



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۱۱۴۹

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

21149

1st. Edition

2016

خصوصیات لجن - اندازه گیری ارزش گرمایی

**Characterization of sludge — Determination
of calorific value**

ICS:13.030.20

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 پیشنهادات 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 عبار 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

«خصوصیات لجن‌ها - اندازه‌گیری ارزش گرمایی»

رئیس:

جرفی، سهند
(دکتری بهداشت محیط)

دبیر:

پولادزاده، اعظم
(فوق لیسانس شیمی)

سمت و / یا نمایندگی

هیات علمی دانشگاه علوم پزشکی اهواز

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

احمدپور، الهام
(فوق لیسانس مهندسی آب و فاضلاب)

کارشناس پسماند معاونت بهداشت دانشگاه
جندی شاپور

آذریان، علی‌رضا
(فوق لیسانس مهندسی محیط زیست)

کارشناس مسئول سازمان حفاظت محیط
زیست

خلقتی، نوشین
(لیسانس شیمی)

کارشناس

فیلبان، فرشته
(فوق لیسانس مهندسی بهداشت محیط)

کارشناس معاونت بهداشت دانشگاه جندی
شاپور

قمی، متینه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

کشوری، عذرا
(لیسانس شیمی)

کارشناس

کعبی، هلنا
(فوق لیسانس شیمی)

رئیس اداره محیط زیست خوزستان

مهرمولایی، فاطمه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان خوزستان

فهرست مندرجات

| صفحه | عنوان |
|------|--|
| ب | آشنایی با سازمان ملی استاندارد |
| ج | کمیسیون فنی تدوین استاندارد |
| و | پیش‌گفتار |
| | مقدمه |
| ۱ | هدف و دامنه کاربرد ۱ |
| ۱ | مراجع الزامی ۲ |
| ۲ | اصطلاحات و تعاریف ۳ |
| ۲ | اصول آزمون ۴ |
| ۳ | واکنشگرها ۵ |
| ۴ | دستگاه‌ها ۶ |
| ۶ | روش انجام آزمون ۷ |
| ۱۱ | کالیبراسیون ۸ |
| ۱۲ | ارزش گرمایی ناخالص ۹ |
| ۱۴ | محاسبه ارزش گرمایی ۱۰ |
| ۱۵ | دقت ۱۱ |
| ۱۶ | گزارش آزمون ۱۲ |
| ۱۷ | پیوست الف (اطلاعاتی) مثالی از یک گرماسنج |
| ۱۸ | پیوست ب (اطلاعاتی) روند افزایشی دما |
| ۱۹ | پیوست پ (اطلاعاتی) نتایج مقایسه بین آزمایشگاهی |
| ۲۰ | کتاب‌نامه |

پیش گفتار

استاندارد " خصوصیات لجن- اندازه گیری ارزش گرمایی " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط شرکت زرگستر روبینا تهیه و تدوین شده و در نود و چهارمین اجلاس کمیته ملی استاندارد محیط زیست مورخ ۱۳۹۴/۱۱/۱۸ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک 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 می شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های 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.

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

BS EN 15170:2008, Characterization of sludges —Determination of calorific value

مقدمه

این روش یک راه ساده برای ارزیابی سازگاری لجن و محصولات لجن مورد آماده‌سازی به‌وسیله فرایندهای دمایی است. در این استاندارد برخی اصلاحات حرارتی- شیمیایی در نظر گرفته نشده است. جهت توضیحات مفصل روش‌های تجزیه‌ای و زمینه تئوری استانداردهای ISO 1928 یا CEN/TS 14918 را ببینید.

نتیجه حاصل، ارزش گرمایی ناخالص نمونه در حجم ثابت با آب محصولات احتراق و نیز آب حاصل از رطوبت لجن به‌صورت آب مایع است. ارزش گرمایی خالص می‌تواند توسط محاسبه از ارزش گرمایی ناخالص بدست آید، به همین دلیل یا مقدار هیدروژن لجن و یا مقدار آب موجود در آزمون احتراق باید تعیین شود.

لجن‌ها معمولاً حاوی آب زیاد و جامدات (غیرقابل اشتعال) هستند. بنابراین ارزش گرمایی آن‌ها "خصوصاً به همان شکلی که دریافت می‌شوند" بسیار کم است. برای بسیاری اهداف، تنها تعیین ارزش گرمایی ناخالص کافی است و اندازه‌گیری‌های اضافی برای ارزش گرمایی خالص ضرورت ندارد. در اینجا تنها محاسبه ارزش گرمایی خالص در حجم ثابت جهت محاسبه در فشار ثابت با ارجاع به استانداردهای ISO 1928 یا CEN/TS 14918 توضیح داده می‌شود.

خصوصیات لجن – اندازه‌گیری ارزش گرمایی

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری ارزش گرمایی ناخالص لجن در حجم ثابت و در دمای مرجع °C ۲۵ در یک گرماسنج بمبی^۱ است که به‌وسیله احتراق بنزوئیک اسید مورد تایید، کالیبره شده است.

نتیجه حاصل، ارزش گرمایی ناخالص نمونه در حجم ثابت با آب محصولات احتراق و نیز آب حاصل از رطوبت لجن به‌صورت آب مایع است. در عمل، لجن‌ها در فشار اتمسفری ثابت می‌سوزند و آب تغلیظ نمی‌شود اما به‌صورت بخار همراه با گازهای دودکش حذف می‌شود. تحت این شرایط گرمای موثر حاصل از احتراق مورد استفاده، ارزش گرمایی خالص سوخت در فشار ثابت است. در این استاندارد ارزش گرمایی خالص در حجم ثابت توضیح داده می‌شود چون به اندازه‌گیری‌های اضافی کمتری نیاز دارد. این استاندارد برای همه نوع لجن 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. درمورد 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 کاربرد این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۴۸، دماسنج‌های ساقه بی غلاف کالری سنجی

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۴۹، دماسنج‌های غلاف‌دار کالری سنجی

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۵۵، دماسنج‌های غلاف دار برای کاربرد عام

2-4 ISO 1770, Solid-stem general purpose thermometers

2-5 EN 12832:1999, Characterization of sludges — Utilization and disposal of sludges — Vocabulary

2-6 EN 12880, Characterization of sludges — Determination of dry residue and water content

2-7 EN ISO 16720, Soil quality — Pretreatment of samples by freeze-drying for subsequent analysis (ISO16720:2005)

^۱ 1-Bomb calorimeter

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد علاوه بر اصطلاحات و تعاریف تعیین شده در استاندارد EN 12832:1999، اصطلاحات و تعاریف زیر نیز به کار می رود:

۱-۳

ارزش گرمایی ناخالص (در حجم ثابت)

مقدار مطلق انرژی ویژه احتراق، بر حسب ژول، برای واحد جرم لجن جامد سوخته شده در اکسیژن موجود در بمب گرماسنج تحت شرایط مشخص. محصولات احتراق شامل گازهای اکسیژن، نیتروژن، کربن دی اکسید و گوگرد دی اکسید حاصل از آب مایع (در تعادل با بخار خود) اشباع شده با کربن دی اکسید تحت شرایط واکنش بمب، حاصل از خاکستر جامد و همه در دمای مرجع در نظر گرفته شده‌اند.

۲-۳

ارزش گرمایی خالص (در حجم ثابت)

مقدار مطلق انرژی ویژه احتراق، بر حسب ژول، برای واحد جرم لجن جامد سوخته شده در اکسیژن تحت شرایط حجم ثابت و این چنین همه آب محصولات واکنش به صورت بخار آب (در حالت فرضی در فشار 0.1 MPa) باقی می‌مانند. محصولات دیگر مطابق ارزش گرمایی ناخالص بوده و همه در دمای مرجع هستند.

۳-۳

ارزش گرمایی خالص (در فشار ثابت)

مقدار مطلق انرژی ویژه احتراق، بر حسب ژول، برای واحد جرم لجن جامد سوخته شده در اکسیژن در فشار ثابت. تحت چنین شرایطی که همه آب محصولات واکنش به صورت بخار آب (در حالت فرضی در فشار 0.1 MPa) باقی می‌مانند، بقیه محصولات مطابق ارزش گرمایی ناخالص بوده و همه در دمای مرجع هستند.

۴-۳

افزایش دمای تصحیح شده

تغییر در دمای گرماسنج منحصرًا توسط فرایندهایی که درون بمب احتراق اتفاق می‌افتد، ایجاد می‌شود. این افزایش دمای مشاهده شده کل برای مبدل‌های حرارتی، توان هم‌زن و غیره تصحیح می‌شود.

۴ اصول آزمون

۴-۱ ارزش گرمایی ناخالص

بخش توزین شده نمونه آنالیز لجن جامد در اکسیژن با فشار بالا در یک گرماسنج بمبی تحت شرایط مشخص می‌سوزد. در آزمایشات کالیبراسیون ظرفیت گرمایی موثر گرماسنج توسط احتراق بنزوئیک اسید

مورد تایید تحت شرایط ذکر شده در گواهینامه تعیین می‌شود. افزایش دمای تصحیح شده، حاصل از مشاهدات دما، قبل، در طول و پس از واکنش احتراق تعیین می‌شود. مدت زمان و دفعات مشاهدات دما به نوع گرماسنج مورد استفاده وابسته است. در ابتدا آب به بمب اضافه می‌شود تا فاز بخار اشباع شده قبل از احتراق ایجاد شود. در نتیجه همه آب تشکیل شده، حاصل از هیدروژن و رطوبت درون نمونه، به‌عنوان آب مایع در نظر گرفته می‌شود.

ارزش گرمایی ناخالص به‌وسیله افزایش دمای تصحیح شده و ظرفیت گرمایی موثر گرماسنج نیز با استفاده از سهم‌های حاصل از انرژی جرقه، احتراق فتیله^۱ (ها) و اثرات دمایی ناشی از واکنش‌های جانبی مانند تشکیل نیتریک اسید محاسبه می‌شود. بنابراین یک تصحیح جهت محاسبه تفاوت انرژی بین محلول آبی سولفوریک اسید تشکیل شده در بمب واکنش و گوگرد دی اکسید گازی (یعنی محصول واکنش گوگرد مورد نیاز در لجن) بکار می‌رود. چون مقدار کلرید در اغلب لجن‌ها معمولاً کم است، می‌توان از اثر انرژی مربوطه بین محلول آبی و گازی هیدروکلریک اسید چشم‌پوشی کرد.

۴-۲ ارزش گرمایی خالص

ارزش گرمایی خالص در حجم ثابت لجن توسط محاسبه از ارزش گرمایی ناخالص تعیین شده در حجم ثابت بر روی نمونه آنالیز به‌دست می‌آید. محاسبه ارزش گرمایی خالص در حجم ثابت نیازمند اطلاعاتی درباره رطوبت و مقادیر هیدروژن نمونه آنالیز است. در اصل، محاسبه ارزش گرمایی خالص در فشار ثابت نیز نیازمند اطلاعاتی درباره محتوای نیتروژن و اکسیژن نمونه است.

یادآوری- تفاوت اصلی بین ارزش گرمایی خالص و ناخالص مربوط به حالت فیزیکی آب در محصولات واکنش است.

۵ واکنشگرها

۵-۱ اکسیژن، در فشار بالا تا ۳ MPa مناسب برای پرکردن بمب، با درجه خلوص حداقل ۹۹٫۵ درصد (حجمی - حجمی) و عاری از ماده قابل اشتعال

یادآوری- اکسیژن تهیه شده توسط فرایند الکترولیز ممکن است شامل ۴ درصد (حجمی - حجمی) هیدروژن باشد.

۵-۲ فتیله

۵-۲-۱ سیم جرقه، از جنس نیکل- کروم با قطر ۰٫۱۶ mm تا ۰٫۲۰ mm، از جنس پلاتین با قطر ۰٫۰۵ تا ۰٫۱۰ mm یا از جنس سیم رسانای مناسب دیگر با رفتار حرارتی مشخص در طی احتراق.

۵-۲-۲ فتیله پنبه، از جنس پنبه سلولزی سفید یا معادل آن، در صورت نیاز.

لازم است که از یک فتیله با قسمت و طول یکسان هم در مرحله کالیبراسیون و هم در اندازه‌گیری استفاده شود.

۳-۵ کمک کننده‌های احتراق، با ارزش گرمایی ناخالص مشخص، ترکیب و خلوص مانند بنزوییک اسید، دودکان نرمال، روغن پارافین، کیسه یا کیسول‌های احتراق ممکن است استفاده شود.

۴-۵ بنزوییک اسید، با کیفیت گرماسنجی استاندارد که توسط یک کارشناس استانداردسازی مشخص تایید شده یا از طریق گواهینامه‌ای به راحتی قابل جستجو باشد. بنزوییک اسید به شکل قرص می‌سوزد. علاوه بر نیاز به قالب گیری به شکل قرص، معمولاً بدون خشک کردن یا هرگونه آماده‌سازی قابل استفاده می‌باشد.

۶ دستگاه

۱-۶ کلیات

گرماسنج (مثال نوعی در پیوست الف را ببینید) شامل یک بمب احتراق سوار شده است. ظرف گرماسنج (با یا بدون درپوش)، همزن گرماسنج، آب، حسگر دما و سیم‌ها با اتصالاتی درون ظرف گرماسنج برای جرقه (اشتعال) نمونه یا بعنوان بخش اندازه‌گیری دما یا مدارهای کنترل مورد نیاز هستند. در طول اندازه‌گیری‌ها، گرماسنج در یک دمای محصور شده است. شیوه‌ای که براساس آن دمای دمپا کنترل می‌شود اصول کاری دستگاه و در نتیجه سیاست مربوط به ارزیابی افزایش دمای تصحیح شده را تعریف می‌کند. در دستگاه‌های گرماسنجی احتراق با درجه بالای خودکار بودن، بویژه در ارزیابی نتایج، گرماسنج در موارد اندکی به خوبی گرماسنج‌های سنتی از نوع کلاسیک تعریف نشده است. به هر حال استفاده از چنین گرماسنج خودکاری در دامنه کاربرد استاندارد است به شرطی که الزامات اساسی با توجه به شرایط کالیبراسیون، مقایسه بین کالیبراسیون و آزمایشات سوخت، نسبت جرم نمونه به حجم بمب، فشار اکسیژن، مایع بمب، دمای مرجع اندازه‌گیری‌ها و تکرارپذیری نتایج برآورده شود. چاپ برخی پارامترهای مشخص حاصل از اندازه‌گیری‌های منفرد ضروری است.

۲-۶ گرماسنج با دمپا^۱

۱-۲-۶ بمب احتراق، قادر است فشار ایجاد شده در طی احتراق را بطور ایمن تحمل کند. طراحی بمب به گونه‌ای است که بازیابی کامل همه محصولات مایع را امکان پذیر می‌سازد. مواد ساختمان بمب، در برابر خوردگی حاصل از اسیدهای تولید شده در احتراق لجن‌ها مقاوم است. حجم داخلی مناسب بمب باید از ۲۵۰ ml تا ۳۵۰ ml باشد.

۲-۲-۶ ظرف گرماسنج، از جنس فلز، دارای سطح بسیار پولیش داده شده در سطح خارجی و قادر به نگهداری مقدار کافی آب باشد تا سطح صاف فوقانی بمب را در حالی که آب هم می‌خورد، بطور کامل بپوشاند.

1 -Thermostat

۳-۲-۶ همزن، قادر به کار کردن در سرعت ثابت می‌باشد. توصیه می‌شود پره همزن دارای هدایت گرمایی کم و/یا دارای بخشی با جرم کم در زیر پوشش اطراف دماپا باشد تا انتقال حرارت به سیستم یا از سیستم به خارج را به حداقل برساند. این امر در هنگام تماس مستقیم پره همزن با موتور همزن از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است.

۴-۲-۶ دماپا (ژاکت آب)، کاملاً گرماسنج را احاطه می‌کند با فاصله حدوداً ۱۰ mm پر شده از هوا که است گرماسنج و دماپا را از هم جدا می‌کند. جرم آب دماپا در نظر گرفته شده برای عملکرد همدمای باید به اندازه کافی نسبت به اختلالات دمایی نامتعادل ناشی از محیط خارج بزرگ باشد. توصیه می‌شود دماپا از طریق آزمون در گستره $272,9 \pm 0,9$ °C یا بهتر کنترل شود.

۵-۲-۶ دستگاه اندازه‌گیری دما، قادر به نمایش دما با دقت حداقل $272,999$ °C به گونه‌ای که فواصل دمایی 271 °C تا 270 °C با دقت $272,998$ °C یا بهتر را بتوان اندازه‌گیری کرد. دمای مطلق باید با تقریب $272,9$ °C در دمای مرجع اندازه‌گیری‌های گرماسنجی مشخص شود. توصیه می‌شود وسیله اندازه‌گیری دما خطی باشد یا در پاسخش نسبت به تغییرات دمایی در سرتاسر فاصله مورد استفاده خطی شود.

به‌عنوان جایگزین دماسنج‌های جیوه‌ای مرسوم، حسگرهای دمایی مناسب مانند دماسنج‌های مقاومتی پلاتینی، مقاومت گرمایی‌ها، ارتعاش دهنده‌های کریستالی از جنس کوارتز و غیره هستند. دماسنج‌های جیوه‌ای باید مطابق استانداردهای ملی ایران شماره ۱۳۴۸، ۱۳۴۹، ۱۳۵۵ یا استاندارد ISO 1770 باشد. یک نمایشگر با بزرگنمایی حدود ۵ برابر جهت قرائت واضح دما مورد نیاز است. یک ارتعاش دهنده مکانیکی برای ضربه زدن آهسته به دماسنج جهت جلوگیری از چسبیدن ستون جیوه مناسب است. اگر ارتعاش دهنده در دسترس نیست، باید قبل از قرائت دما به دماسنج بطور دستی ضربه زده شود.

۶-۲-۶ مدار جرقه، توصیه می‌شود منبع الکتریکی از ۶ V تا ۱۲ V جریان متناوب از یک مبدل کاهنده ولتاژ باشد. مطلوب است مدار جرقه شامل یک لامپ راهنما در مدار باشد تا عبور جریان را نشان دهد.

۳-۶ بوتله از جنس سیلیکا، نیکل - کروم، پلاتین یا مواد غیر فعال مشابه توصیه می‌شود از بوتله نوع تخت با قطر ۱۵ mm تا ۲۵ mm و عمق حدود ۲۰ mm استفاده کرد. توصیه می‌شود ضخامت بوتله‌های سیلیکاتی حدود ۱,۵ mm و ضخامت بوتله‌های فلزی حدود ۰,۵ mm باشد.

۴-۶ تجهیزات کمکی فشار

۱-۴-۶ تنظیم کننده فشار، جهت کنترل فشار اکسیژن برای پر کردن بمب

۶-۴-۲ سنجه فشار، (برای مثال ۰ MPa تا ۵ MPa) جهت نمایش فشار درون بمب با دقت ۰٫۰۵ MPa

۶-۴-۳ شیر اطمینان یا صفحه انفجار، عمل کننده در فشار ۳٫۵ MPa و نصب شده در مسیر پر شدن جهت جلوگیری از بیش از حد پر شدن بمب

هشدار- تجهیزات برای اکسیژن با فشار بالا باید عاری از روغن و گریس باشد. (گریس در خلا بالا، توصیه شده توسط سازنده می تواند مطابق کتابچه راهنمای عملیاتی دستگاه استفاده شود). سنجه فشار را با سیال هیدروکربن کالیبره یا آزمون نکنید.

۶-۵ زمان سنج، نشان دهنده دقیقه ها و ثانیه ها

۶-۶ ترازوها

۶-۶-۱ ترازو برای توزین نمونه، فتیله و غیره، با دقت حداقل ۰٫۱ mg ؛ ۰٫۰۱ mg ارجح است و هنگامی که نمونه مرتبه ای از ۰٫۵ g یا کمتر است توصیه می شود (بند ۷-۲-۴ را ببینید).

۶-۶-۲ ترازو جهت توزین آب گرماسنج، با دقت ۰٫۵ g (مگر اینکه آب بتواند درون گرماسنج حجمی با درستی لازم توزیع شود)

۶-۶-۷ پرس قرص، قادر به بکارگیری نیرویی حدود ۱۰۰ kN، هیدرولیکی یا مکانیکی و دارای قالب مناسب جهت پرس کردن یک قرص با قطر حدود ۱۳ mm و جرم $(1 \pm 0.1) g$

۷ روش انجام آزمون

۷-۱ کلیات

اندازه گیری گرماسنجی شامل دو عملکرد مجزا تحت شرایط مشخص می باشد.

- احتراق کالیبره کننده (بنزویک اسید)

- احتراق نمونه

در اصل روش کار برای هر دو اندازه گیری یکسان است. در واقع شباهت کلی، یک الزام برای لغو مناسب خطاهای سیستماتیک ایجاد شده است. برای مثال نشت گرمای غیرقابل کنترل که در ارزیابی افزایش دمای تصحیح شده θ به حساب نیامده است.

این اندازه گیری شامل انجام کمی یک واکنش احتراق کامل (در اکسیژن با فشار بالا درون بمب) و اندازه گیری تغییر دمای ایجاد شده توسط روند کلی بمب است. احتراق کالیبره کننده امکان اندازه گیری ظرفیت گرمایی موثر را فراهم می کند.

برخی لجن ها ممکن است بطور مقاوم ناقص بسوزند و باقی مانده هایی حاوی مقادیر قابل توجهی نمونه نسوخته یا دوده باقی بگذارند. یک احتراق تمیز در اغلب موارد می تواند با اضافه کردن مقادیر مشخصی از مواد کمکی (مانند بنزویک اسید، دودکان نرمال یا روغن پارافین) با استفاده از کیسه ها یا کپسول ها یا فتیله پنبه با حذف آب مقطر از بمب یا با استفاده از فشار کمتری از پرکننده اکسیژن بدست آید.

اندازه‌گیری‌های دمای مورد نیاز برای ارزیابی افزایش دمای تصحیح شده θ در طی اندازه‌گیری یک دوره قبلی، یک دوره (واکنش) اصلی و یک دوره بعدی انجام می‌شوند (بند ۷-۷-۳ و پیوست ب را ببینید).

۷-۲ آماده سازی نمونه

۷-۲-۱ باقیمانده خشک نمونه را مطابق استاندارد EN ۱۲۸۸۰ اندازه‌گیری کنید به گونه‌ای که ماده حاصل جرم کافی برای آزمون زیر را داشته باشد. اگر لجن بطور چشمی مرطوب یا حاوی رطوبت بیش از حد باشد آب را (بطور مثال با فشار دادن) تخلیه کنید یا با دقت در دمای حداکثر 40°C خشک کنید یا مطابق استاندارد ایران شماره ۱۳۶۴۸ تحت انجماد خشک کنید. اندازه‌گیری مقدار رطوبت نمونه مورد آنالیز را تکرار کنید.

یادآوری - خشک کردن نمونه‌ها تا مثلاً رطوبت ۵ درصد با صرفه است چون نمونه کمتری باید برای آزمایشات احتراق در مقایسه با نمونه‌های تر توزین شود.

۷-۲-۲ نمونه را به پودری با اندازه ذره حدوداً 0.2 mm اندازه اسمی آسیاب کنید.

۷-۲-۳ نمونه باید بخوبی مخلوط شود و در تعادل رطوبت مناسب با اتمسفر آزمایشگاه باشد. مقدار رطوبت باید جهت اندازه‌گیری ارزش گرمایی بطور همزمان با توزین نمونه‌ها تعیین شود یا نمونه باید در یک نگهدارنده کوچکی که بطور مناسب بسته شده نگهداری شود تا آنالیزهای رطوبت انجام شده و اصلاحات مناسب برای رطوبت موجود در نمونه مورد آنالیز امکان پذیر شود.

آزمایشات کالیبراسیون افزایش دمای حدود 271°C تا 270°C (بسته به نوع گرماسنج، بند ۸ را ببینید) ارائه می‌دهد، به منظور داشتن گستره افزایش دمای یکسان برای احتراق نمونه‌ها، توصیه می‌شود جرم آن‌ها جهت اطمینان از این امر کافی باشد. در صورت کم بودن افزایش دما، نمونه را خشک کنید (بند ۷-۲-۱ را ببینید) و/یا جرم نمونه را زیاد کنید و/یا از یک کمک احتراق یا کیسه احتراق استفاده کرده و احتراق را تکرار کنید. در غیر اینصورت صحت اندازه‌گیری‌ها ممکن است ناکافی باشد.

یادآوری ۱ - ارائه جرم‌های نمونه مناسب به دلیل متنوع بودن جامدات و مقادیر رطوبت دشوار است. با این حال یک علامت ارائه شده است. آزمایشات در یک گرماسنج تقریباً هم‌دما، افزایش دمای 272°C را برای یک گرم لجن حاصل از تصفیه خانه فاضلاب شهری ارائه می‌دهد که حاوی حدوداً ۴۵ درصد باقیمانده در جرقه (در دمای 550°C) و حدوداً ۵ درصد رطوبت است. تصور می‌شود که این افزایش دما کافی نباشد بنابراین کمک احتراق برای اندازه‌گیری‌های واقعی اضافه می‌شود.

یادآوری ۲ - دستگاه‌های گرماسنجی خودکار اغلب سیستم‌های اندروید (سیستم‌های بدون سیال) هستند که در آن ظرف گرماسنج، همزن و آب توسط یک بلوک فلزی جایگزین می‌شوند. مشخصاً آن‌ها دارای ظرفیت گرمایی کوچک هستند که منجر به تغییرات بزرگ در دمای گرماسنج و در نتیجه تسهیل اندازه‌گیری θ با دقت نسبتاً بالا می‌شوند. در مقابل، مقادیر بزرگ θ ، خطر مربوط به معرفی خطاهای سیستماتیک را افزایش می‌دهد. در سیستم‌های اندروید، مشکلات دستیابی به دمای یکنواخت سطح گرماسنج در طی احتراق نمونه نیز به خطاهای سیستماتیک اضافه می‌شود. یک اقدام متقابل محدود

کردن جرم نمونه است. در نظر داشته باشید برای نمونه‌های کوچکتر توجه خاصی باید به نماینده بودن آن‌ها داده شود.

۷-۲-۴ قرص را با نیروی مناسب فشار دهید تا یک آزمون فشرده، نشکن و حاوی فتیل‌ه توزین شده ایجاد شود. قرص را با تقریب 0.1 mg توزین کرده و آن را درون بوته قرار دهید. بطور جایگزین لجن زمین را درون بوته قرار دهید و با تقریب 0.1 mg وزن کنید.

۷-۲-۵ دو انتهای سیم جرقه را به الکترودها وصل کرده، مطمئن شوید که سیم جرقه در تماس با لجن است. مقاومت مدار جرقه بمب را بررسی کنید. برای اکثر بمب‌ها توصیه می‌شود که مقاومت اندازه‌گیری شده اتصالات خارجی سر بمب یا بین اتصال دهنده‌ها برای الکترودهای عایق و سر بمب از 5Ω تا 10Ω تجاوز نکند.

۷-۳ آماده‌سازی بمب

۷-۳-۱ بوته را درون تکیه‌گاه آن قرار دهید مطمئن شوید که موقعیت بوته در بمب سوار شده نسبت به دیواره اطراف بمب متقارن باشد.

۷-۳-۲ مقدار مشخصی آب برای مثال $(1 \pm 0.1) \text{ ml}$ به بمب اضافه کنید.

۷-۳-۳ بمب را سوار کنید.

۷-۳-۴ به آرامی بمب را با اکسیژن تا رسیدن به فشار $(3 \pm 0.2) \text{ MPa}$ شارژ کنید.

۷-۳-۵ استفاده از کمک کننده احتراق

۷-۳-۵-۱ کمک کننده احتراق مایع، پس از اینکه جرم قرص نمونه تعیین شد، مایع کمکی باید قطره قطره بر روی قرص درون بوته اضافه شود (اجازه می‌دهیم تا مایع جذب شود) و مقدار اضافه شده باید توسط توزین با تقریب 0.1 mg اندازه‌گیری شود.

۷-۳-۵-۲ کمک کننده احتراق جامد، استفاده از کمک احتراق‌های جامد (بنزوئیک اسید توصیه می‌شود) بدون کیسه‌ها یا کپسول‌های احتراق پیشنهاد نمی‌شود (چون دستیابی به یک مخلوط همگن از نمونه و کمک احتراق قبل از پرس کردن قرص آزمون دشوار است).

۷-۳-۵-۳ کیسه‌ها یا کپسول‌های احتراق، کیسه‌ها یا کپسول‌های احتراق یا بوته‌های قابل احتراق با ارزش گرمایی مشخص شده دقیق (ژلاتین، استوبوتیرات یا پلی اتیلن) می‌توانند به عنوان کمک‌های احتراق (به عنوان مثال یا با استفاده از بنزوئیک اسید) مطابق با دستورالعمل سازنده استفاده شوند. آن‌ها باید دقیقاً قبل از پرس کردن وزن شوند. نمونه و کمک احتراق مانند بنزوئیک اسید باید با احتیاط قبل از آزمون در یک کیسه یا کپسول مخلوط شوند.

۷-۴ سوار کردن گرماسنج

۷-۴-۱ دمای آب گرماسنج را به $272,7 \pm ^\circ\text{C}$ دمای اولیه انتخابی برسانید و ظرف گرماسنج را با مقدار مورد نیاز پر کنید. این مقدار آب در ظرف گرماسنج می‌تواند مشابه مقدار $0,5 \text{ g}$ یا بیشتر در همه آزمایشات باشد.

۷-۴-۲ بمب را در ظرف گرماسنج قرار دهید.

۷-۴-۳ بمب را از نظر نشستی‌های گاز به محض اینکه رویه آن با آب پوشیده شد، بررسی کنید. اگر دریچه‌های گاز کاملا در آب فرو نرفته‌اند، نشستی را با یک قطره آب عبوری از سوراخ پوشیده نشده بررسی کنید.

۷-۴-۴ سیم‌های مدار جرقه را متصل کرده و دماسنج را سوار کنید.

هشدار- در صورت خروج گاز از بمب، آزمون را متوقف کنید. علت نشستی را برطرف و آزمون را دوباره شروع کنید. آب خنک کننده، کنترل کننده‌های دما، همزن‌ها و غیره را روشن کنید. مطمئن شوید که همزن به درستی کار می‌کند. بطور معمول صرف نظر از نوع گرماسنج یک دوره حدود ۵ دقیقه‌ای برای گرماسنج سوار شده جهت دستیابی به حالت پایا در دمای، لازم است.

۷-۵ واکنش احتراق و اندازه‌گیری‌های دما

(پیوست ب را نیز ببینید)

یادآوری- دما می‌تواند بطور دستی قرائت شده و در یک نمودار رسم شود. از آن نمودار، افزایش دما می‌تواند محاسبه شده و هر گونه اصلاحات انجام شود. سیستم‌های گرماسنج جدید با سیستم‌های داده می‌توانند این کار را بطور خودکار انجام دهند.

۷-۵-۱ به محض اینکه گرماسنج به شرایط حالت پایا رسید، شروع به گرفتن قرائت‌های دما کنید. معمولا یک دقیقه زمان جهت تثبیت سرعت رانش دوره بعدی و قرائت داده‌ها کافی است. وقتی که از دماسنج جیوه‌ای برای اندازه‌گیری دما استفاده می‌شود حدودا هر ۱۰ ثانیه قبل از قرائت به آهستگی به دماسنج ضربه بزنید و مراقب باشید که از خطاهای اختلاف دید جلوگیری شود.

۷-۵-۲ در انتهای دوره بعد، وقتی احتراق با ضربه سیم جرقه شروع شد، دمای اولیه (t_i) تثبیت می‌شود. کلید را تنها تا زمانی که سیم جرقه مشتعل می‌شود بسته نگه دارید.

۷-۵-۳ قرائت دما را در فواصل یک دقیقه ادامه دهید. زمان مربوط به t_i شروع دوره اصلی را نشان می‌دهد. قرائت‌ها در طی چند دقیقه اول این دوره، هنگام افزایش سریع دما با تقریب $272,99 \text{ } ^\circ\text{C}$ کافی هستند.

۷-۵-۴ قرائت دما را با تقریب $272,999 \text{ } ^\circ\text{C}$ یا بیشتر در اسرع وقت (به محض اینکه عملی باشد)، حداکثر تا ۵ دقیقه پس از شروع دوره اصلی ادامه دهید. معیارها برای طول دوره‌های قبلی، اصلی و بعدی و بنابراین تعداد کل قرائت‌های دمایی مورد نیاز وابسته به نوع گرماسنج (ژاکت بی‌دررو ایستا و تقریبا همدم) است. برای جزئیات بیشتر استاندارد ISO ۱۹۲۸ یا CEN/TS ۱۴۹۱۸ را ببینید.

۷-۵-۵ پس از شروع دوره بعدی، قرائت‌های دما را در فواصل زمانی یک دقیقه به مدت ۵ دقیقه دیگر ادامه دهید.

۷-۶ جداسازی قطعات گرماسنج

۷-۶-۱ در انتهای دوره بعدی، وقتی که همه قرائت‌های دمای مورد نیاز کامل شد، بمب را از گرماسنج خارج کرده، فشار را به آرامی کاهش داده (مطابق دستورکار سازنده) و بمب را جدا کنید.

۷-۶-۲ قسمت داخلی بمب، بوته و هر گونه باقیمانده جامد را به دقت از نظر وجود نشانه‌های احتراق ناقص بررسی کنید. اگر نمونه‌های نسوخته یا هر گونه رسوب دوده قابل مشاهده باشد، آزمون را متوقف کنید.

۷-۶-۳ هر گونه تکه نسوخته سیم جرقه را خارج و اندازه‌گیری کنید.

اگر مقدار گوگرد لجن و مقدار اصلاح نیتریک اسید مشخص باشد یا قابل چشم‌پوشی نباشد، مراحل زیر را می‌توان حذف کرد.

۷-۶-۴ محتویات بمب را کاملاً با آب مقطر درون یک بشر بشویید مطمئن شوید که قسمت زیرین سر بمب، الکترودها و سطح خارجی بوته نیز شسته شده است.

۷-۶-۵ محلول شستشوی بمب حاصل از احتراق‌های سوخت از نظر نیترات و سولفات آنالیز می‌شود (برای جزییات بیشتر استانداردهای ISO ۱۹۲۸ یا CEN/TS ۱۴۹۱۸ را ببینید).

۷-۷ تصحیحات

۷-۷-۱ تصحیحات دماسنج

هنگام استفاده از دماسنج جیوه‌ای تصحیحات مشخص شده در گواهی صادر شده با دماسنج باید برای همه اندازه‌گیری‌های دمایی اعمال شود

۷-۷-۲ دمای مرجع

دما در انتهای دوره اصلی، دمای پایانی t_f ، دمای مرجع هر آزمایش به‌طور مجزا می‌باشد.

۷-۷-۳ افزایش دمای تصحیح شده θ

دما در انتهای دوره اصلی (t_f) همراه با دمای اولیه (t_i)، مبین افزایش دمای مشاهده شده ($t_f - t_i$) می‌باشد.

۷-۷-۳-۱ گرماسنج از نوع ژاکت ایستا و تقریباً همدمما (ایزوپریبول^۱)

علاوه بر افزایش در دما که توسط فرایندها در بمب گرماسنج ایجاد می‌شود، افزایش دمای مشاهده شده حاوی سهم حاصل از تبادل حرارت بین گرماسنج و دماپا و سهم توان همزن است. مقدار مجاز تبادل گرما توسط اصطلاح تصحیح نشی گرما Δt_{ex} که حاوی سهم ناشی از توان همزن است، ایجاد می‌شود:

1-Isoperibol

$$t_f - t_i = \theta + \Delta t_{ex} \quad (1)$$

و بنابراین

$$\theta = (t_f - t_i) - \Delta t_{ex} \quad (2)$$

که در آن:

Δt_{ex} توسط رابطه (۳) (بنام روش برون یابی دیکینسون^۱) ارایه شده است.
در روش برون یابی دیکسنیون هدف یافتن زمان τ_x است به طوری که:

$$\Delta t_{ex} = (\tau_f - \tau_x) \times g_f + (\tau_x - \tau_i) \times g_i \quad (3)$$

که در آن:

τ_x زمان برحسب دقیقه که در آن تغییر در دما $(t_x - t_i)$ برابر افزایش دمای مشاهده شده $(t_f - t_i)$ است؛

t_x دما برحسب °C متناظر با ۰٫۶ برابر افزایش دمای مشاهده شده $(t_f - t_i)$ ؛

τ_i زمان بر حسب دقیقه در شروع دوره اصلی؛

τ_f زمان بر حسب دقیقه در انتهای دوره اصلی؛

g_i سرعت رانش در شروع دوره اصلی بر حسب درجه سلیسیوس بر دقیقه؛

g_f سرعت رانش در انتهای دوره اصلی بر حسب درجه سلیسیوس بر دقیقه.

این امر هنگامی کامل می‌شود که نواحی هاشور زده a و b در شکل پیوست ب-۱ دارای اندازه یکسان باشند. افزایش دمای تصحیح شده θ از رابطه زیر بدست می‌آید.

$$\theta = t_f - t_i - (\tau_f - \tau_x) \times g_f - (\tau_x - \tau_i) \times g_i = t_f^* - t_i^* \quad (4)$$

که در آن:

t_i^* دمای اولیه تصحیح شده برحسب °C؛

t_f^* دمای اولیه تصحیح شده برحسب °C.

برای یک واکنش احتراق منحنی زمان-دما به یک منحنی نمایی نزدیک می‌شود. به این معنی که τ_x زمان مربوط به دمایی است که تغییر در دما $(t_x - t_i)$ برابر افزایش دمای (مشاهده شده) کل $(t_f - t_i)$ است. متغیرهای کمی $(\tau_x - \tau_i)$ با رفتار سینتیکی واکنش سوخت نوعی از نمونه مطالعه شدند. روش دیگر جهت اندازه‌گیری افزایش دمای تصحیح شده روش "رگنولد فوندلر"^۲ است (برای جزئیات بیشتر استاندارد ISO ۱۹۲۸ یا CEN/TS ۱۴۱۸ را ببینید).

1 -Dickinson

2 -Regnauld-Pfaundler

۷-۳-۲-۷ گرماسنج بی دررو^۱

در سیستم‌های بی‌دررو، تبادل گرما طبق تعریف قابل چشم‌پوشی است. با این حال روش معمولی جهت جبران توان همزن توسط متعادل کردن دما در سیستم کنترل بی‌دررو است (برای جزییات بیشتر استاندارد ISO ۱۹۲۸ یا CEN/TS ۱۴۱۸ را ببینید).

۷-۷-۴ تصحیح با توجه به احتراق سیم جرقه

تصحیح نسبی برای سیم جرقه در پنبه حدود 17500 J/g پنبه و برای سیم نیکل - کروم 6000 J/g است.

۸ کالیبراسیون

نوع کلاسیک گرماسنج احتراقی می‌تواند در سراسر دوره تمديد شده زمانی از نظر جرم (ظرفیت گرمایی)، هندسه و سطوح تبادل گرما بدون تغییر باقی بماند. این امر برای کالیبراسیون دستگاه این امکان را فراهم می‌کند که به صورت یک سری اندازه‌گیری مجزا با تثبیت ظرفیت گرمایی ε موثر گرماسنج انجام شود. توصیه می‌شود این کالیبراسیون در طول زمان به‌طور قابل توجهی تغییر نکند، مشروط بر اینکه تعمیرات جزیی یا تغییرات دیگر در سیستم به درستی بحساب آیند. با این حال برخی از دستگاه‌های گرماسنجی کاملاً خودکار از نظر فیزیکی کمتر تعریف شده‌اند و بنابراین کالیبراسیون مکرر برای برخی سیستم‌ها، حتی بطور روزانه نیاز است.

برای مجموعه‌های معمولی کالیبراسیون، پس از روش گرماسنجی که قبلاً توضیح داده شده، ۵ احتراق رضایت بخش از بنزوییک اسید باید انجام شود. نمونه باید به صورت قرص بسوزد، مقدار ارزش گرمایی ناخالص بنزوییک اسید آرایه و تایید شده است. میانگین حسابی ε_n و انحراف استاندارد حاصل از نتایج آزمایشات کالیبراسیون فردی محاسبه می‌شود. انحراف استاندارد نباید از ۰٫۲۰ درصد تجاوز کند.

همه نتایج حاصل از سری‌های جدید کالیبراسیون باید در محاسبات گنجانده شوند. فقط آزمایشات با شواهدی از احتراق ناقص ممکن است (و باید) متوقف شود. در صورتی که الزامات دقت فراهم شود میانگین حسابی ε_n به عنوان مقداری برای ظرفیت گرمایی موثر گرماسنج در نظر گرفته می‌شود.

یادآوری - احتراق ۱ g بنزوییک اسید در یک گرماسنج ایزوپریبول (تقریباً همدم) معمولاً افزایش دمای حدود 271°C تا 270°C (بسته به نوع گرماسنج) دارد. با استفاده سیستم‌های اندروید خودکار افزایش دما معمولاً حدود 268°C تا 266°C است.

برای سیستم‌هایی که مقدار آب درون ظرف گرماسنج در همه آزمایشات یکسان نگه داشته می‌شود، ε از رابطه (۵) محاسبه می‌شود:

$$\varepsilon = \frac{m_{ba} \times q_{v,ba} + Q_{fuse} + Q_{ign} + Q_N}{\theta} \quad (5)$$

که در آن:

m_{ba} جرم بنزوییک اسید، بر حسب گرم؛

1- Adiabatic

$q_{V,ba}$ ارزش گرمایی ناخالص تایید شده در حجم ثابت برای بنزوییک اسید، برحسب ژول بر گرم؛
 Q_{fuse} سهم حاصل از سوختن فتیله، برحسب ژول (جرم فتیله پنبه در ۱۴۵۰۰ J/g ضرب می‌شود)؛
 Q_{ign} سهم حاصل از اکسایش سیم جرقه، برحسب ژول (جرم مثلاً سیم نیکل - کروم در ۶۰۰۰ J/g ضرب می‌شود)
 Q_N سهم حاصل از تشکیل نیتریک اسید، بر حسب ژول (از آب مایع و نیتروژن و اکسیژن گازی)؛
 θ افزایش دمای تصحیح شده بر حسب کلوین.
 وقتی که جمع $Q_{ign} + Q_{fuse}$ تقریباً در همه آزمایشات یکسان (در حدود چند ژول) باشند، می‌توان آن را یکمقدار ثابت در نظر گرفت. سهم Q_n به ε خیلی کوچک است. این رابطه ممکن است حذف شود.

۹ ارزش گرمایی ناخالص

۹-۱ کلیات

تغییر انرژی در روند کلی بمب با ضرب ظرفیت گرمایی موثر ε در افزایش دمای تصحیح شده θ بدست می‌آید. جهت بدست آوردن انرژی احتراق نمونه لجن، سهم‌های انرژی حاصل از تمام واکنش‌های جانبی باید از حاصلضرب ε در θ کم شود.

۹-۲ محاسبه ارزش گرمایی ناخالص

ارزش گرمایی خالص در حجم ثابت بر حسب J/g توسط رابطه (۶) محاسبه می‌شود (مقدار کمی آب در مخزن گرماسنج در همه آزمایشات یکسان نگه داشته شود).

$$q_{V,gr} = \frac{\varepsilon_{(n)} \times \theta - Q_{fuse} - Q_{ign} - Q_N - m_2 \times q_{V,2} - Q_S}{m_1} \quad (۶)$$

که در آن:

$q_{V,gr}$ ارزش گرمایی ناخالص در حجم ثابت سوخت به‌صورت آنالیز شده، بر حسب ژول بر گرم؛
 $\varepsilon_{(n)}$ مقدار میانگین ظرفیت گرمایی موثر گرماسنج به‌صورت تعیین شده در کالیبراسیون‌ها، بر حسب ژول بر کلوین (بند ۸ را ببینید)؛

Q_S تصحیح برای گرفتن گوگرد حاصل از سولفوریک اسید به گوگرد دی اکسید گازی، بر حسب ژول؛
 m_1 جرم نمونه سوخت بر حسب گرم؛
 m_2 جرم کمک احتراق (در صورت لزوم)؛

$q_{V,2}$ ارزش گرمایی ناخالص در حجم ثابت کمک احتراق (در صورت لزوم) بر حسب ژول بر گرم.
 اگر مقدار گوگرد لجن کم‌تر از ۱٪ باشد (به‌عنوان کسر جرمی بر حسب درصد بیان و برای ماده خشک محاسبه می‌شود) از تصحیح برای گوگرد می‌توان صرف نظر کرد. اگر از تصحیح برای نیتروژن نیز چشم‌پوشی شود، سهم انرژی جرقه مشابه سهم آزمایشات کالیبراسیون می‌شود و کمک احتراقی استفاده نمی‌شود. رابطه به شکل زیر ساده می‌شود:

$$q_{V,gr} = \frac{\varepsilon_{(n)} \times \theta - Q_{fuse}}{m_1} \quad (7)$$

یادآوری - وقتی که یک گرم لجن برای احتراق استفاده شود و لجن دارای یک درصد نیتروژن و یک درصد گوگرد باشد (هر کدام بصورت کسر جرمی بر حسب درصد بیان و برای ماده خشک محاسبه می شود). سهم های Q_s و Q_n به ترتیب J ۴۳ و J ۹۴ می شوند. وقتی که لجن به همان شکل دریافت شده (حاوی رطوبت) بسوزد سهم ها کوچکتر می شوند.

۳-۹ بیان نتایج

نتایج به صورت میانگین اندازه گیری های تکراری بر حسب MJ/kg گزارش می شوند که به نزدیک ترین عدد MJ/kg ۰/۰۱ بر پایه "به همان شکل آنالیز شده" (با مقدار رطوبت واقعی) یا محاسبه شده "بر پایه خشک" (ماده خشک) گرد می شوند. نتایج با استفاده از رابطه (۸) بدست می آیند.

$$q_{V,gr,d} = q_{V,gr} \times \frac{100}{100 - M_{ad}} \quad (8)$$

که در آن:

ارزش گرمایی ناخالص در حجم ثابت سوخت (لجن) خشک (بدون رطوبت) بر حسب ژول بر گرم؛ $q_{V,gr,d}$
مقدار رطوبت در نمونه آنالیز، به صورت کسر جرمی بر حسب درصد. M_{ad}

یادآوری - ارزش های گرمایی لجن-ها در سراسر یک گستره وسیع تغییر می کنند با این حال جهت ارایه یک علامت، ارزش-های گرمایی لجن های حاصل از تصفیه خانه های فاضلاب شهری در گستره ۹ MJ/kg تا ۱۳ MJ/kg بر پایه خشک (هنوز هم با حدود ۵۰ درصد جامدات غیر قابل اشتعال) هستند. گستره مقادیر گرمایی با فرض مقدار رطوبت ۳۵ درصد، حدود ۶ MJ/kg تا ۸/۵ MJ/kg (با استفاده از رابطه (۹)) خواهد بود.

۱۰ محاسبه ارزش گرمایی خالص

۱-۱۰ کلیات

تفاوت اصلی بین ارزش های گرمایی خالص و ناخالص مربوط به حالت فیزیکی آب در محصولات واکنش است (تعاریف بندهای ۱-۳ و ۲-۳ را مقایسه کنید).

۲-۱۰ ارزش گرمایی خالص در حجم ثابت پس از تعیین هیدروژن

ارزش گرمایی خالص در حجم ثابت برای لجن به آسانی محاسبه می شود. وقتی معیاری از مقدار هیدروژن در دسترس باشد (با استفاده از استاندارد ISO/TS 12902 مورد آنالیز قرار می گیرد) ارزش گرمایی خالص بر پایه خشک، بر حسب J/g از رابطه زیر محاسبه می شود:

$$q_{V,net,d} = q_{V,gr,d} - 206 \omega (H) \quad (9)$$

که در آن:

ارزش گرمایی خالص در حجم ثابت سوخت (لجن) خشک (بدون رطوبت)، بر حسب ژول؛
 $q_{V,net,d}$ مقدار هیدروژن لجن بدون رطوبت (خشک) (شامل هیدروژن حاصل از آب هیدراتاسیون مواد معدنی و نیز هیدروژن موجود در لجن)، بیان شده به صورت کسر جرمی بر حسب درصد.
 ارزش گرمایی خالص در هر سطح مرطوب بر حسب J/g در رابطه (۱۰) ارایه شده است.

$$q_{V,net,m} = (q_{V,net,d} - 206 \omega(H)_d) \times (1 - 0.01 M) - 23 M \quad (10)$$

که در آن:

M مقدار رطوبتی که برای آن محاسبه لازم است، به صورت کسر جرمی بر حسب درصد؛
 برپایه خشک، $M=0$ ؛ برپایه خشک شده در هوا، $M=M_{ad}$ ؛ بر پایه به همان صورت نمونه برداری شده یا به همان صورت افروخته شده (به همان شکل دریافت شده، $M=M_{ar}$) (مقدار رطوبت کل به همان صورت دریافت شده)

۱۰-۳ ارزش گرمایی خالص در حجم ثابت پس از اندازه‌گیری مقدار آب در آزمون
 در صورت تعیین مقدار آب در آزمون احتراق (آب حاصل از رطوبت لجن به علاوه آب حاصل از واکنش هیدروژن لجن)، ارزش گرمایی خالص در حجم ثابت بر پایه "به همان شکل آنالیز شده یا (به همان شکل تعیین شده، ad)" بر حسب J/g از رابطه ۱۱ بدست می‌آید.

$$q_{V,net,ad} = q_{V,gr,ad} - 24.41 \times \omega(H_2O)_{ad} \quad (11)$$

که در آن:

$\omega(H_2O)_{ad}$ مقدار آب اندازه‌گیری شده در آزمون احتراق (اب حاصل از رطوبت لجن به علاوه آب واکنش لجن) بر پایه "به همان شکل آنالیز شده یا (به همان شکل تعیین شده، ad)، به صورت کسر جرمی بر حسب درصد.

برای محاسبه ارزش گرمایی خالص در هر سطح رطوبت رابطه (۱۰) را ببینید.
یادآوری - مقدار آب در آزمایش احتراق ممکن است توسط پاکسازی بمب، نیتروژن در دماهای بالا (مثلاً ۸۰ °C) تعیین شود و آب در یک تله مناسب (مانند سیلیکاژل) جمع‌آوری شود.

۱۰-۴ ارزش گرمایی خالص در فشار ثابت

اغلب موارد مورد استفاده برای مقاصد عملی، ارزش گرمایی خالص در فشار ثابت برای سوختی با مقادیر رطوبت مشخص است. این مقدار ارزش گرمایی ناخالص در حجم ثابت برای نمونه خشک محاسبه می‌شود. علاوه بر این، مقدار هیدروژن کل و نیز مقادیر اکسیژن و نیتروژن نمونه بدون رطوبت باید به حساب آورده شود. برای جزییات بیشتر به استاندارد ISO 1928 یا CEN/TS 14918 مراجعه کنید.

۱۰-۵ بیان نتایج

نتایج محاسبات بر حسب MJ/kg گزارش و تا ۰/۰۱ MJ/kg گرد می‌شوند.

۱۱ دقت

۱-۱۱ کلیات

داده‌های دقت از نتایج یک مقایسه بین آزمایشگاهی انجام شده در سال ۲۰۰۷ محاسبه می‌شود. چهار نمونه لجن توسط ۲۱ آزمایشگاه اروپایی آنالیز می‌شود. جهت دیدن نتایج پیوست پ را ببینید. داده‌های دقت زیر به لجن‌های خشک شده با باقیمانده‌های روی سیم جرقه (در دمای °C ۵۵۰) از ۴۰ درصد تا ۵۰ درصد اشاره دارد.

۱۱-۲ تفاوت بحرانی تکرارپذیری

نتایج اندازه‌گیری‌های تکراری انجام شده در یک آزمایشگاه توسط یک آزمون‌گر با یک دستگاه در یک فاصله زمانی کوتاه بر روی یک نمونه آنالیز نباید بیش‌تر از 0.15 MJ/kg تفاوت داشته باشد.

۱۱-۳ تفاوت بحرانی تجدیدپذیری

توصیه می‌شود میانگین نتایج اندازه‌گیری‌های تکراری انجام شده در هر یک از دو آزمایشگاه بر روی بخش‌های برداشته شده از یک نمونه در آخرین مرحله آماده‌سازی نمونه بیش‌تر از 0.5 MJ/kg تفاوت نداشته باشند.

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد.

۱-۱۲ ارجاع به این استاندارد ملی ایران؛

۲-۱۲ همه اطلاعات لازم برای شناسایی کامل نمونه لجن؛

۳-۱۲ جزییات پیش آماده‌سازی نمونه، در صورت انجام؛

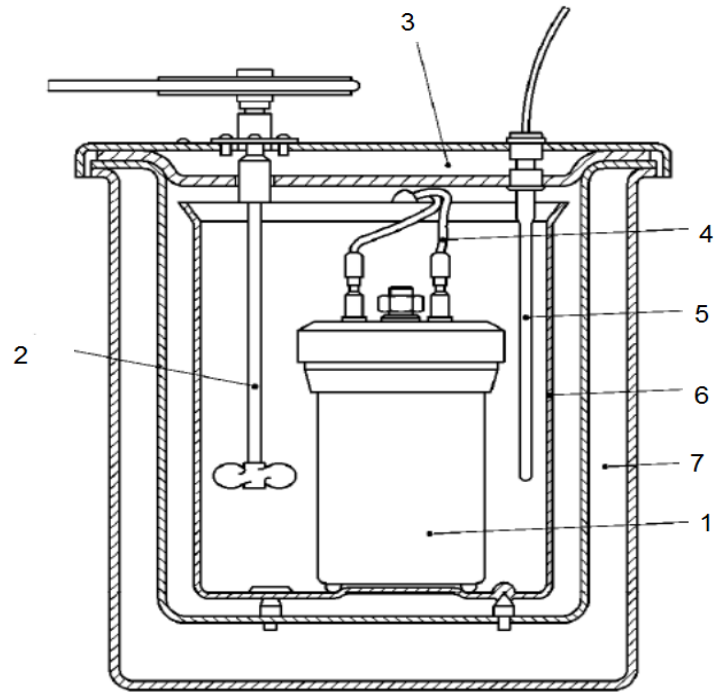
۴-۱۲ نتایج اندازه‌گیری با ارجاع به مبنای گزارش (حالت‌ها) معتبر برای ارزش (های) گرمایی؛

۴-۱۲ کلیه مواردی که در این استاندارد مشخص نشده، موارد اختیاری و یا هر مورد دیگری که ممکن است روی نتایج تاثیر گذار باشد.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

مثالی از گرماسنج



راهنما:

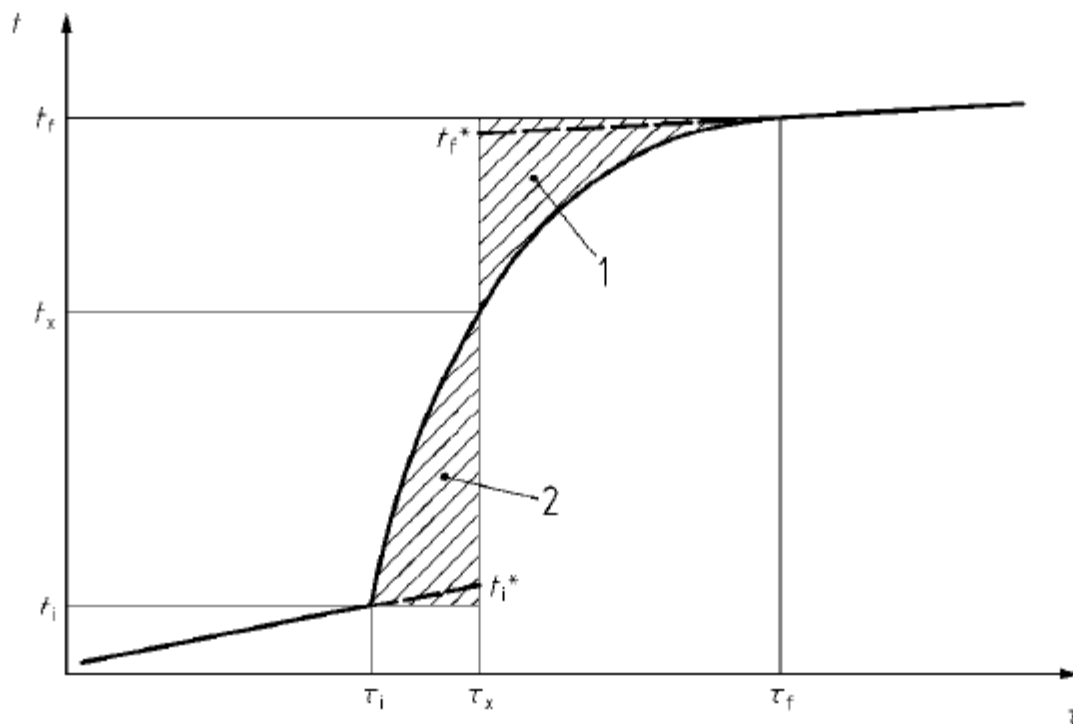
- ۱ بمب احتراق
- ۲ همزن
- ۳ درپوش دماپا
- ۴ سیم‌های جرقه
- ۵ دماسنج
- ۶ ظرف گرماسنج
- ۷ دماپا (ژاکت آب)

شکل الف-۱- گرماسنج احتراق بمبی از نوع کلاسیک با دماپا

پیوست ب

(اطلاعاتی)

روند افزایشی دما



راهنما:

۱ ناحیه a

۲ ناحیه b

t دما بر حسب $^{\circ}\text{C}$

t_i دمای اولیه

t_x دما بر حسب $^{\circ}\text{C}$ متناظر با 0.6 برابر افزایش دمای مشاهده شده $(t_f - t_i)$

t_f دمای پایانی بر حسب $^{\circ}\text{C}$

t_i^* دمای اولیه تصحیح شده بر حسب $^{\circ}\text{C}$

t_f^* دمای نهایی تصحیح شده بر حسب $^{\circ}\text{C}$

τ زمان بر حسب دقیقه

τ_i زمان بر حسب دقیقه در شروع دوره اصلی

τ_x زمان بر حسب دقیقه در جایی که تغییر دما $(t_x - t_i)$ برابر افزایش دمای مشاهده شده $(t_f - t_i)$ است.

τ_f زمان بر حسب دقیقه در انتهای دوره اصلی

یادآوری - توضیح مفصل در بند ۷-۳-۷-۳ ارائه شده است.

شکل ب-۱- برون یابی دیکینسون

پیوست پ

(اطلاعاتی)

نتایج مقایسه بین آزمایشگاهی

مقایسه آزمایشگاهی بین المللی در سال ۲۰۰۷ انجام شد. در طول نیمه اول سال ۲۰۰۷، نمونه‌ها بدست آمدند و آزمایشگاه‌هایی که خواستار شرکت بودند، تاسیس شدند. در تابستان سال ۲۰۰۷ چهار نمونه لجن حاصل از تصفیه خانه‌های فاضلاب شهری با روش کاهش دما خشک، سپس همگن و در بطری ریخته شده و به آزمایشگاه‌ها فرستاده شدند. ۲۲ آزمایشگاه از استرالیا، دانمارک، فرانسه، آلمان، ایتالیا، هلند و ایالات متحده نمونه‌ها را دریافت کردند و ۲۱ آزمایشگاه نتایج خود را اعلام کردند. آزمایشگاه‌ها آنالیزهای رطوبت، ارزش گرمایی ناخالص و باقیمانده‌های روی سیم جرقه (550°C) را با دو اندازه‌گیری انجام دادند. مقادیر جهت ارزیابی بر پایه خشک محاسبه شدند.

جدول پ-۱ - ویژگی‌های عملکردی جهت تعیین ارزش گرمایی

| نمونه | تعداد کل آزمایشگاه‌ها | تعداد آزمایشگاه‌ها (داده‌های پرت حذف شدند) | داده‌های پرت | باقیمانده روی سیم جرقه (در دمای 500°C) | متوسط ارزش گرمایی ناخالص MJ/kg (خشک) | تکرارپذیری MJ/kg (خشک) | تجدیدپذیری MJ/kg (خشک) | تکرارپذیری نسبی % (خشک) | تکثیرپذیری نسبی % (خشک) |
|-------|-----------------------|--|--------------|---|--------------------------------------|------------------------|------------------------|-------------------------|-------------------------|
| ۱ | ۲۱ | ۱۸ | ۳ | ۵۰،۰ | ۱۲،۸۴ | ۰،۰۴۸ | ۰،۱۶۳ | ۰،۳۷ | ۱،۲۷ |
| ۲ | ۲۱ | ۱۸ | ۳ | ۵۱،۹ | ۱۰،۹۶ | ۰،۰۶۲ | ۰،۲۱۹ | ۰،۵۷ | ۱،۹۹ |
| ۳ | ۲۱ | ۱۸ | ۳ | ۵۰،۵ | ۱۱،۶۶ | ۰،۰۴۵ | ۰،۱۶۳ | ۰،۳۸ | ۱،۴۰ |
| ۴ | ۲۱ | ۱۸ | ۳ | ۴۳،۹ | ۱۳،۵۷ | ۰،۰۴۸ | ۰،۱۷۹ | ۰،۳۵ | ۱،۳۲ |

میانگین‌های تکرارپذیری و تجدیدپذیری در ۲/۸ ضرب می‌شود تا با احتمال ۹۵ درصد تفاوت‌های قابل قبول برای تفاوت‌های بحرانی طبق بندهای ۱۱-۲ و ۱۱-۳ حاصل شود (برای جزییات بیشتر استاندارد ملی ایران شماره ۱-۷۴۴۲ را ببینید).

کتاب‌نامه

۱- استاندارد ملی ایران شماره ۱-۷۴۴۲، درستی (صحت و دقت) روشها و نتایج اندازه‌گیری قسمت اول : تعاریف و اصول کلی

[2] ISO 1928, Solid mineral fuels - Determination of gross calorific value by the bomb calorimetric method, and calculation of net calorific value

[3] CEN/TS 14918, Solid biofuels - Method for the determination of calorific value