



INSO
11616-4
1st.Edition
2017

Identical with
ISO 13317-4:
2014

جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

استاندارد ملی ایران
۱۱۶۱۶-۴

چاپ اول

۱۳۹۵

Iranian National Standardization Organization

تعیین توزیع اندازه ذره به
روش ته‌نشینی گرانشی مایع
قسمت ۴: روش تعادل

**Determination of particle size
distribution by gravitational
liquid sedimentation methods -**

Part 4:

Balance method

ICS: 19.120

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.gov.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.gov.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

« تعیین توزیع اندازه ذره به روش ته‌نشینی گرانشی مایع

قسمت ۴: روش تعادل »

رئیس:

صفوی هیر، سید محسن
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

سمت و/یا محل اشتغال:

مهندس امور CNG- شرکت نفت منطقه اردبیل

دبیر:

زارعی، بابک
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

رئیس اداره اندازه شناسی، اوزان و مقیاس‌ها- اداره کل استاندارد استان
اردبیل

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

حسینی، طاهره
(کارشناسی فیزیک حالت جامد)

کارشناس اداره کل استاندارد استان اردبیل

حسینی، سونا
(کارشناسی ارشد مکانیک)

کارشناس اداره کل استاندارد استان اردبیل

حشمی، مهناز
(کارشناسی فیزیک)

رئیس گروه کمیت‌ها و کالیبراسیون مرکز اندازه شناسی- سازمان ملی
استاندارد ایران

ذکردی، سید مجید
(کارشناسی شیمی محض)

مسئول پژوهنده ارشد- پژوهشگاه صنعت نفت تهران

روحی، غلامحسن
(کارشناسی شیمی)

مسئول آزمایشگاه- آموزش و پرورش استان اردبیل

زاهد، سارا
(کارشناسی ارشد چینه شناسی و فسیل شناسی)

مسئول کنترل کیفی- کارگاه تولیدی شن و ماسه مجرد استان اردبیل

پارچه باف، ایوب
(دکترای شیمی تجزیه)

استادیار- دانشگاه آزاد اسلامی واحد اردبیل

جعفری، حسین
(کارشناسی برق و الکترونیک)

مدیر عامل- شرکت آرتا سنجش آریا استان اردبیل

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

سمت و/یا محل اشتغال:

رئیس اداره استاندارد سازی- اداره کل استاندارد استان اردبیل	شرافتخواه آذری، شهین (کارشناسی ارشد مهندسی صنایع غذایی)
کارشناس اداره کل استاندارد استان تبریز	صابونی، رضا (کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)
عضو مستقل	معاضدی، حبیب (کارشناسی ارشد آموزش زبان انگلیسی)
مدیرکل- استاندارد استان اردبیل	علائی، هاشم (کارشناسی مهندسی کشاورزی)
مدیر تحقیق و توسعه- شرکت زیورآلات کهن ایرانیان (سهامی خاص)	نجف زاده خویی، علی اصغر (دکتری مکانیک)
استادیار- دانشگاه آزاد اسلامی واحد اردبیل	نصیر تبریزی، محمد حسین (دکترای شیمی آلی)
مهندس ارشد CNG- شرکت نفت منطقه اردبیل	محمدی، کریم (کارشناسی ارشد مهندسی برق)
رئیس اداره امور مالی- اداره کل استاندارد استان اردبیل	شمس آذر، خدیجه (کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)
کارشناس استاندارد- شرکت گاز استان اردبیل	معز، بهروز (کارشناسی مهندسی مکانیک)
کارشناس اداره کل استاندارد استان اردبیل	مینایی، مزگان (کارشناسی مهندسی فناوری اطلاعات)
رئیس گروه کمیت‌ها و کالیبراسیون مرکز اندازه شناسی- سازمان ملی استاندارد ایران	ویراستار: حشمتی، مهناز (کارشناسی فیزیک)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
ح	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ نمادها
۳	۵ اصول روش
۴	۶ دستگاه اندازه‌گیری
۶	۷ روش اندازه‌گیری
۶	۱-۷ اندازه‌گیری چگالی
۶	۲-۷ روش آماده سازی سوسپانسیون
۶	۱-۲-۷ محیط پراکنش
۶	۲-۲-۷ سوسپانسیون
۷	۳-۷ اندازه‌گیری
۸	۴-۷ آنالیز داده‌ها
۸	۱-۴-۷ روش تفاضلی
۹	۲-۴-۷ کاهش داده‌ها به روش ماتریس
۱۰	۸ درستی
۱۰	۹ گستره ساینز اندازه‌گیری
۱۱	۱۰ نمایش داده‌ها
۱۲	پیوست الف (آگاهی دهنده) کاهش داده‌ها به روش ماتریس
۱۷	کتاب نامه

پیش‌گفتار

استاندارد « تعیین توزیع اندازه ذره به روش ته‌نشینی گرانشی مایع قسمت ۴: روش تعادل » که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ تهیه و تدوین شده، در سیدوششمین اجلاس کمیته ملی استاندارد اندازه‌شناسی، اوزان و مقیاس‌ها مورخ ۱۳۹۵/۱۱/۲۴ 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 یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط، مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

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

ISO 13317-4:2014 Determination of particle size distribution by gravitational liquid sedimentation methods- Part 4: Balance method



مقدمه

این استاندارد قسمتی از سری استاندارد ملی شماره ۱۳۳۱۷ می‌باشد که با استفاده از جرم ذرات ته‌نشینی شده در یک ترازو، روشی را جهت تعیین توزیع اندازه ذره توصیف می‌کند. این روش بر اساس اندازه‌گیری مستقیم جرم استوار شده و سریعاً توزیع بر اساس - جرم قطر ذره را فراهم می‌کند. این روش از هیچ یک از پارامترهای برازش^۱ استفاده نمی‌کند. نتایج بدست آمده قطرهای استوکس هستند.

به واسطه تعاریف و اصول کلی که در استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۱۶۱۶ آورده شده است تاکید می‌شود که این استاندارد همراه با قسمت های دیگر از مجموعه استانداردهای ملی ایران شماره ۱۱۶۱۶ مطالعه شود.

1- fitting

ح

تعیین توزیع اندازه ذره به روش ته‌نشینی گرانشی مایع قسمت ۴: روش تعادل

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روشی برای تعیین توزیع اندازه ذره بوسیله جرم ذراتی است که در اثر ثقل در مایع ته‌نشین می‌شوند. این روش بر اساس اندازه‌گیری مستقیم جرم بوده و توزیع جرم مربوط به قطر معادل ذره کرووی را نشان می‌دهد. معمولاً روش ته‌نشینی مایع گرانشی در مورد نمونه‌هایی در گستره اندازه $1\mu\text{m}$ تا $100\mu\text{m}$ بکار گرفته می‌شود و شرط ته‌نشینی عدد رینولدز ذره کمتر از 0.25 می‌باشد.

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:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۸۲۰۱: ارائه نتایج دانه بندی قسمت اول: نمایش ترسیمی

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۱۰۰: آماده سازی نمونه- روش‌های پراکنده کردن پودرها در مایعات

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۹۲۲: مواد ذره‌ای- نمونه برداری و تقسیم نمونه برای تعیین خواص

۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۱۶۱۶: تعیین توزیع اندازه ذرات به روش ته‌نشینی گرانشی مایع
قسمت ۱: اصول و رهنمودهای کلی

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، علاوه بر اصطلاحات و تعاریف ارائه شده در استاندارد ۱-۱۱۶۱۶ اصطلاح و تعریف زیر نیز بکار می‌رود.



۳-۱ چگالی ظاهری ذره

apparent particle density

حاصل تقسیم جرم ذره بر حجم اشغال شده که شامل تمام منافذ داخلی هم است، می‌باشد.

۴ نمادها

نمادهای زیر برای اهداف این استاندارد کاربرد دارند.

یکای فرعی	یکا	نماد	کمیت
—	kg	m_l	جرم محیط پاشیدگی
—	kg	m_s	بیشینه مقدار نمونه که با اولین خط برابر است
	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	ρ_s	چگالی ظاهری ذره
	$\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$	ρ_l	چگالی مایع
	kg	M_i	جرم تجمعی برای قطر ذره‌ای که بزرگ‌تر از x_i است
	kg	M_{\max}	جرم کلی ذرات
—	S	t_i, t	و مدت زمان ته‌نشینی برای ذره‌ای که به ترتیب شامل قطر x_i زمان است
—	m	x_i	قطر ذره
	$P_{a.s}$	η	گرانروی مایع
	m	h	فاصله ته‌نشین
	$\text{m} \cdot \text{s}^{-2}$	g	شتاب گرانش
—	بدون بعد	$Q_{3,i}$	توزیع تجمعی با جرم برای ذره دارای قطر x_i
—	kg	G_{t_i}, G_{end}	جرم ته‌نشینی به ترتیب در زمان t_i و t_{end}
—	m	x	قطر ذره که به زمان t مورد نیاز برای طی کردن فاصله h مربوط می‌شود
—	m	x_{\max}	بیشینه قطر ذره
	$\text{m} \cdot \text{s}^{-1}$	$v(x)$	سرعت ته‌نشینی
—	بدون بعد	$g(t, x)$	تابع پاسخ
	m^{-1}	$q_3(x)$	چگالی توزیع بوسیله جرم
	m^{-1}	$q_{3,i}(x)$	چگالی توزیع بوسیله جرم در زمان t_i
—	بدون بعد	$y_i(k)$	پارامتری که بوسیله فرمول (الف-۶) تعریف شده است

۵ اصول روش

این روش بر اساس ذره‌ای که در یک میدان گرانشی ته‌نشینی می‌شود و ذراتی که در شروع به طور یکنواخت پخش شده‌اند، می‌باشد (روش همگن). ارتباط بین سرعت ته‌نشینی v ، که به معنای مدت زمان t مورد نیاز برای ته‌نشینی در فاصله h است، توسط فرمول زیر و طبق قانون استوکس تعریف می‌شود.

$$v = \frac{h}{t} = \frac{(\rho_s - \rho_l) g x^2}{18\eta} \quad (1)$$

با استفاده از فرمول (۱)، قطر استوکس x مستقیماً بدست می‌آید.

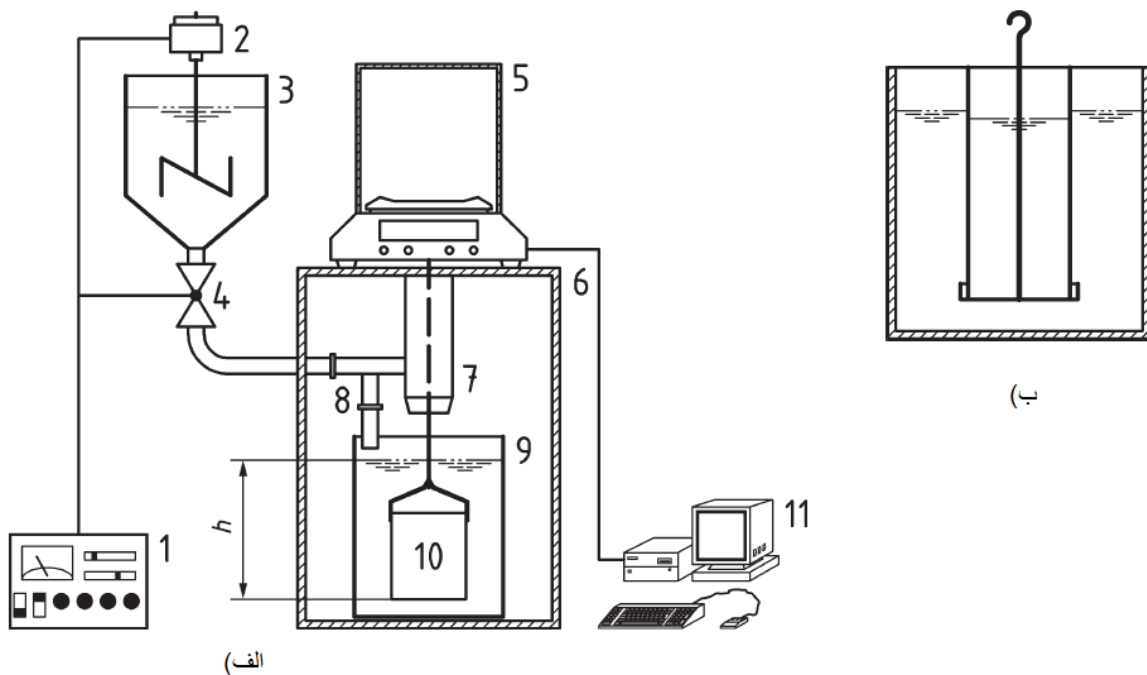
$$x = \sqrt{\frac{18\eta h}{(\rho_s - \rho_l) g t}} \quad (2)$$

فرمول فوق را می‌توان برای اعداد رینولدز ذرات ته‌نشینی کمتر از ۰٫۲۵ بکار برد. تعیین اندازه ذره با ته‌نشینی گرانشی، یک روش تجمعی می‌باشد (به استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۱۶۱۶ مراجعه شود). در این حالت، این روش سرعتی که در آن ذرات جامد از سوسپانسیون در حجم مشخص از ظرف استوانه‌ای در یک فاصله مشخص ته‌نشین می‌شوند را تعیین می‌کند. جرم ذرات ته‌نشین شده در زمان t از مجموع جرم تمام ذرات با قطر بزرگ‌تر از x و تا حدودی از ذرات با قطر کوچک‌تر از x بدست می‌آید. این روش از هیچ پارامترهای برازش برای بدست آوردن توزیع اندازه ذره استفاده نمی‌کند.

۶ دستگاه اندازه‌گیری

۱-۶ دستگاه اندازه‌گیری برای بدست آوردن جرم رسوب

این دستگاه بطور پیوسته هرگونه افزایش جرم ذرات ته‌نشین خارج شده از سوسپانسیون را اندازه می‌گیرد. دستگاه نشان داده شده در شکل (۱-الف) معمولاً شامل یک ظرف ته‌نشینی و یک سیستم اندازه‌گیری جرم است (به منبع شماره ۲ مراجعه شود). شکل شماره (۱-ب) نوع دیگری از سینی ته‌نشین را نشان می‌دهد (به منبع شماره ۳ مراجعه شود). در مورد دستگاه اندازه‌گیری جرم (ترازوی الکترونیکی)، دقت آشکارساز باید حداقل ۱٪ جرم کلی ذرات سینی آشکارساز باشد.



راهنما:

۱	کنترل کننده	۷	لوله ورودی اصلی
۲	همزن	۸	مسیر برگشت ^۱
۳	حمام پراکنش	۹	ظرف ته‌نشینی
۴	شیر	۱۰	سینی آشکارساز
۵	ترازوی الکترونیکی دقیق	۱۱	رایانه شخصی
۶	محفظه دستکش		

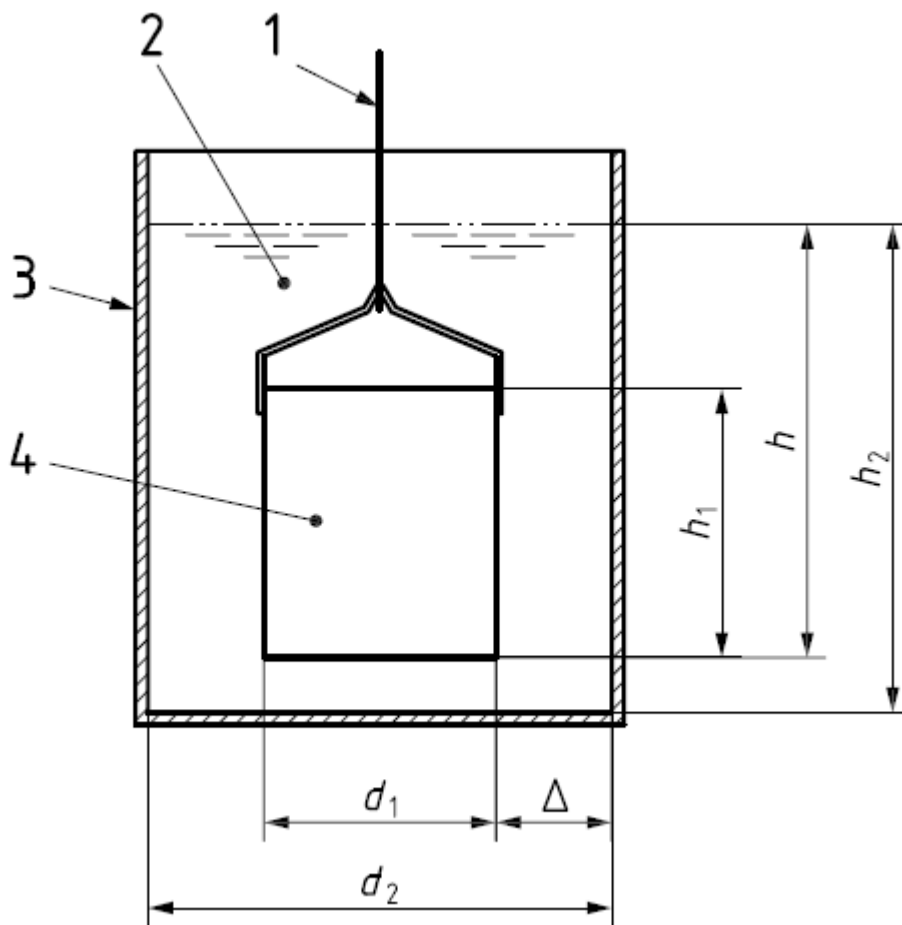
شکل ۱- دستگاه اندازه‌گیری - تعادل ته‌نشینی برای ذرات داخل مایع

۲-۶ حمام ته‌نشینی

یک حمام ته‌نشین معمولی در شکل ۲ نشان داده شده است. سینی آشکارساز دارای یک دیواره کناری استوانه‌ای شکل و فاصله بین دیوار کناری سینی و حمام ته‌نشینی باید تا حد کافی زیاد باشد تا از ارتباط بین آن دو جلوگیری کند. ابعاد سینی در شکل ۲ نشان داده شده است. نسبت‌های زیر بایستی اعمال شوند:

$$- 0,88 < h / d_2 < 1,15, \quad 1,15 < h_2 / d_2 < 1,48;$$

$$- 0,43 < d_1 / d_2 < 0,71, \quad 0,61 < h_1 / d_2 < 0,90$$



راهنما:

۱	سیم نگهدارنده
۲	سوسپانسیون
۳	حمام ته‌نشینی
۴	سینی آشکارساز
h	فاصله ته‌نشینی

شکل ۲- ظرف آشکارساز

۳-۶ حمام پراکنش

در این حمام، ذرات باید قبل از اندازه‌گیری پاشیده شده و حالت پراکنش کنترل شود (به استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۱۰۰ مراجعه شود).

۴-۶ سیستم اندازه‌گیری

شکل ۱ شمایی از سیستم اندازه‌گیری را نشان می‌دهد. با استفاده از یک شیر دارای کنترل زمانی (کلید ۴)، یک ترازوی الکترونیکی دقیق (کلید ۵)، و یک رایانه شخصی (کلید ۱۱)، جرم تجمعی ته‌نشین شده در سینی به طور خودکار ثبت می‌شود.

۷ روش اندازه‌گیری

۱-۷ اندازه‌گیری چگالی

چگالی ظاهری ذره برای شرایط آزمون باید اندازه‌گیری شود (به استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۱۶۱۶ مراجعه شود).

۲-۷ روش آماده سازی سوسپانسیون

یک نمونه معرف طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۱۰۰ باید در محیط پراکنش طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۱۰۰ پاشیده شود.

۱-۲-۷ محیط پراکنش

زمانی که ذرات مورد آزمون بواسطه محیط پراکنش به خوبی پاشیده نشوند، استفاده از یک عامل پراکنش مناسب ضروری است. در این صورت، محیط پراکنش بایستی دارای الزامات زیر باشد.

الف- با توجه به زمان ته‌نشینی، گرانش محیط پراکنش باید در گستره مناسبی قرار بگیرد.

ب- در حین فرآیند ته‌نشینی باید از لختگی و کلوخه شدن ذرات جلوگیری شود.

پ- در محیط پراکنش، حالت جامد باید نامحلول بوده و از لحاظ شیمیایی و هیدرودینامیکی پایدار باشد، همچنین نباید حجم تغییر یابد.

ت- از بکارگیری مایع فرار به عنوان محیط ته‌نشینی جلوگیری شود.

۲-۲-۷ سوسپانسیون

در حمام پراکنش باید مقدار مناسبی از ذرات مورد آزمون، محیط پراکنش و در صورت نیاز، یک حمام پراکنش به خوبی مخلوط شود.

غلظت حجمی ذرات آزمون در محیط پراکنش بایستی کمتر از ۰٫۱٪ باشد. در غلظت‌های حجمی بالاتر، تابع بازدارنده که باعث اثر ته‌نشین بازدارنده شده هیدرودینامیکی است باید در نظر گرفته شود. سرعت ته‌نشینی ذره به صورت فرمول زیر بیان می‌شود:

$$v = \frac{h}{t} = \frac{(p_s - p_l) g x^2}{18\eta} f(\varepsilon) \quad (3)$$

در اینجا $f(\varepsilon)$ ، تابع بازدارندگی ویژه نمونه (به استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۶۱۶ مراجعه شود) بوده و ε همان کسر حجم مایع است که به صورت فرمول زیر بیان می‌شود.

$$\varepsilon = \frac{(1-w) \rho_s}{w \rho_l + (1-w) \rho_s} = 1 - \phi \quad (4)$$

مقادیر ϕ و w به ترتیب کسر حجمی و کسر جرمی ذره هستند.

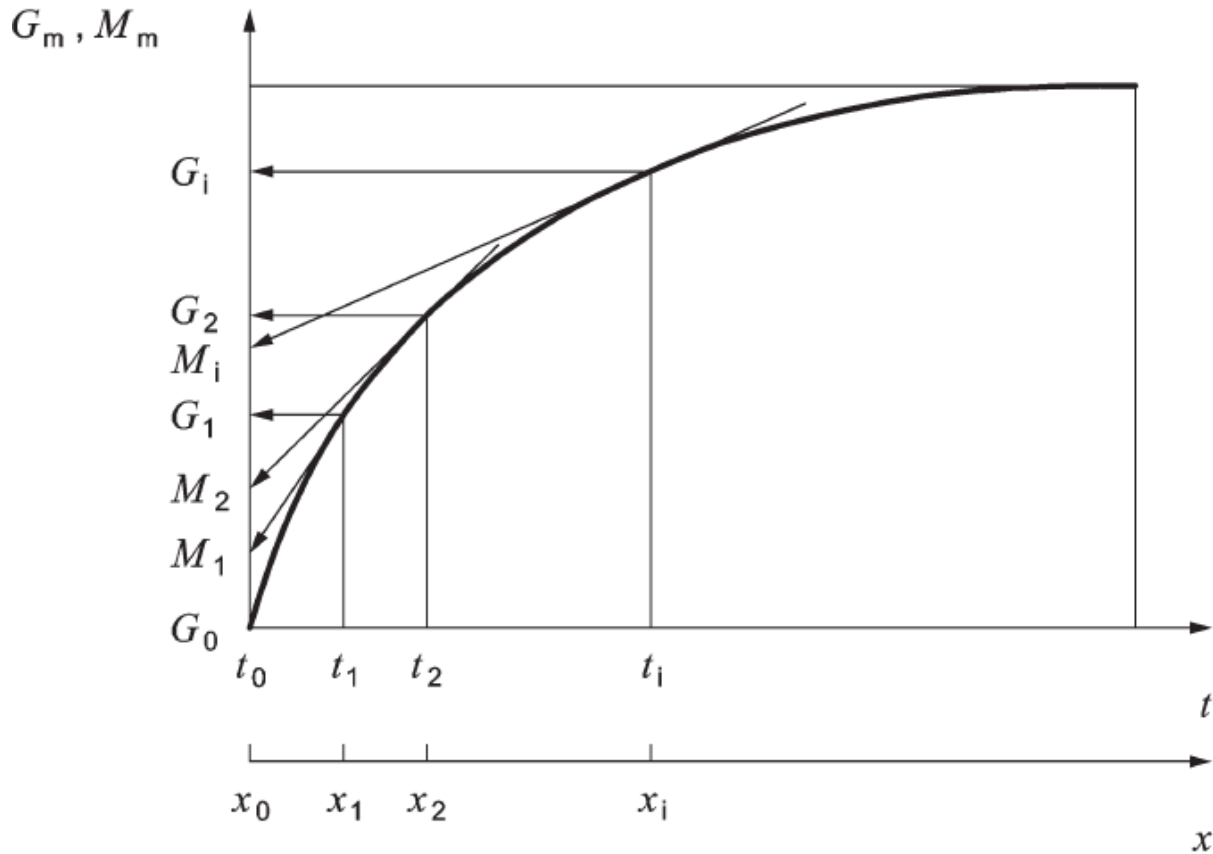
۳-۷ اندازه‌گیری

برای اندازه‌گیری باید روش اجرایی زیر انجام شود.

الف- محیط پراکنش را از قبل آماده نمایید. دمای محیط پراکنش در حین آماده سازی و اندازه‌گیری بایستی ثابت باشد (به پیوست الف مراجعه شود). W گرم از جرم ذره اولیه درون بشر کوچکی ریخته و 10 cm^3 از محیط پراکنش مستقیماً به ذرات مورد آزمون افزوده شود و برای آماده کردن پیش سوسپانسیون به خوبی مخلوط شود. پس از افزودن مقدار مناسب از محیط پراکنش ارتعاش فراصوتی بر روی پیش سوسپانسیون اعمال می‌شود. در پایان باید مقدار لازمی از محیط پراکنش افزوده شده و با سوسپانسیون بخوبی مخلوط شود. پس از بهم زدن سوسپانسیون باید در یک حمام ته‌نشینی قرار داده شده تا اندازه‌گیری شروع شود. باید در طول آماده سازی و تهیه سوسپانسیون در حمام پراکنش، از ایجاد حباب‌های هوا جلوگیری شود.

ب- زمانی که تمام ذرات ته‌نشین شده و جرم ته‌نشینی هیچ افزایشی را نشان نمی‌دهد اندازه‌گیری متوقف می‌شود. در این حالت که مواد ریز در پراکنش معلق می‌شوند، سوسپانسیون با یک لوله^۱ نمونه‌برداری می‌شود. پس از خشک شدن سوسپانسیون، جرم ذرات ریز تعیین می‌شوند.

1- siphon



راهنما:

t	زمان [s]
x	قطر ذره [μm]

۴-۷ آنالیز داده‌ها

شکل ۳ ثبت نوعی^۱ نمایش تعادل افزایش جرم ته‌نشینی با زمان را نشان می‌دهد. این شکل همان منحنی ته‌نشینی $G(t)$ است. در شکل ۳، G_i مقدار جرم در زمان ته‌نشینی t_i و M_i محل تقاطع خط مماس در نقطه (t_i, G_i) منحنی ته‌نشینی است. زمانی که جرم ته‌نشینی به یک مقدار ثابت G_m (به شکل ۳ مراجعه شود) می‌رسد، بیشینه زمان، که به حداقل قطر استوکس مربوط می‌شود، با فرض آنکه تمامی ذرات دارای چگالی ظاهری یکسانی هستند، بدست می‌آید.

۱-۴-۷ روش تفاضلی

الف- زمان‌های ته‌نشینی t_1, t_2, \dots, t_n مربوط به قطرهای x_1, x_2, \dots, x_n با استفاده از فرمول (۱) محاسبه می‌شوند.

$$t_i = \frac{18\eta h}{g(\rho_s - \rho_l)x_i^2} \quad (5)$$

1- typical

که در آن

t_i - زمان ته‌نشینی است (s)؛

h - فاصله ته‌نشینی از سطح آب تا انتهای سینی آشکارساز است (m)؛

η - گرانیوی محیط پراکنش است (pa.s)؛

g - شتاب گرانش است (m/s^2)؛

ρ_s, ρ_l - به ترتیب چگالی‌های ذره و محیط پراکنش هستند ($kg \cdot m^3$)؛

x_i - قطر ذره مرتبط با t_i است (قطر استوکس) (m).

در شرایطی که مقادیر غلظت حجمی بالاتر از ۰/۱٪ باشد، از فرمول‌های (۳) و (۴) استفاده می‌شود.

$$t_i = \frac{18\eta hf(\varepsilon)}{g(\rho_s - \rho_l)x_i^2} \quad (۶)$$

ب- با کمک منحنی تجربی ته‌نشینی، ارتباط بین زمان ته‌نشینی و جرم ته‌نشینی بدست می‌آید (به شکل ۳ مراجعه شود). برای هر کدام از قطر ذرات x_1, x_2 و $x_n \dots$ که با زمان‌های ته‌نشینی t_1, t_2, \dots, t_n مرتبط هستند، یک خط مماس کشیده شده و با برون‌یابی خطوط مماس با محور عرض‌ها، مقادیر تقاطع M_1, M_2, \dots, M_n بدست می‌آید. این مقادیر با توزیع تجمعی جرم برای گروه‌های ذرات دارای قطرهای x_1, x_2 و $x_n \dots$ متناسب هستند.

پ- توزیع تجمعی با استفاده از جرم برای ذره دارای قطر x_i با استفاده از فرمول زیر محاسبه می‌شود.

$$Q_{3,i} = 1 - \frac{M_i}{M_{max}} \quad (۷)$$

که در آن

$Q_{3,i}$ - توزیع تجمعی با استفاده جرم است؛

M_i - جرم تجمعی برای قطر ذره بزرگ‌تر از x_i است؛

M_{max} - جرم کلی ذرات است.

در شرایطی که ذرات کوچک در حمام ته‌نشینی باقی مانده‌اند، جرم ذرات کوچک معلق در حجم استوانه‌ای سینی آشکارساز با استفاده از روش موجود در بند ۷-۳، تعیین می‌شود. جرم ته‌نشینی، مجموع داده‌های نهایی منحنی ته‌نشینی و جرم ذرات باقی مانده در حمام ته‌نشینی است.

۷-۴-۲ کاهش داده‌ها به روش ماتریس

زمانی که جرم‌های ذرات به ترتیب در زمان‌های $t=t$ و $t=t_{end}$ با G_t و G_m نشان داده می‌شوند، می‌توان از فرمول زیر استفاده کرد. [۱]

$$\frac{G_t}{G_m} = \int_0^{x_{\max}} g(t, x) q_3(x) dx \quad (8)$$

مقدار $g(t, x)$ به صورت زیر بیان می شود

$$g(t, x) = \frac{v(x)t}{h} : 0 < x \leq x_e \quad (9)$$

$$g(t, x) = 1 : x_e < x \leq x_{\max} \quad (10)$$

در اینجا، h فاصله ته نشینی و x_e قطر ذره ای است که برای طی کردن فاصله ته نشینی h ، به زمان t نیاز دارد. x_{\max} بیشینه قطر ذره، $v(x)$ سرعت ته نشینی یک ذره با قطر x می باشد.

با استفاده از فرمول (۸) برای هر محدوده از اندازه ذره، یک ماتریس بدست می آید. توزیع اندازه ذره $q_3(x)$ از طریق حل ماتریس به روش تکراری بدست می آید.

۸ درستی

بیشینه جرم تئوری ته نشین G_m با استفاده از فرمول ۱۱ بدست می آید.

$$G_m = W \frac{v_1}{v} \frac{\rho_s - \rho_1}{\rho_1} \quad (11)$$

که، W جرم اولیه ذره با حجم v و v_1 حجم سینی آشکارساز از سطح مایع تا ته سینی می باشد. به دلیل عدم قطعیت چگالی ظاهری ذره، عدم قطعیت جرم تئوری ته نشینی با فرمول ۱۲ برآورد می شود.

$$G_m = \sqrt{\left(\frac{\partial G_m}{\partial \rho_s} \Delta \rho_s\right)^2 \Delta} = \sqrt{\left(W \frac{v_1}{v} \frac{\rho_1}{\rho_s^2} \Delta \rho_s\right)^2} \quad (12)$$

به دلیل عدم قطعیت چگالی ظاهری ذره، مقدار عدم قطعیت قطر استوکس با استفاده از فرمول ۱۳ بدست می آید.

$$\Delta x = \sqrt{\left(\frac{\partial x}{\partial \rho_s} \Delta \rho_s\right)^2} = \sqrt{\left(\frac{18\eta h}{4gt}\right) \frac{1}{(\rho_s - \rho_1)^3} \Delta \rho_s^2} \quad (13)$$

۹ گستره سایز اندازه گیری

بیشینه و کمینه قطر ذرات $[x_1$ تا x_2 (μm)] بایستی در گستره ای باشد که با فرمول زیر تعیین می شود.

$$x_1 = \sqrt{\frac{18\eta h}{(\rho_s - \rho_1) g t_1}} \quad x_2 = \sqrt{\frac{18\eta h}{(\rho_s - \rho_1) g t_2}} \quad (14)$$

که، t_1 و t_2 به ترتیب بیشینه و کمینه زمان اندازه گیری می باشد.

از طرف دیگر، بیشینه اندازه باید با فرمول (۱۵) محاسبه شود.

$$x_1 \leq 0.25 \frac{\eta}{\rho_1 v} \quad (15)$$

۱۰ نمایش داده‌ها

نتایج اندازه‌گیری باید بر اساس استاندارد ملی ۱-۱۱۶۱۶ مستند شده و شامل اطلاعات زیر باشند:

- ارجاع به شماره این استاندارد ملی مثلاً ۱-۱۱۶۱۶؛

- تاریخ آزمون؛

- شناسه گزارش منحصر بفرد؛

- مشخصات کاربر؛

- نوع دستگاه مورد استفاده؛

- مشخصات نمونه؛

- چگالی ظاهری نمونه؛

- جرم و غلظت نمونه؛

- مایع سوسپانسیون کننده؛

- دما؛

- چگالی مایع؛

- گرانیوی مایع؛

- عامل پراکنش و غلظت آن؛

- روش پراکنش؛

- حجم سوسپانسیون؛

- بیشینه و کمینه زمان؛

داده‌ها را می‌توان با یک شکل نشان داد که در آن محور طول‌ها نمایانگر قطر معادل ذره و محور عرض‌ها نمایانگر توزیع تجمعی است.

پیوست الف
(آگاهی دهنده)

کاهش داده‌ها به روش ماتریس

الف-۱ شرایط تجربی

الف- برای جلوگیری از شارژ همرفتی ناشی از اختلاف چگالی مایع و درک خواص دقیق مواد طبق فرمول (۱)، کنترل دما ضروری است. کنترل دما بایستی دمای اندازه‌گیری $K \pm 1$ را تضمین کند. تغییر دما با زمان بایستی کمتر از $0.5 K/min$ باشد.

ب- از هر گونه ارتعاش و جریان هوا در محل اندازه‌گیری دستگاه باید جلوگیری شود.

الف-۲ کاهش داده‌ها به روش ماتریس

گاهی اوقات کاهش داده‌ها به روش تفاضلی بر روی منحنی‌های ته‌نشینی منجر به خطاهایی می‌شود که ناشی از پردازش تفاضلی منحنی است. از طرف دیگر، این نوع خطا را می‌توان با کاهش داده‌ها و از طریق روش ماتریس، کاهش داد.

موقعی که جرم ذرات در زمان‌های $t=t_{end}$ و $t=t$ به ترتیب با G_m و G_{ti} و نیز فاصله ته‌نشینی با h ، نشان داده می‌شود، بکارگیری فرمول (الف-۱) برقرار می‌شود.

$$\frac{G_{ti}}{G_m} = \int_{x_e}^{x_{max}} q_3(x) dx + \int_0^{x_e} \frac{v(x)t_i}{h} q_3(x) dx \quad (\text{الف-۱})$$

که در آن، x_e قطر ذره‌ای است که برای جابجایی در فاصله ته‌نشینی h به زمان t نیاز دارد. x_{max} بیشینه قطر ذره و $v(x)$ سرعت ته‌نشینی یک ذره با قطر x است.

توزیع اندازه ذره در زمان t_i با $q_{3,i}(x)$ مشخص شده و فرمول (الف-۲) برقرار می‌شود.

$$G(t_i) = G_M \int_0^{x_{max}} g(t_i, x) q_{3,i}(x) dx \quad (i = 1, \dots, n) \quad (\text{الف-۲})$$

$$g(t, x) = \frac{v(x)t}{h} \quad (0 < x \leq x_e) \quad (\text{الف-۳})$$

$$g(t, x) = 1 \quad (x_e < x \leq x_{max}) \quad (\text{الف-۴})$$

با تفکیک فرمول (الف-۲)، فرمول (الف-۵) بدست می‌آید.

$$q_{3,i}^{(k+1)}(x) = \{1 - g(t_i, x)\} q_{3,i-1}^{(k)}(x) + y_i^k g(t_i, x) q_{3,i-1}^{(k)}(x) \quad (\text{الف-۵})$$

که در آن، i نشان دهنده زمان t_i و حرف پسوند بالایی (k) به معنای تعداد تکرار است. $y_i^{(k)}$ طبق فرمول زیر تعریف می‌شود و در هنگام به هم نزدیک شدن نتایج عددی، به سمت همگرایی پیش می‌رود.

$$y_i^{(k)} = \frac{G(t_i)}{G_m \sum_{j=1}^m g(t_i, x_j) q_{3,i}^{(k)}(x_j) \Delta x_j} \quad (\text{الف-۶})$$

که در آن، m اختلاف اندازه ذره و Δx_j همان پهنای اندازه ذره در فاصله z است. حل همگرا را می‌توان با فرض توزیع اولیه اندازه ذره $q_{3,i}^{(0)}(x)$ به روش تکراری بدست آورد. حل همگرا را می‌توان با استفاده از فرمول (الف-۷) بدست آورد.

$$\sum_{j=1}^m |q_{3,i}^{(k+1)}(x_j) - q_{3,i}^{(k)}(x_j)| < \varepsilon \quad (\text{الف-۷})$$

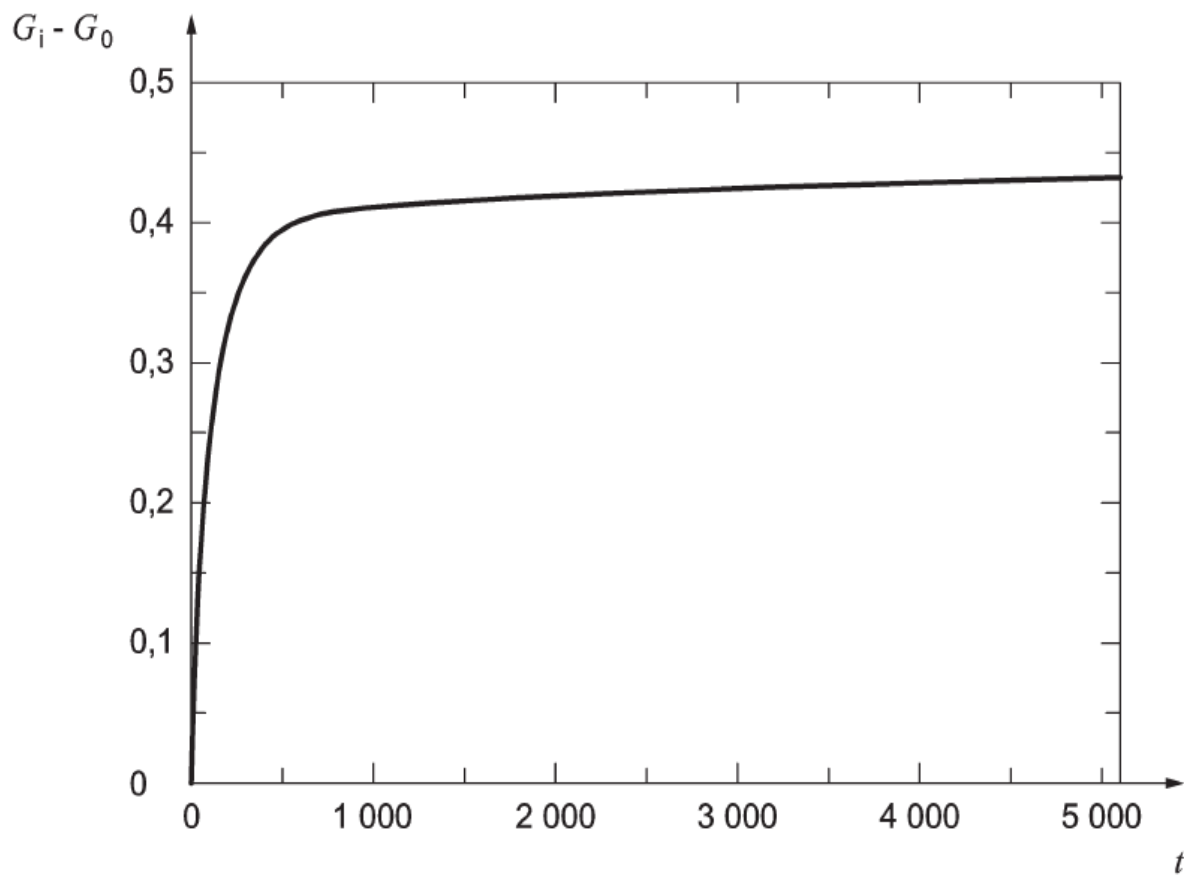
که در آن، ε یک مقدار کوچک برای تعیین معیارهای همگرایی است.

الف-۳ مثالی برای اندازه‌گیری

مثالی از داده‌های جرم ته‌نشینی در شکل الف-۱ و جدول الف-۱ نشان داده شده است. سینی آشکارساز با ابعاد داده شده زیر (به شکل ۲ مراجعه شود) در آزمون استفاده شده است: $d_2 = 70 \text{ mm}$, $d_1 = 39 \text{ mm}$, $h = 80 \text{ mm}$, $h_1 = 62 \text{ mm}$, $h_2 = 104 \text{ mm}$. درستی ترازوی الکترونیکی $\pm 0.1 \text{ mg}$ بود. کاهش داده‌ها بر اساس روش ماتریس صورت گرفت. نتایج اندازه‌گیری دو نوع دیگر ذرات آزمون نیز (JIS No. 2 and 8) در شکل الف-۲ نشان داده شده است.

- ارجاع به شماره این استاندارد ملی؛ INSO ۱۱۶۱۶-۴
- تاریخ آزمون؛ ۲۰۱۱/۱۰/۲۴
- گزارش هر گونه اقدامی که در این آزمون به طور اختصاصی به کار رفته است؛ شماره گزارش: ۱۲۳
- مشخصات کاربر؛ تاکایوکی توپاما
- نوع دستگاه مورد استفاده؛ روش تعادل جرم مایع ته‌نشینی
- شناسه نمونه آزمون و تعداد بهر؛ شیشه تیتانات باریم (۳۰-MBP۳) شماره. B0۳۳۰
- چگالی ظاهری نمونه؛ 4200 kg.m^{-3}
- جرم و غلظت نمونه؛ 2500 g و 0.62 wt \%
- مایع معلق‌ساز؛ مایع تقطیر
- دما؛ 293.15 K
- چگالی مایع؛ 999 kg.m^{-3}
- گرانروی مایع؛ 1.005 mPa.s
- عامل پراکنش و غلظت آن؛ 0.05 wt \% سدیم هگزا متا فسفات $(\text{NaPO}_3)_6$
- روش پراکنش؛ آزمون (ردیاب) مافوق صوتی، 150 W ، 10 min

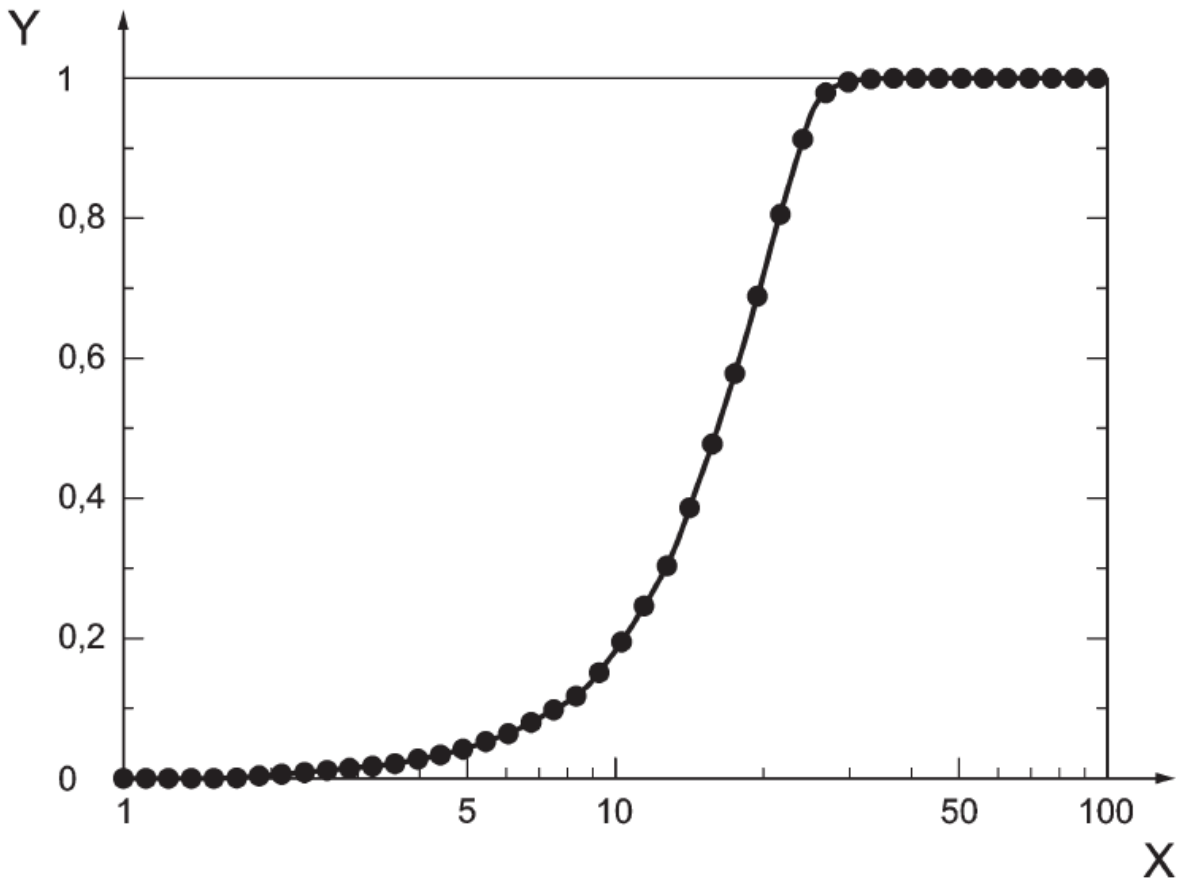
- حجم سوسپانسیون؛ ۴۰۰ cc
- بیشینه و کمینه زمان. ۵۰۰۰ s، 1 s



شکل الف-۱- مثالی از داده‌های منحنی ته‌نشینی

جدول الف-۱- مثالی از داده‌های تعادل جرم مایع ته‌نشینی

$t(s)$	$G_i - G_0 (g)$	$t(s)$	$G_i - G_0 (g)$	$t(s)$	$G_i - G_0 (g)$	$t(s)$	$G_i - G_0 (g)$	$t(s)$	$G_i - G_0 (g)$
1	0,0	34	0,079 6	67	0,162 1	100	0,221 2	2 500	0,422 7
2	0,0	35	0,081 9	68	0,164 4	110	0,235 4	2 600	0,423 1
3	0,0	36	0,084 1	69	0,157 6	120	0,248 3	2 700	0,423 5
4	0,0	37	0,086 3	70	0,168 1	130	0,259 9	2 800	0,423 9
5	0,006 1	38	0,088 5	71	0,170 5	140	0,270 2	2 900	0,424 3
6	0,015 3	39	0,091 3	72	0,172 6	150	0,279 8	3 000	0,424 7
7	0,017 4	40	0,094	73	0,174 6	160	0,287 7	3 100	0,425
8	0,023 2	41	0,096 3	74	0,176 8	170	0,295 8	3 200	0,425 5
9	0,016 7	42	0,099 1	75	0,178 7	180	0,303 4	3 300	0,425 9
10	0,019 3	43	0,101 6	76	0,180 9	190	0,310 1	3 400	0,426 2
11	0,023 8	44	0,104 5	77	0,182 7	200	0,316 3	3 500	0,426 6
12	0,025	45	0,107	78	0,184 7	300	0,358 3	3 600	0,426 9
13	0,027 7	46	0,109 8	79	0,186 3	400	0,380 1	3 700	0,427 3
14	0,029 6	47	0,112 3	80	0,188 2	500	0,393 4	3 800	0,427 6
15	0,031 1	48	0,115	81	0,189 9	600	0,400 4	3 900	0,427 9
16	0,035 1	49	0,114 6	82	0,191 7	700	0,404 1	4 000	0,427 9
17	0,023 9	50	0,120 2	83	0,193 6	800	0,407	4 100	0,428 2
18	0,039 8	51	0,122 7	84	0,195 2	900	0,409 3	4 200	0,428 6
19	0,041 7	52	0,125 5	85	0,197 1	1 000	0,411 2	4 300	0,428 9
20	0,044 4	53	0,127 9	86	0,198 8	1 100	0,413	4 400	0,429 3
21	0,046 8	54	0,130 7	87	0,200 6	1 200	0,414 4	4 500	0,429 6
22	0,048 9	55	0,133 3	88	0,202 2	1 300	0,415 5	4 600	0,43
23	0,051 8	56	0,136 1	89	0,203 9	1 400	0,416 4	4 700	0,430 2
24	0,054 5	57	0,138 6	90	0,205 4	1 500	0,417 4	4 800	0,430 5
25	0,056 8	58	0,141 3	91	0,207	1 600	0,418 1	4 900	0,430 7
26	0,059 5	59	0,143 7	92	0,208 5	1 700	0,418 7	5 000	0,430 8
27	0,061 7	60	0,146 4	93	0,210 1	1 800	0,419 3		
28	0,064 5	61	0,148 6	94	0,211 7	1 900	0,419 9		
29	0,066 9	62	0,151	95	0,213 4	2 000	0,420 5		
30	0,069 7	63	0,153 1	96	0,214 9	2 100	0,421		
31	0,071 9	64	0,155 5	97	0,216 6	2 200	0,421 5		
32	0,074 6	65	0,157 6	98	0,218 1	2 300	0,422		
33	0,077	66	0,16	99	0,219 7	2 400	0,422 4		



راهنما:
X قطر معادل x (μm)
Y توزیع تجمعی با استفاده از جرم $Q_3(x)$ [-]

شکل الف-۲- مثالی از توزیع اندازه ذره که به روش تعادل جرم بدست آمده است

کتاب نامه

- [1] JAPANESE INDUSTRIAL STANDARD. *JIS Z 8822, Determination of particle size distribution by the mass of sediment-particles in liquid*. Japanese Industrial Standard Committee, 2001
- [2] FUKUI K. Investigation about data Reduction and Sedimentation Distance of sedimentation balance Method. *J. Chem. Eng. of Jpn.* 2000, **33** pp. 393-399
- [3] LESCHONSKI K., & ALEX W. *Particle Size Analysis*, Soc. f. Anal. Chem. 9/10, Savile Row, London, 1970, pp. 236-254