و در قسمت‌های کوچک آمونیم پرسولفات جامد به محلول جوشان بیفزایید تا رسوب گذاری کامل شود. به سرعت روی یک کاغذ صافی سخت سریع صاف کنید. از طریق سرریز کردن با آب، سپس با سولفوریک اسید رقیق و سرانجام با آب شستشو دهید تا عاری از اسید شود. رسوب مرطوب را به یک هاون منتقل کنید و در یک گرمخانه بگذارید تا قسمت اعظم آب آن بخار شود ولی پودر حاصل هنوز مرطوب باشد. پودر را به کمک دسته هاون تحت فشار ثابت قرار دهید تا به صورت کیک^۱ در آید عمل خشک کردن را کامل کنید. کیک را با احتیاط خرد و الک کنید تا دانه‌هایی با اندازه بین ۱٫۲ mm تا ۰٫۷ mm جدا شود.

۴-۴ توری مس، با مش تقریبی ۱ mm و عرض ۱۰ mm

۴-۵ مس اکسید، به صورت سیم، بریده شده به قطعات با طول تقریبی ۳ mm و قطر حدود ۰٫۲ mm

۴-۶ سرب کرومات، ذوب شده، محدوده اندازه ذرات بین ۲٫۴ mm تا ۱٫۲ mm

۴-۷ توری نقره‌ای خالص، با مش تقریبی ۱ mm، ساخته شده از سیمی با قطر تقریباً ۰٫۳ mm

۴-۸ اکسیژن، عاری از هیدروژن، بهتر است از هوای مایع نه از الکترولیز تهیه شده باشد. در صورتی که اکسیژن به روش الکترولیز تهیه شده باشد باید قبل از استفاده از روی اکسید مس سرخ شده عبور داده شود تا مقدار ناچیز هیدروژن آن حذف شود.

۵ وسایل

۱-۵ ترازوی تجزیه‌ای، قادر به توزین با تقریب 0.1 mg

۲-۵ خط تخلیص، برای جذب بخار آب و کربن دی‌اکسید موجود در اکسیژن مورد استفاده برای احتراق. خط تخلیص را با استفاده از یک سری لوله U شکل حاوی واکنشگرهای زیر به ترتیب ذکر شده در مسیر جریان سوار کنید:

الف- منیزیم پرکلرات (بند ۴-۱) برای جذب آب؛

ب- سدیم هیدروکسید روی پایه خنثی (بند ۴-۲) برای جذب کربن دی‌اکسید؛

پ- منیزیم پرکلرات (بند ۴-۱) برای جذب آب آزاد شده در واکنش بین کربن دی‌اکسید و سدیم هیدروکسید خط تخلیص باید به اندازه کافی بزرگ باشد تا این که حتی در صورت استفاده مداوم پر کردن مکرر لازم نباشد.

۳-۵ مجموعه احتراق

۱-۳-۵ کوره‌ها، لوله احتراق به وسیله سه کوره گرم می‌شود. برای لوله احتراق 1.25 mm که در بند ۶ ذکر شده طول‌های تقریبی زیر مناسب است.

الف- کوره شماره ۱، با طول 250 mm برای گرم کردن ناوک و محتویات آن تا دمای 925°C ؛

ب- کوره شماره ۲، با طول 500 mm ، برای گرم نگه‌داشتن قسمت مس اکسید لوله احتراق تا دمای 800°C ؛

پ- کوره شماره ۳، با طول 200 mm ، در برگیرنده سرب کرومات و لوله توری نقره خالص و گرم نگه‌داشتن آن‌ها تا دمای حدود 500°C .

۲-۳-۵ لوله احتراق، از جنس سیلیس ذوب شده یا شیشه سخت مناسب. قطر لوله باید 12 mm تا 15 mm باشد. طول مناسب 1.25 m است.

۳-۳-۵ ناوک احتراق، از جنس پلاتین، چینی یا سیلیس ذوب شده به طول تقریبی 70 mm

۴-۵ خط جذب، برای جذب آب و کربن دی‌اکسید آزاد شده از احتراق نمونه. خط جذب را با استفاده از واکنشگرهای زیر به ترتیب ذکر شده در جهت جریان سوار کنید.

الف- منیزیم پرکلرات (بند ۴-۱) برای جذب آب آزاد شده در هنگام احتراق؛

ب- منگنز دی‌اکسید گرانولی (بند ۴-۳) برای جذب اکسیدهای نیتروژن؛

پ- منیزیم پرکلرات برای جذب آب آزاد شده از منگنز دی‌اکسید؛

ت- سدیم هیدروکسید روی پایه بی‌اثر (بند ۴-۲) برای جذب کربن دی‌اکسید؛

ث- منیزیم پرکلرات برای جذب آب تولید شده در واکنش بین کربن دی‌اکسید و سدیم هیدروکسید.

لوله‌های میدوال^۱ (شکل ۱) که ناحیه بزرگ واکنش را فراهم می‌کنند، برای همه واکنشگرها به جز منگنز دی‌اکسید که در لوله محافظ (شکل ۲) قرار گرفته، مشروط بر زمان تماس طولانی با جرم حداقل استفاده می‌شود.

شمای خط جذب با جزئیات مربوط به مواد پرکننده آن در شکل ۳ نمایش داده شده است. A جاذب آب، B لوله محافظ جاذب اکسیدهای نیتروژن است و C هر آب آزاد شده از منگنز دی‌اکسید را جذب می‌کند. کربن دی‌اکسید در D جذب می‌شود، منیزیم پرکلرات واقع در قسمت فوقانی، آب تولید شده در واکنش بین کربن دی‌اکسید و سدیم هیدروکسید را جذب می‌کند. توصیه می‌شود E دومین واحد جذب کربن دی‌اکسید، به عنوان احتیاط به خط جذب افزوده شود.

می‌توان به جای لوله‌های میدوال از لوله‌های U شکل با درپوش استفاده کرد.

پشم شیشه (بند ۴-۹) از قبل خشک شده به مدت یک ساعت در دمای 105°C را بالا و پایین جاذب برای جلوگیری از ورود گرد و غبار به وسیله جریان اکسیژن و جلوگیری از ترک خوردن لوله میدوال در اثر حرارت واکنش قرار دهید.

در صورتی که آب در جذب کننده اول متراکم شود، مقداری نیتروژن دی‌اکسید ممکن است در آن حل شود و به عنوان آب در نظر گرفته شود. به علت فاکتور تبدیل از آب به هیدروژن، خطای اندازه‌گیری هیدروژن که از این طریق ایجاد شده، در حدود 0.05% هیدروژن، کوچک است. ممانعت از این خطا فقط با حرارت دادن لوله جذب تا دمایی به اندازه کافی بالا برای جلوگیری از متراکم شدن آب، امکان پذیر است.

یادآوری- در صورت عدم احتیاط، اکسیدهای نیتروژن تشکیل شده در طی احتراق به وسیله سدیم هیدروکسید جذب شده و به عنوان کربن دی‌اکسید اندازه‌گیری می‌شوند. خطای اندازه‌گیری کربن ایجاد شده 0.2% کربن است. گازها با استفاده از لوله محافظ (شکل ۲ را ببینید)، از یک فضای حلقوی عبور می‌کنند و اکسایش نیتروژن منوکسید به نیتروژن دی‌اکسید به وسیله منگنز دی‌اکسید جذب شده، از این عمل جلوگیری می‌شود.

۵-۵ کنترل کننده سرعت جریان اکسیژن، یک شیر کاهش دهنده روی سیلندر اکسیژن همراه با یک شیر سوزنی و جریان سنج کوچک قادر به اندازه‌گیری جریان تا 100 ml/min که بلافاصله قبل از خط تخلیص قرار داده شده، معمولاً مناسب است. یک دستگاه ایجاد حباب متصل شده به سر خروجی برای نشان دادن سرعت جریان اکسیژن می‌تواند مفید باشد.

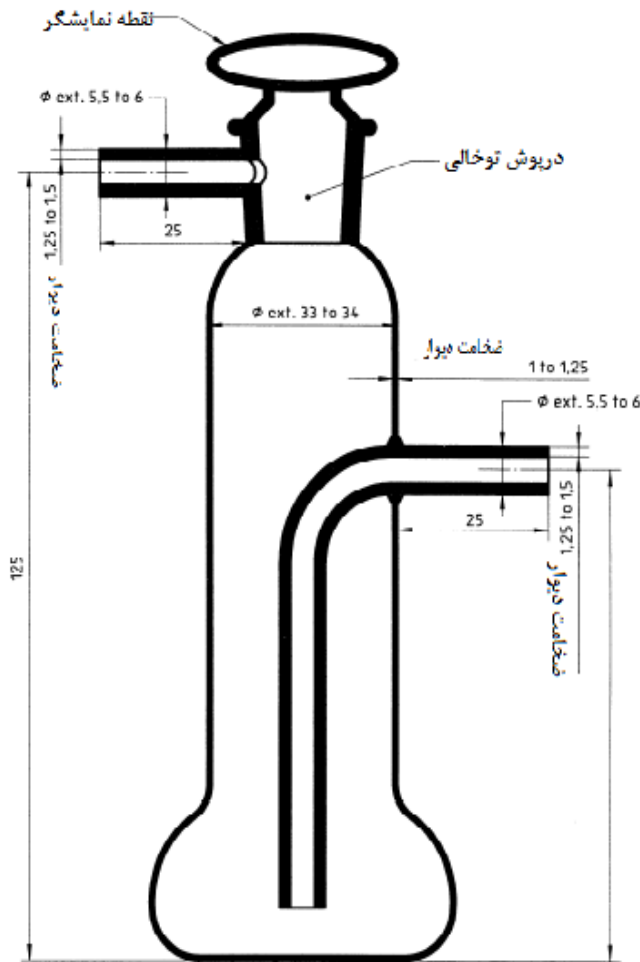
۶-۵ درپوش مقاوم به حرارت، از جنس اکریلونیتریل یا کلروپرن برای اتصال خط جذب به لوله احتراق

۷-۵ لوله توری مسی، برای حبس کردن واکنشگرها در قسمت‌های مناسب لوله احتراق (بند ۵-۳-۲). توری مسی را درون لوله‌هایی با طول 10 mm و قطر کافی برای اطمینان از اتصال مناسب در لوله احتراق قرار دهید.

۸-۵ توری مسی مارپیچی، یک سیم مسی محکم با یک گیره برای سهولت برداشتن از لوله احتراق (بند ۵-۳-۲) از میان آن عبور می‌کند.

۹-۵ لوله توری نقره، برای جذب کلر، توری نقره‌ای خالص (بند ۴-۷) را برای تشکیل یک تویی به طول 100 mm و قطر کافی برای اطمینان از پرکردن مناسب لوله احتراق لوله کنید. یک سیم نقره‌ای خالص محکم از میان مرکز لوله برای سهولت خارج کردن از لوله عبور داده می‌شود.

۱۰-۵ میله مقاوم به حرارت، با ضخامت حدود 2.5 mm و طول 500 mm ، با انتهای خمیده برای قرارگیری ناوک در موقعیت صحیح در لوله احتراق و انتقال ناوک مورد استفاده از لوله احتراق روی صفحه دیرگداز صلب



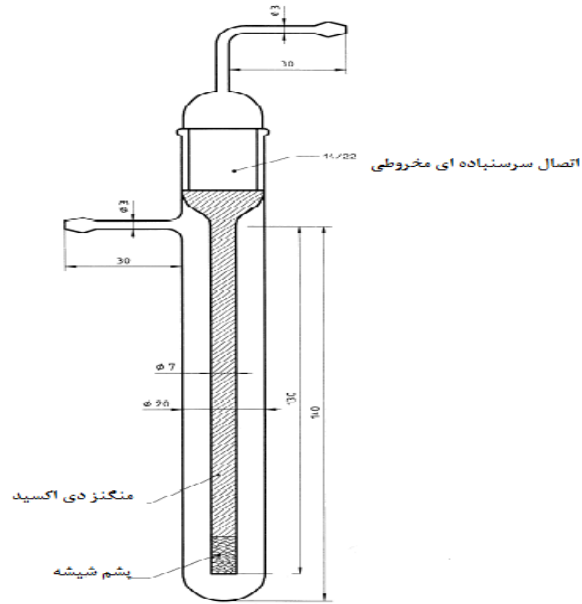
شکل ۱-لوله میدوال

۶ آماده سازی دستگاه

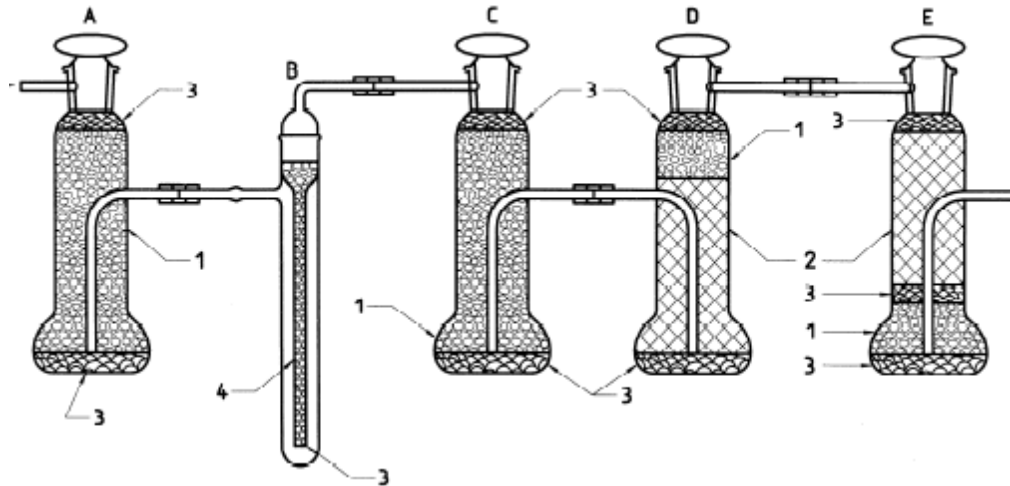
۶-۱ آماده سازی لوله احتراق

برای لوله احتراقی با طول 1.25 mm و قطر 12 mm تا 15 mm ، ترتیب فواصل به صورت زیر مناسب است:

- فاصله 10 mm برای درپوش لاستیکی؛
- فاصله 300 mm برای جلو و عقب بردن کوره نسبت به محل ناوک؛
- فاصله 80 mm اشغال شده به وسیله توری مسی مارپیچی (بند ۵-۸)؛
- فاصله 70 mm برای ناوک احتراق (بند ۳-۳)؛
- فاصله 50 mm برای جلوگیری از گرم شدن سریع قسمت جلوی ناوک؛
- فاصله 10 mm اشغال شده به وسیله لوله توپی توری مسی (بند ۵-۷)؛



شکل ۲- لوله محافظ



- 1 منیزیم پرکلرات، با اندازه ۱/۲ mm تا ۰/۷ mm
 - 2 سدیم هیدروکسید (بند ۲-۴ را ببینید) با اندازه ۱/۲ mm تا ۰/۷ mm
 - 3 پشم شیشه
 - 4 منگنز دی اکسید
 - 5 ورودی
- یادآوری- در این شکل جاذب کربن دی اکسید دوم اختیاری، E، نشان داده شده است.

شکل ۳- خط جذب

- فاصله ۴۵۰ mm اشغال شده به وسیله مس اکسید (بند ۴-۵)؛
- فاصله ۱۰ mm اشغال شده به وسیله لوله توپی توری مسی (یادآوری را ببینید)؛
- فاصله ۱۰۰ mm اشغال شده به وسیله سرب کرمات (بند ۴-۶)؛
- فاصله ۱۰ mm اشغال شده به وسیله لوله توپی توری مسی؛
- فاصله ۱۰۰ mm اشغال شده به وسیله توری نقره‌ای خالص (بند ۵-۹)؛
- فاصله ۵۰ mm ، با قسمتی از لوله پیچیده شده روی قسمت خارجی با فیبر معدنی برای جلوگیری از تراکم آب درونی؛

- فاصله ۱۰ mm برای درپوش مقاوم به حرارت (بند ۵-۶)؛
ترتیب فواصل در شکل ۴ نشان داده شده است.

یادآوری - توری مسی ماریچی و لوله‌ای در طی حرارت دادن اولیه در جریانی از اکسیژن، اکسید می‌شوند.

۲-۶ تثبیت شرایط لوله احتراق

قبل از شروع اندازه‌گیری با لوله احتراق تازه پر شده، کل لوله را در طول آن در حالی که جریان اکسیژن خالص شده با سرعت ۱۲ ml/min از آن عبور می‌کند، حرارت دهید. حرارت دادن باید به مدت ۳ ساعت با کوره شماره ۱ در دمای 925°C ، کوره شماره ۲ در دمای 800°C و کوره شماره ۳ شامل قسمتی که با سرب کرومات و توری نقره خالص پر شده در دمای حدود 500°C ادامه یابد. فضای خالی مجاور به انتهای خروجی لوله باید به نحوی گرم شود که درپوش لاستیکی نسوزد و از تراکم بخار آب نیز جلوگیری شود.

۳-۶ تثبیت شرایط خط جذب

خط جذب را به دستگاه وصل کنید و کورها را به مدت ۲۰ دقیقه با عبور اکسیژن خالص از سه کوره در دمای کاری آن‌ها پاک کنید. اتصال جذب کننده‌های A و D (E اگر از آن استفاده شده) (شکل ۳ را ببینید) را از خط جذب قطع کنید. بازوهای جانبی را درز بندی کرده (با درهای لاستیکی بسته)، شیرها را ببندید و صبر کنید تا آن‌ها تا دمای اتاق در یک محفظه بدون جریان هوا سرد شوند. هر یک از واحدهای جذب کننده را با یک پارچه تمیز بدون پرز خشک کنید، درهای لاستیکی (درزبندی) بازوهای جانبی را جدا کنید و هر یک از واحدهای جذب کننده را با حداقل جابجایی توزین کنید. مجدداً خط جذب را به لوله احتراق وصل کنید و شیرها را باز کنید. برای اطمینان از این که ورودی لوله جذب آب از خط جذب با انتهای داخلی درپوش لاستیکی در لوله احتراق هم سطح باشد و انتهای اتصالات با استفاده از لوله‌های لاستیکی به عنوان درزبند به هم نزدیک باشند، مراقبت ویژه به عمل آورید. بعد از آن که خط جذب به مدت دو ساعت به دستگاه وصل بود واحدهای جذب A و D (E) در صورت استفاده) را جدا کرده و آن‌ها را مانند قبل با احتیاط وزن کنید. در صورتی که اختلاف وزن هر یک از واحدهای جذب با وزن قبلی کمتر از 0.005 g باشد، دستگاه برای استفاده آماده است.

یادآوری - تحت شرایط مشخص رطوبت، پاک کردن واحدهای جذب کننده با پارچه ممکن است تولید بار ایستا کند که در صورت قابل ملاحظه بودن روی توزین اثر می‌گذارد بنابراین توصیه می‌شود حذف بارها در نظر گرفته شود.

۷ آماده‌سازی نمونه آزمون

نمونه آزمون را برای تجزیه کلی مطابق با استاندارد ملی ایران شماره‌های ۷۲۱۴ و ۶۲۱۰ و استاندارد ISO 5069-2 به طور مناسب آماده کنید. اطمینان حاصل کنید که مقدار رطوبت نمونه در تعادل با محیط آزمایشگاه، در معرض آن، است و در صورت لزوم نمونه را به صورت لایه نازکی درآورده تا زمان لازم برای ایجاد تعادل تقریبی بین رطوبت نمونه و آزمایشگاه به حداقل برسد. قبل از شروع اندازه‌گیری، نمونه آزمون را برای حداقل یک دقیقه کاملاً به هم بزنید بهتر است از دستگاه‌های مکانیکی استفاده شود.

بعد از توزین آزمون (بند ۸ را ببینید) اندازه‌گیری مقدار رطوبت را با استفاده از قسمت دیگری از نمونه آزمون مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۷۱۴ و استاندارد ISO 331 و ISO 1015 انجام دهید. قسمت دیگری توصیه می‌شود در صورت نیاز به اندازه‌گیری کربن دی اکسید (ISO 925) کنار گذاشته شود.

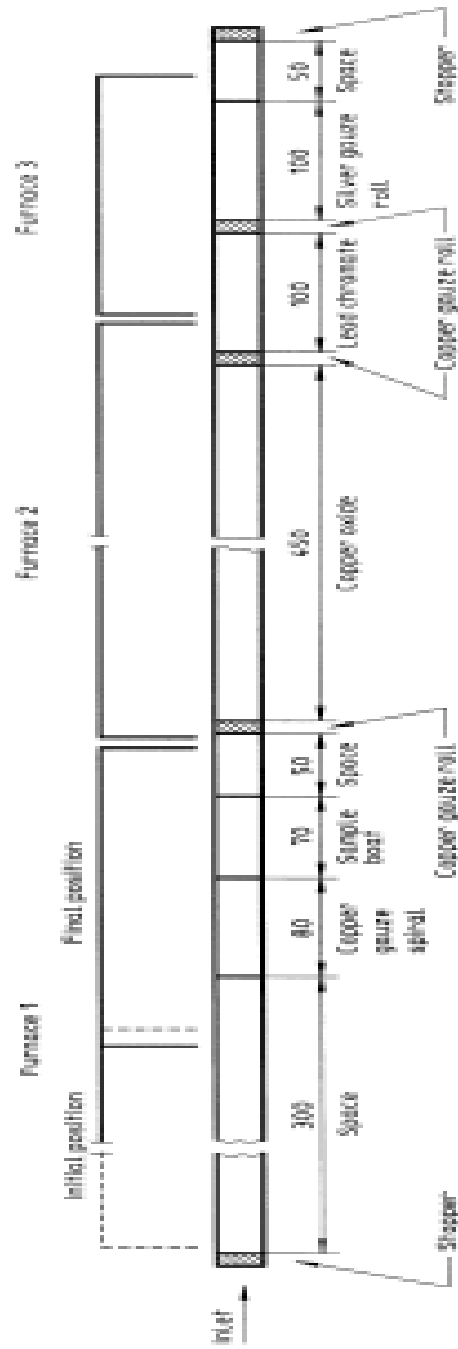
۸ روش انجام آزمون

هنگام شروع اولین اندازه‌گیری روزانه، دمای کوره‌ها (بند ۵-۳-۱) را تا دمای 925°C ، 800°C و 500°C در حال عبور اکسیژن خالص از میان آن با نرخ 12 ml/min به ترتیب افزایش دهید. خط جذب (بند ۵-۴) را متصل کرده و به مدت ۲۰ دقیقه اکسیژن را عبور دهید. خط جذب (بند ۵-۴) را جدا کنید و واحدهای جذب A، D و E را همان طوری که قبلاً در بند ۶-۳ شرح داده شد، وزن کنید. کوره شماره ۱ را خاموش کنید و بگذارید تا خنک شود.

0.2 g تا 0.3 g از نمونه آزمون را به درستی با تقریب 0.1 mg توزین کرده و به طور یکنواخت در کف ناوک احتراق (بند ۵-۳-۳) سرد که قبلاً سوزانده شده پهن کنید. خط جذب توزین شده را به لوله احتراق (بند ۵-۳-۲) همان طوری که در بالا شرح داده شده وصل کنید. ناوک احتراق و توری مسی مارپیچی اکسید شده (بند ۵-۸) را در لوله احتراق در موقعیت مناسب بگذارید، درپوش لاستیکی متصل به خط تخلیص را قرار دهید و اکسیژن خالص را با سرعت 12 ml/min از دستگاه عبور دهید. کوره شماره ۱ را روشن کنید و احتراق را با حرارت دادن توری مس مارپیچی شروع کنید. وقتی که دمای کوره به 800°C رسید، کوره را به تدریج جلو ببرید تا ناوک و محتویات آن را دربرگیرد (یادآوری ۲ را ببینید). به طور مداوم اکسیژن را در کل سیستم در حالی که نمونه در حال احتراق است عبور دهید. این عمل تا زمانی که تمام کربن قابل رویت ناپدید شود (یادآوری ۱ را ببینید) و تا موقعی که دمای قسمت محتوی نمونه لوله احتراق به 925°C برسد، ادامه دهید.

بعد از کامل شدن احتراق، کوره شماره ۱ را خاموش کنید و صبر کنید تا انتهای خروجی لوله احتراق خنک شود و خط جذب را جدا کنید. واحدهای جذب A، D و E را خشک کنید و صبر کنید همان طوری که قبلاً در بند ۶-۳ شرح داده شد خنک شده، سپس وزن کنید.

خاکستر باقی‌مانده در ناوک را به دقت برای کربن نسوخته کنترل کنید. در صورت وجود کربن نسوخته، تعیین مقدار کربن و هیدروژن بی اعتبار است و باید آزمون تکرار شود.



شکل ۴- ترتیب فضای لوله احتراق

از آن جایی که گرمایش خیلی سریع ممکن است منجر به احتراق ناقص شود مراقبت ویژه در طی احتراق زغال قهوه‌ای و لیگنیت به عمل آوریده.

یادآوری ۱- دو ساعت برای احتراق کامل نمونه‌های زغال سنگ و یک ساعت برای احتراق کامل نمونه‌های کک کافی است.
یادآوری ۲- توصیه می‌شود لوله‌های میدوال را که به ویژه برای جذب کربن دی اکسید استفاده می‌شوند، به آهستگی سرد و تا ۶۰ دقیقه قبل از توزین خنک کنید. توصیه می‌شود لوله‌های میدوال هنگامی که به دستگاه متصل نشده‌اند، با بستن شیرها و درزبندی محافظ لوله لاستیک توپی، از آلودگی‌های اتمسفری محافظت شوند. توزین لوله‌های جذب بدون درزبندهای محافظ، بعد از خشک کردن معمول است.

۹ آزمون شاهد

آزمون شاهد را با استفاده از دستورکار یکسان مطابق بند ۸ اما با حذف آزمون انجام دهید.
 در صورتی که افزایش جرم لوله میدوال در طی آزمون شاهد بیشتر از ۰٫۰۰۱ g باشد، محتویات باید دور ریخته شده و لوله دوباره انباشته شود. همچنین در صورتی که در هر زمان افزایش در جرم لوله E از ۰٫۰۵ g بیشتر شد، توصیه می‌شود محتویات لوله دور ریخته شده و لوله دوباره انباشته شود.

۱۰ بیان نتایج

۱-۱۰ مقدار کربن کل

مقدار کربن کل، w_C ، نمونه تجزیه شده را بر حسب درصد جرمی به وسیله فرمول ۱ محاسبه کنید.

$$w_C = 27,29 \times \frac{m_2 - m_3}{m_1} \quad (1)$$

که در آن:

m_1 جرم آزمون بر حسب گرم

m_2 افزایش جرم جذب کننده‌های B و C اندازه‌گیری شده در آزمون بر حسب گرم

m_3 افزایش جرم جذب کننده‌های B و C اندازه‌گیری شده در آزمون شاهد بر حسب گرم (بند ۹ را ببینید)

۲-۱۰ مقدار کربن آلی

مقدار کربن آلی $w_{C,O}$ ، نمونه تجزیه شده (کربن کل منهای کربنات‌های موجود در ماده معدنی) را بر حسب درصد جرمی به وسیله فرمول ۲ محاسبه کنید.

$$w_{C,O} = w_C - 0,2729 w_{CO_2} \quad (2)$$

که در آن:

w_{CO_2} مقدار کربن دی‌اکسید حاصل از کربنات‌های معدنی در نمونه مورد تجزیه (اندازه‌گیری شده مطابق استاندارد

ISO 925) بر حسب درصد جرمی.

۳-۱۰ مقدار هیدروژن کل

مقدار هیدروژن کل، w_H ، در نمونه مورد تجزیه را بر حسب درصد جرمی به وسیله فرمول ۳ محاسبه کنید.

$$w_H = 11,19 \times \frac{m_4 - m_5}{m_1} \quad (3)$$

که در آن:

m_1 جرم آزمون بر حسب گرم؛

m_4 افزایش جرم جذب کننده A اندازه گیری شده در آزمون بر حسب گرم؛

m_5 افزایش جرم جذب کننده های A اندازه گیری شده در آزمون شاهد بر حسب گرم (بند ۹ را ببینید)

۴-۱۰ مقدار هیدروژن کل، کمتر از رطوبت موجود

مقدار هیدروژن کل، کمتر از مقدار موجود بر حسب رطوبت، w_H ، (هیدروژن آلی به علاوه هیدروژن موجود در آب سازنده مواد معدنی) نمونه مورد تجزیه را بر حسب درصد جرمی به وسیله فرمول ۴ محاسبه کنید.

$$w_{H_1} = w_H - 0,1119M \quad (4)$$

که در آن:

M مقدار رطوبت در نمونه مورد تجزیه بر حسب درصد جرمی.

۵-۱۰ اطلاعات اضافی

به دست آوردن ضرایب مورد استفاده در محاسبات بند ۱-۱۰ تا ۴-۱۰ در پیوست الف شرح داده شده است. نتایج را بر حسب میانگین اندازه گیری تکراری با تقریب ٪ ۰٫۱ کسر جرمی برای اندازه گیری کربن با تقریب ٪ ۰٫۰۱ کسر جرمی برای اندازه گیری هیدروژن گزارش کنید. نتایج اندازه گیری شرح داده شده در این استاندارد بر اساس خشک شده با هوا گزارش شده اند. محاسبات نتایج بر اساس دیگر در استاندارد ISO 1170 ارایه شده است.

۱۱ دقت

۱-۱۱ حد تکرارپذیری

نتایج اندازه گیری های تکراری انجام شده در زمان های مختلف در یک آزمایشگاه به وسیله یک آزمون گر با استفاده از وسایل یکسان روی قسمت های نماینده برداشته شده از نمونه تجزیه ای یکسان توصیه می شود بیش از مقادیر نشان داده شده در جدول ۱ اختلاف نداشته باشند.

۲-۱۱ اختلاف استاندارد تجدید پذیری

میانگین نتایج اندازه گیری های تکراری انجام شده در هر دو آزمایشگاه روی قسمت های نماینده برداشته شده از نمونه یکسان بعد از مرحله آخر آماده سازی نمونه، توصیه می شود بیش از مقادیر نشان داده شده در جدول ۱ در سطح اطمینان ٪ ۹۵، اختلاف نداشته باشند.

جدول ۱- حد تکرارپذیری و تجدیدپذیری

حداکثر اختلاف قابل قبول بین نتایج (محاسبه شده برای مقدار رطوبت یکسان)		عنصر
اختلاف معیار تجدیدپذیری	حد تکرارپذیری	
٪ ۰٫۵ مقدار مطلق	٪ ۰٫۲۵ مقدار مطلق	کربن
٪ ۰٫۲۵ مقدار مطلق	٪ ۰٫۱۲ مقدار مطلق	هیدروژن

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۱۲ روش آزمون استفاده شده مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۲۶۰۵؛
- ۲-۱۲ تمام اطلاعات لازم برای شناسایی نمونه، آزمایشگاه و تاریخ تجزیه؛
- ۳-۱۲ ذکر هر نکته غیرعادی که در هنگام تعیین مقدار کربن و هیدروژن دیده شده؛
- ۴-۱۲ هر اتفاق غیر عادی مشاهده شده در طول آزمون؛
- ۵-۱۲ هر عملیاتی که در این استاندارد بیان نشده یا هر عمل اختیاری که ممکن است روی نتایج تاثیر داشته باشد.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

استخراج ضرایب مورد استفاده در محاسبات بند ۱۰

الف-۱ کلیات

در این پیوست، جرم‌های اتمی نسبی و جرم‌های مولکولی نسبی به وسیله فرمول شیمیایی در پرانتزهای مربعی نشان داده شده است. جرم‌های اتمی نسبی داده شده در جدول الف-۱ در محاسبات استفاده شده است.

جدول الف-۱

جرم اتمی نسبی	نماد	عنصر
۱۲٫۰۱۱	C	کربن
۱٫۰۰۸	H	هیدروژن
۱۵٫۹۹۹	O	اکسیژن

الف-۲ کربن (بند ۱۰-۱ را ببینید)

درصد کل کربن، w_C ، در نمونه آزمون به وسیله فرمول الف-۱ محاسبه می‌شود.

$$w_C = \frac{[C] \times (m_2 - m_3) \times 100}{[CO_2] \times m_1} \quad (\text{الف-۱})$$

که در آن:

m_1 جرم نمونه بر حسب گرم؛

m_2 افزایش جرم جذب کننده‌های B و C اندازه‌گیری شده در آزمون بر حسب گرم؛

m_3 افزایش جرم جذب کننده‌های B و C اندازه‌گیری شده در آزمون شاهد بر حسب گرم (بند ۹ را ببینید).

در نتیجه:

$$w_C = 27,29 \times \frac{m_2 - m_3}{m_1} \quad (\text{الف-۲})$$

الف-۳ هیدروژن (بند ۱۰-۳ را ببینید)

درصد کل هیدروژن، w_H ، در نمونه آزمون به وسیله فرمول الف-۳ محاسبه می‌شود.

$$w_H = \frac{[H_2] \times (m_4 - m_5) \times 100}{[H_2O] \times m_1}$$

(الف-۳)

که در آن:

m_1 جرم آزمون بر حسب گرم؛

m_4 افزایش جرم جذب کننده A اندازه‌گیری شده در آزمون بر حسب گرم؛

m_5 افزایش جرم جذب کننده‌های A اندازه‌گیری شده در آزمون شاهد بر حسب گرم (بند ۹ را ببینید)

در نتیجه:

$$w_H = 11,19 \times \frac{m_4 - m_5}{m_1}$$

(الف-۴)