



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۱۰۱۲

چاپ اول

۱۳۹۵

INSO

21012

1st.Edition

2016

سوخت‌های مایع - تعیین میزان
متیل استراسیدهای چرب FAME در مخلوط
بیودیزل و سوخت دیزلی با پایه نفتی - روش
طیف‌سنجی مادون قرمز میانه

**Liquid fuels- Determination of the Fatty
Acid Methyl Ester (FAME) content of a
blend of biodiesel and petroleum-based
diesel fuel oil - Mid-Infrared spectroscopy
method**

ICS: 75.160.20

سازمان ملی استاندارد ایران

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

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج- ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۸۱۱۴-۳۲۸۰ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.org.ir

وبگاه: <http://www.isiri.org>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No. 2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.org.ir

Website: <http://www.isiri.org>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« سوخت‌های مایع - تعیین میزان متیل استر اسید چرب (FAME) در مخلوط بیودیزل و سوخت
با پایه نفتی - روش طیف‌سنجی مادون قرمز میانه »

رئیس: سمت و/یا محل اشتغال:

طباطبایی، میثم
پژوهشکده بیوتکنولوژی کشاورزی و انجمن سوخت‌های زیستی
دکترای بیوتکنولوژی محیط زیست و سوخت‌های زیستی) ایران

دبیر:

قلی‌پور زنجانی، نوشین
سازمان ملی استاندارد ایران - پژوهشگاه استاندارد
(دکترای مهندسی شیمی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

امینیان، وحید
سازمان ملی استاندارد ایران - پژوهشگاه استاندارد
(کارشناسی ارشد شیمی)

بیگلری، حسن
سازمان ملی استاندارد ایران - پژوهشگاه استاندارد
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

بهارى، محسن
پژوهشگاه صنعت نفت
(کارشناسی فیزیک)

طاهری، زهرا
پژوهشگاه صنعت نفت
(دکترای مهندسی شیمی)

عدل، مهرداد
پژوهشگاه مواد و انرژی
(دکترای مهندسی بیوانرژی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

عربگل، فاطمه

(دکترای مهندسی شیمی - پلیمر)

قنبرنژاد، هادی

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

محمدی، عظمت

(دکترای مهندسی شیمی)

سمت و/یا محل اشتغال:

دانشگاه آزاد شهر قدس

پژوهشگاه صنعت نفت

شرکت ملی پالایش و پخش فراورده‌های نفتی

سازمان ملی استاندارد ایران - پژوهشگاه استاندارد

ویراستار:

امینیان، وحید

(کارشناسی ارشد شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ج	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ز	پیش گفتار
۱	۱ هدف
۱	۲ دامنه کاربرد
۱	۳ مراجع الزامی
۳	۴ اصطلاحات و تعاریف
۴	۵ اساس روش
۴	۶ تداخلها
۵	۷ وسایل
۷	۸ مواد و /یا واکنش گرها
۸	۹ نمونه برداری و جابجایی نمونه
۸	۱۰ کالیبراسیون و ارزیابی کیفی دستگاه
۹	۱۱ بررسی‌های کنترل کیفی
۹	۱۲ روش آزمون
۱۲	۱۳ محاسبه
۱۳	۱۴ گزارش آزمون
۱۴	۱۵ دقت و اریبی
۱۶	پیوست الف (اجباری) کالیبراسیون و کیفیت‌سنجی دستگاه
۲۶	پیوست ب (اطلاعاتی) انتخاب بیودیزل و سوخت دیزلی برای کالیبراسیون و نمونه‌های اعتبارسنجی

پیش‌گفتار

استاندارد « سوخت‌های مایع - تعیین میزان متیل استر اسیدهای چرب (FAME) در مخلوط بیودیزل و سوخت دیزلی با پایه نفتی - روش طیف سنجی مادون قرمز میانه » که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به‌عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد پ، بند ۷، استاندارد ملی شماره ۵ تهیه و تدوین شده، در هشتاد و چهارمین اجلاس کمیته ملی استاندارد - فرآورده‌های نفتی مورخ ۹۵/۴/۲۸ 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/منطقه‌ای زیر به روش «ترجمه تغییر یافته» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی همراه با اعمال تغییرات با توجه به مقتضیات کشور است:

ASTM D7806, 2012, Determination of the fatty acid methyl ester (FAME) content of a blend of biodiesel and petroleum-based diesel fuel oil using Mid-Infrared Spectroscopy.

سوخت‌های مایع - تعیین میزان متیل استر اسیدهای چرب (FAME) در مخلوط بیودیزل و سوخت دیزلی با پایه نفتی - روش طیف‌سنجی مادون قرمز میانه

هشدار: به مقررات ایمنی مربوط به جابجایی مواد خطرناک توجه کنید. استفاده کننده از این مواد، باید از معیارهای ایمنی شخصی، سازمانی و فنی آگاه بوده و آن‌ها را رعایت کند.

۱ هدف

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین میزان بیودیزل به شکل متیل استر اسیدهای چرب (FAME^۱) در مخلوط بیودیزل و سوخت دیزلی با پایه نفتی می‌باشد.

۲ دامنه کاربرد

این استاندارد برای تعیین میزان بیودیزل به شکل متیل استر اسیدهای چرب (FAME) در مخلوط سوخت دیزلی، با غلظت‌های ۱٪ حجمی تا ۳۰٪ حجمی، کاربرد دارد. روش ارائه شده در این استاندارد تنها برای تعیین میزان FAME کاربرد دارد و برای تعیین میزان بیودیزل به شکل اتیل استر اسیدهای چرب (FAEE^۲) مناسب نمی‌باشد.

روش شرح داده شده در این استاندارد، به عنوان روشی سریع و آسان برای کنترل کیفی تولید و توزیع مخلوط‌های سوختی حاوی بیودیزل به شکل FAME کاربرد دارد.

۳ 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.

1 - Fatty acid methyl ester

2 - Fatty acid ethyl ester

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

۱-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۴۹۰۳، فرآورده‌های نفتی - سوخت - نفت گاز - ویژگی‌ها.

۲-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۰۶۷، سوخت‌های مایع - بیودیزل (B100) مصرفی برای اختلاط با سوخت‌های میان تقطیر - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون.

3-3 ASTM D1298, Test method for density, relative density (specific gravity), or API gravity of crude petroleum and liquid petroleum products by hydrometer method.

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۷، اندازه‌گیری چگالی، چگالی نسبی یا گراویتی API نفت خام و فرآورده‌های نفتی مایع با استفاده از روش هیدرومتر، با استفاده از ASTM D1298 تدوین شده است.

3-4 ASTM D4052, Test method for density, relative density, and API gravity of liquids by digital density meter.

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۶۶۲، تعیین چگالی، چگالی نسبی مایعات یا گراویتی API با استفاده از چگال‌سنج دیجیتال - روش آزمون، با استفاده از ASTM D4052 تدوین شده است.

3-5 ASTM D4057, Practice for manual sampling of petroleum and petroleum products.

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹، روش‌های نمونه‌برداری دستی از مواد و فرآورده‌های نفتی، با استفاده از ASTM D4057 تدوین شده است.

3-6 ASTM D4177, Practice for automatic sampling of petroleum and petroleum products.

3-7 ASTM D4307, Practice for preparation of liquid blends for use as analytical standards.

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۴۵۱، آماده‌سازی مخلوط‌های مایع برای استفاده به‌عنوان استانداردهای تجزیه‌ای - آیین کار، با استفاده از ASTM D4307 تدوین شده است.

3-8 ASTM D5854, Practice for mixing and handling of liquid samples of petroleum and petroleum products.

3-9 ASTM D6299, Practice for applying statistical quality assurance and control charting techniques to evaluate analytical measurement system performance.

3-10 ASTM E131, Terminology relating to molecular spectroscopy.

3-11 ASTM E168, Practices for general techniques of infrared quantitative analysis.

3-12 ASTM E1655, Practices for infrared multivariate quantitative analysis.

3-13 ASTM E2056, Practice for qualifying spectrometers and spectrophotometers for use in multivariate analyses, calibrated using surrogate mixtures.

۴ اصطلاحات و تعاریف

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

۱-۴

biodiesel

بیودیزل

سوخت تهیه شده از مونو آلکیل استرهای اسیدهای چرب با زنجیره بلند مشتق شده از روغن‌ها و چربی‌های گیاهی و حیوانی است و با علامت B100 نمایش داده می‌شود. ویژگی‌های بیودیزل مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۰۶۷ می‌باشد.

۲-۴

biodiesel blend,BXX

مخلوط بیودیزل (BXX)

مخلوط سوخت بیودیزل و سوخت دیزلی است که XX در آن نشاندهنده درصد حجمی بیودیزل در مخلوط است.

۳-۴

diesel fuel oil

سوخت دیزلی

منظور از سوخت دیزلی، نفت‌گاز مطابق استاندارد ملی ایران ۴۹۰۳ می‌باشد.

۴-۴

fatty acid methyl ester-FAME

متیل استراسیدهای چرب -FAME

سوخت بیودیزل به شکل متیل استر اسیدهای چرب با زنجیره بلند مشتق شده از روغن‌ها و چربی‌های گیاهی و حیوانی است.

۴-۵

Mid-Infrared spectroscopy

طیف سنجی مادون قرمز میانه

در این روش از ناحیه میانه مادون قرمز طیف‌سنج الکترومغناطیس (مطابق واژه نامه ASTM E131) استفاده می‌شود.

۵ اساس روش

۵-۱ ابتدا نمونه سوخت دیزلی یا مخلوط حاوی بیودیزل در سل نمونه مایع با اندازه طولی معین ریخته می‌شود. پرتو نور مادون قرمز، از میان نمونه روی آشکارساز منعکس شده و پاسخ آشکارساز اندازه‌گیری می‌شود. طول موج‌های طیف جذب که به شدت به بیودیزل یا مداخله‌گرها مربوط می‌شوند، برای آنالیز انتخاب می‌گردند. پاسخ آشکارساز برای سطوح انتخابی یا پیک‌های طیف‌سنجی ناشناخته، با استفاده از تحلیل ریاضی به غلظت بیودیزل تبدیل می‌شود.

۵-۲ در این روش آزمون دو نوع دستگاه طیف‌سنج قابل استفاده است:

۵-۲-۱ طیف‌سنج مادون قرمز میانه تبدیل فوریه^۱ مجهز به سل عبوری ثابت، قابل استفاده است. خط پایه اصلاح شده برای محدود کردن زمینه خطاهای خطی یا ثابت، به عنوان طیف جذبی در نظر گرفته می‌شود. برازش^۲ خطی کالیبراسیون بدون در نظر گرفتن اثر مداخله‌گرها محاسبه می‌شوند.

۵-۲-۲ طیف‌سنج مادون قرمز میانه مجهز به فیلتر^۳ و سل عبوری ثابت، قابل استفاده است. مقادیر جذب در طول موج‌های معین برای توسعه برازش خطی کالیبراسیون چندتایی استفاده می‌شود.

۶ تداخل‌ها^۴

۶-۱ منابع اصلی تداخل‌های طیفی اولیه، روغن‌های گیاهی یا چربی‌های حیوانی یا هردو هستند.

1- Fourier transform Mid-IR spectrometer
2- Regression
3- Filter-based Mid-IR spectrometer
4- Interferences

۲-۶ ترکیب هیدروکربنی سوخت دیزلی اثر مهمی بر مدل کالیبراسیون دارد. بنابراین برای یک مدل کالیبراسیون قوی، مهم است که از سوخت دیزلی موجود در مخلوط سوختی بیودیزل، در مجموعه کالیبراسیون استفاده شود.

۳-۶ طراحی مناسب ماتریس کالیبراسیون، به کارگیری روش‌های کالیبراسیون چند متغیره و الگوهای ارزیابی شرح داده شده در این استاندارد می‌تواند اثرات تداخلی را به حداقل برساند.

۴-۶ این روش تنها برای تعیین میزان FAME کاربرد دارد. با این روش نمی‌توان غلظت بیودیزل به شکل اتیل استر اسید چرب-FAEE را تعیین کرد.

۵-۶ آب نامحلول - وجود آب نامحلول در نمونه منجر به خطا در نتایج می‌گردد. نمونه‌های ابری یا اشباع شده با آب را از میان کاغذ فیلتر خشک عبور داده می‌شود تا قبل از ریخته شدن در سل نمونه، شفاف باشند.

۷ وسایل

۱-۷ طیف سنج مادون قرمز میانه

۱-۱-۷ طیف سنج مادون قرمز میانه تبدیل فوریه (FT-IR)

دستگاه مناسب برای این روش باید شامل منبع IR، سل مایع عبوری^۱، تداخل‌سنج روبشی^۲، آشکارساز تری-گلیسین سولفات دوتره شده^۳، مبدل آنالوگ به دیجیتال، ریزپردازنده^۴ باشد و روش وارد کردن نمونه نیز مشخص باشد. دستگاه باید ویژگی عملیاتی زیر را دارا باشد:

گستره روبش cm^{-1} (۶۵۰-۴۰۰۰)

تفکیک‌پذیری طیفی cm^{-1} ۴

تفکیک‌پذیری دیجیتال cm^{-1} ۱

یادآوری- برای دستیابی به تفکیک‌پذیری دیجیتال cm^{-1} ۱ برای طیف ثبت شده در cm^{-1} ۴، باید قبل از تبدیل فوریه تداخل‌سنج صفر شود. برای تنظیم صفر و دستیابی به این تفکیک‌پذیری، از دستورالعمل سازنده دستگاه FT-IR استفاده شود.

1- Liquid transmission cell
2- Scanning interferometer
3- Deuterated triglycine sulfates detector
4- Microprocessor

۸ مواد و / یا واکنشگرها

تمامی مواد شیمیایی و واکنشگرهای مورد استفاده باید دارای خلوص آزمایشگاهی^۱ باشند. آب مصرفی باید آب مقطر یا دیونیزه و یا آب دارای خلوص معادل آنها باشد. محلول‌های شستشو باید گاززدایی شوند و ممکن است چندین بار بدون اینکه روی جداسازی اثری داشته باشد، بازیافت شده و استفاده شوند.

هشدار: به مقررات ایمنی مربوط به جابجایی مواد خطرناک توجه نمایید. استفاده کننده از این مواد، باید از معیارهای ایمنی شخصی، سازمانی و فنی آگاه بوده و آنها را رعایت نماید.

۸-۱ استانداردهای مورد استفاده برای کالیبراسیون، کیفیت‌سنجی^۲ و استانداردهای بررسی کنترل کیفی^۳، از آنجائی که هدف این روش آزمون، تعیین میزان کمی FAME موجود در مخلوط‌های تجاری بیودیزل است، مواد مرجع شیمیایی استاندارد با خلوص بالا که مناسب برای به کارگیری مدل‌های کالیبراسیون چندمتغیره هستند، وجود ندارد.

۸-۱-۱ بیودیزل خالص (B100) مورد استفاده برای کالیبراسیون، کیفیت‌سنجی و استانداردهای بررسی کنترل کیفی، باید دارای ویژگی‌های استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۰۶۷ بوده و متیل استر اسید چرب تهیه شده از روغن سویا باشد. برای تعیین دقت این روش آزمون از B100 بدست آمده از روغن سویا استفاده شده که در پیوست ب اطلاعات مربوط به آن ارائه شده است.

۸-۱-۲ سوخت میان تقطیر مورد استفاده برای کالیبراسیون، کیفیت‌سنجی و استانداردهای بررسی کنترل کیفی، باید دارای ویژگی‌های استاندارد ملی ایران شماره ۴۹۰۳ بوده و عاری از بیودیزل و روغن اولیه مورد استفاده در تولید بیودیزل باشد و تا حد امکان نماینده واقعی محموله‌های پایه نفتی باشد که وجود آنها در مخلوط مورد آنالیز پیش‌بینی می‌شود. جهت اطلاعات بیشتر در مورد مواد کالیبراسیون به پیوست ب مراجعه شود.

۸-۱-۳ سوخت دیزلی مرجع با عدد ستان پایین^۴ (DCCF-Low)

۸-۱-۴ سوخت دیزلی مرجع با عدد ستان بالا^۵ (DCCF-High)

۸-۱-۵ نرمال هگزان، با خلوص آزمایشگاهی؛

۸-۱-۶ هگزادکان، با حداقل خلوص ۹۹٫۰ درصد حجمی.

1 -Analytical grade

2-Qualification

3-Quality control check

4- Diesel Cetane Check Fuel-Low

5- Diesel Cetane Check Fuel-High

- ۷-۱-۸ استن، با خلوص آزمایشگاهی؛
- ۸-۱-۸ تولوئن، با خلوص آزمایشگاهی؛
- ۹-۱-۸ سیکلوهگزان، با خلوص آزمایشگاهی؛
- ۱۰-۱-۸ متانول، با خلوص آزمایشگاهی؛
- ۱۱-۱-۸ حلال سه جزئی، مخلوطی حاوی حجم‌های مساوی از تولوئن، استن و متانول؛

۹ نمونه برداری و جابجایی نمونه

۹-۱ الزامات عمومی

- ۹-۱-۱ نمونه برداری از سوخت‌هایی که با این روش سنجش می‌شوند باید طبق استاندارد ملی ۴۱۸۹ یا ASTM D4177 انجام شوند. از روش "نمونه برداری با جایگزینی آب" استفاده نکنید.
- ۹-۱-۲ پیش از آزمون، نمونه‌ها را از گرمادهی اضافی حفظ کنید.
- ۹-۱-۳ آزمون را در ظرفی که امکان نشتی وجود دارد، نگهداری نکنید. اگر نشتی شناسایی شد، آزمون را دور ریخته و دوباره نمونه برداری انجام دهید.

۹-۲ جابجایی نمونه طی آنالیز

- ۹-۲-۱ قبل از آزمون، اجازه دهید که تمام نمونه‌ها به دمای معمول آزمایشگاه (15°C تا 27°C) برسد.
- ۹-۲-۲ بعد از آزمون، در صورت نیاز به نگهداری نمونه، ظرف را قبل از انبارداری درزبندی نمایید.

۱۰ کالیبراسیون و ارزیابی کیفی دستگاه

- ۱۰-۱ دستگاه را طبق روش شرح داده شده در پیوست الف کالیبره کنید. کالیبراسیون دستگاه می‌تواند قبل از تحویل دستگاه به کاربر توسط سازنده دستگاه انجام شود. این روش کیفیت‌سنجی را زمانی که دستگاه کالیبره می‌باشد، بکار برید.
- ۱۰-۲ این روش کیفیت‌سنجی را زمانی که برای اولین بار دستگاه مورد استفاده قرار می‌گیرد، به هنگام کالیبراسیون مجدد یا بعد از تعمیر دستگاه، انجام دهید. روش کیفیت‌سنجی در پیوست الف شرح داده شده است.

۱۱ بررسی‌های کنترل کیفی

۱-۱۱ هر روز در زمان استفاده از دستگاه، عملکرد دستگاه را با استفاده از اندازه‌گیری غلظت حداقل یک نمونه با غلظت معینی از بیودیزل و بررسی آماری، کنترل کنید. آماده‌سازی نمونه حاوی غلظت معینی از بیودیزل را طبق بند ۱-۱-۱۱ و ۲-۱-۱۱ انجام دهید. برای اطلاع از جزئیات کنترل کیفیت و نمودار کنترلی به ASTM D6299 مراجعه کنید.

۱-۱-۱۱ استانداردهای حاوی غلظت معینی از بیودیزل با وزنی طبق بند الف-۱-۱ آماده‌سازی شده و درصد حجمی آن‌ها با اندازه‌گیری دانسیته (طبق بند ۱۳) تعیین شود. برای هر گستره کالیبراسیون، باید حداقل یک استاندارد آماده شود. برای مثال ممکن است برای گستره کالیبراسیون پایین از محلول ۲٪ حجمی و برای گستره کالیبراسیون بالا از محلول ۲۰٪ حجمی استفاده شود. همچنین استانداردهای اضافی شامل ۰٪ حجمی ممکن است برای بررسی کنترل کیفی استفاده شوند.

۲-۱-۱۱ استانداردها باید با حجم کافی تهیه شوند تا حداقل ۳۰ اندازه‌گیری کنترل کیفی، روی یک محموله انجام گیرد. برای اطمینان از اینکه تمام آنالیزهای نمونه‌های کنترل کیفی، از یک بهر^۱ معین و ضرورتاً روی مواد یکسانی انجام شده‌اند، آن‌ها را به طور مناسبی بسته‌بندی و نگهداری کنید.

۲-۱۱ اگر درصد حجمی بیودیزل برای نمونه کنترل کیفی از حد عملیاتی شرح داده شده در ASTM D6299 یا معادل آن تجاوز می‌کند، سیستم اندازه‌گیری خارج از کنترل خواهد بود و تا زمانی که علت این رفتار مشخص نشده و اصلاح نشده است، نمی‌تواند برای تخمین غلظت بیودیزل استفاده شود.

۳-۱۱ اگر برای اصلاح رفتار خارج از کنترل، نیاز به تعمیر دستگاه و کالیبراسیون مجدد آن می‌باشد، کیفیت‌سنجی عملکرد دستگاه (شرح داده شد در بند الف-۴) باید قبل از اینکه سیستم برای اندازه‌گیری میزان بیودیزل در نمونه استفاده شود، انجام گیرد.

۱۲ روش آزمون

۱-۱۲ روش FT-IR

۱-۱-۱۲ اگر دستگاه FT-IR استفاده می‌شود، با استفاده از میزان کافی از حلال، سل و مسیره‌های ورودی-خروجی (طبق بند ۸-۱-۱۱) را از سوخت پاکسازی^۲ نمایید.

1- Lot
2- Flushing

۱۲-۱-۲ طیف پس‌زمینه^۱

طیف مادون قرمز تک‌پرتوی^۲ را برای هوای خشک ثبت نمایید. این طیف به مدت ۶ ساعت به عنوان طیف پس‌زمینه قابل استفاده است.

۱۲-۱-۳ قبل از انجام آزمون بر روی نمونه‌های مجهول، با جمع‌آوری طیف استانداردهای کنترل کیفی و مقایسه غلظت تخمین زده شده برای بیودیزل، با استفاده از مقدار مشخص غلظت استانداردهای QC، عملکرد دستگاه را بررسی کنید. میزان کافی از استاندارد را در سل بریزید و اطمینان حاصل کنید که با حداقل سه برابر حجم مرده، سامانه قرارگیری نمونه شسته می‌شود.

۱۲-۱-۴ قبل از آزمون، دمای نمونه سوخت نامشخص را با دمای معمول آزمایشگاه (۱۵°C تا ۲۷°C) هم‌دم کنید.

۱۲-۱-۵ میزان کافی از نمونه سوخت را به سل منتقل کنید و اطمینان حاصل کنید که با حداقل سه برابر حجم مرده، محل قرارگیری نمونه شسته می‌شود.

۱۲-۱-۶ پاسخ دیجیتالی طیف نمونه سوخت را در ناحیه عدد موجی 4000cm^{-1} تا 650cm^{-1} بدست آورید.

۱۲-۱-۷ طیف جذب را اندازه‌گیری کنید و حداکثر مقدار پیک جذب را در ناحیه 1765cm^{-1} تا 1720cm^{-1} یادداشت کنید.

۱۲-۱-۸ زدودن باقیمانده بیودیزل و سوخت حاوی غلظت‌های بالای بیودیزل، از سطح سل دشوار است. سل را چندین بار با استفاده از نمونه مورد آزمون پر و خالی کنید یا بین آزمون نمونه‌ها از شستشو با حلال استفاده نمایید. در موارد مشکوک، بندهای ۱۲-۱-۶ تا ۱۲-۱-۸ را تکرار کنید و نتایج را مقایسه کنید تا از مناسب بودن پاکسازی اطمینان حاصل شود.

۱۲-۱-۹ برای دستگاه FT-IR با استفاده از مرحله اصلاح خط پایه و برازش خطی کالیبراسیون، غلظت بیودیزل را با در نظر گرفتن مدل‌های کالیبراسیون شرح داده شده در بند الف-۳ و مراحل زیر، تعیین کنید.

۱۲-۱-۹-۱ اگر میزان جذب (تعیین شده در بند ۱۲-۱-۸) کوچکتر یا مساوی 1.0 است، طیف جذب خط پایه اصلاح شده را محاسبه کنید. خط پایه از طریق مقادیر جذب در عدد موج‌های 1708cm^{-1} و 1785cm^{-1} تعیین می‌شود. سطح را از عدد موج 1713cm^{-1} تا 1784cm^{-1} محاسبه کنید. غلظت بیودیزل را از طریق به-کارگیری برازش خطی کالیبراسیون غلظت پایین تخمین بزنید (به بند الف-۳-۳ مراجعه شود).

۱۲-۱-۹-۲ اگر میزان جذب (تعیین شده در بند ۱۲-۱-۷) بیش از 1.0 است، طیف جذب خط پایه اصلاح شده را محاسبه کنید. خط پایه از طریق مقادیر جذب در عدد موج‌های 1126cm^{-1} و 1220cm^{-1} تعریف

1- Background spectrum

2- Single beam infrared spectrum

می‌شود. سطح را از عدد موج‌های 1126cm^{-1} تا 1220cm^{-1} محاسبه کنید. غلظت بیودیزل را با به کارگیری برآزش خطی کالیبراسیون غلظت بالا تخمین بزنید (به بند الف-۳-۳ مراجعه شود).

۱۲-۲ دستگاه‌های مادون قرمز میانه مجهز به فیلتر

۱۲-۲-۱ پیش از آزمون، دمای نمونه سوخت مجهول را به دمای معمول آزمایشگاه (15°C تا 27°C) برسانید.

۱۲-۲-۲ میزان کافی از نمونه سوخت را به سل منتقل کنید و اطمینان حاصل کنید که با حداقل سه برابر حجم مرده، سامانه قرارگرفتن نمونه شسته می‌شود.

۱۲-۲-۳ برای دستگاه آزمون IR میانه مجهز به فیلتر، غلظت بیودیزل را با استفاده از مدل‌های کالیبراسیون شرح داده شده در بند الف-۴ با مراحل زیر بدست آورید.

۱۲-۲-۳-۱ غلظت FAME را با استفاده از معادله عمومی بند الف-۴-۲ تخمین بزنید.

۱۲-۲-۳-۲ اگر غلظت FAME تخمین زده شده کوچکتر یا مساوی ۶ درصد حجمی باشد، از معادله غلظت کم در بند الف-۴-۳ برای تعیین میزان FAME استفاده کنید.

۱۲-۲-۳-۳ اگر غلظت FAME تخمین زده شده بیشتر از ۶ درصد حجمی و کوچکتر یا مساوی ۳۰ درصد حجمی باشد، از معادله غلظت بالا در بند الف-۴-۴ برای تعیین میزان FAME استفاده کنید.

۱۲-۲-۳-۴ دقت آنالیز ممکن است سبب شود نتیجه بدست آمده از کالیبراسیون در گستره باریک با نتایج بدست آمده در مرز مشترک گستره کامل کالیبراسیون و کالیبراسیون گستره باریک (نمونه ۶ درصد حجمی) تطابق نداشته باشند. اگر تجدیدپذیری این نتایج از نظر آماری با هم تطابق داشته باشند می‌توانید از کالیبراسیون در گستره باریک استفاده کنید.

اگر دو نتیجه حاصل از کالیبراسیون کامل و کالیبراسیون در گستره باریک با هم مطابقت نداشته باشند، عملکرد دستگاه را با استفاده از استاندارد کنترلی، بررسی نمایید.

۱۳ محاسبه

۱۳-۱ تبدیل به درصد حجمی بیودیزل

برای تبدیل استانداردهای کالیبراسیون و کیفیت سنجی به درصد حجمی از فرمول ۱ استفاده کنید:

$$V_b = M_b \left(\frac{D_f}{D_b} \right) \quad (1)$$

که در آن :

V_b درصد حجمی بیودیزل

M_b درصد جرمی بیودیزل

D_f دانسیته نسبی استانداردهای کالیبراسیون و کیفیت سنجی در دمای $15,56^\circ\text{C}$ که طبق روش استاندارد ملی ۱۹۷ یا استاندارد ملی ۱۰۶۶۲ اندازه گیری شده است.

D_b دانسیته نسبی سوخت حاوی بیودیزل در دمای $15,56^\circ\text{C}$ که طبق روش استاندارد ملی ۱۹۷ یا استاندارد ملی ۱۰۶۶۲ اندازه گیری شده است.

۱۳-۲ محاسبه مساحت پیک

برای محاسبه مساحت پیک از فرمول ۲ استفاده کنید:

$$A_{v_1-v_2} = \sum_{i=v_1}^{v_2-1} \frac{x_i + x_{i+1}}{2} \quad (2)$$

که در آن :

$A_{v_1-v_2}$ مساحت طیف جذب در محدوده V_1 تا V_2 ؛

v عدد موج بر حسب cm^{-1} ؛

x_i جذب در عدد موج i ؛

i اندیس شمارش.

۱۳-۳ این روش برای نمونه‌هایی که بیودیزل موجود در آن‌ها دارای منبع مشابه با بیودیزل مورد استفاده در کالیبراسیون باشد، دارای دقت زیادی است. در غیر این صورت، نتیجه آنالیز باید با استفاده از ضریب $(D_{cal}/MW_{cal}) \times (MW_{unk}/D_{unk})$ تصحیح شود.

که در آن :

MW_{cal} وزن مولکولی بیودیزل مورد استفاده در کالیبراسیون؛

MW_{unk} وزن مولکولی بیودیزل نمونه مجهول؛

D_{cal} دانسیته بیودیزل مورد استفاده در کالیبراسیون؛

D_{unk} دانسیته بیودیزل نمونه مجهول

۱۴ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید دارای آگاهی‌های زیر باشد:

۱-۱۴ تمام آگاهی‌های لازم برای تشخیص کامل نمونه؛

۲-۱۴ روش نمونه‌برداری استفاده شده؛

۳-۱۴ روش آزمون طبق این استاندارد ملی ایران؛

۴-۱۴ شرایط موثر روی نتایج که در طول مدت آزمون اعمال شده لیکن در این استاندارد شرح داده نشده و یا در آن به صورت انتخابی مطرح شده‌اند؛

۵-۱۴ نتایج آزمون بدست آمده برحسب درصد حجمی بیودیزل با تقریب $\pm 0.1\%$ ؛

۶-۱۴ محل آزمایش؛

۷-۱۴ تاریخ انجام آزمایش؛

۸-۱۴ نام و نام‌خانوادگی و امضای آزمایش‌کننده.

۱۵ دقت^۱ و اریبی^۲

۱-۱۵ دقت

دقت نتایج این روش که با تحلیل آماری نتایج آزمون‌های بین آزمایشگاهی تعیین شده است به شرح زیر است:

یادآوری- دقت این روش از طریق بررسی نتایج مطالعات بین آزمایشگاهی به دست آمده که در آن هشت نمونه به صورت دوبار تکرار در سه دستگاه مختلف در یک آزمایشگاه، توسط چهار نفر آزمون شده‌اند. FAME با دو سوخت نفت‌گاز مختلف مخلوط شده و نمونه‌هایی با درصد FAME از ۲٪ حجمی تا ۲۱٪ حجمی تهیه شده‌اند. FAME مورد استفاده از تری-گلیسریدهای سویا یا کلزا تهیه شده است. برای بررسی دقت دستگاه مجهز به فیلتر، ۳۰ نمونه به صورت دوبار تکرار در یک دستگاه در یک آزمایشگاه، توسط یک نفر آزمون شده‌اند. FAME با دو سوخت نفت‌گاز مختلف مخلوط شده و نمونه‌هایی با درصد FAME از ۰٪ حجمی تا ۲۷٪ حجمی تهیه شده‌اند. FAME مورد استفاده از تری‌گلیسریدهای سویا تهیه شده است.

۱۵-۲ تکرار پذیری

۱۵-۲-۱ برای دستگاه FT-IR با استفاده از برازش خطی

برای غلظت بیودیزل بین ۲٪ حجمی و ۲۲٪ حجمی، تکرارپذیری هنگامی برقرار است که اختلاف بین دو نتیجه آزمون مستقل بدست آمده از روشی یکسان، بر روی نمونه‌ای مشخص، در یک آزمایشگاه و توسط یک نفر، با استفاده از وسایل یکسان و فاصله زمانی اندک، حداکثر در یک مورد از بیست مورد بیشتر از $(X \pm 0.3)$ درصد حجمی باشد، که در آن X غلظت اندازه‌گیری شده بیودیزل است. در حال حاضر بررسی بین-آزمایشگاهی برای تعیین تکرارپذیری در دست انجام است.

۱۵-۲-۲ برای دستگاه مجهز به فیلتر با استفاده از برازش خطی

برای غلظت بیودیزل بین ۰٪ حجمی و ۲۸٪ حجمی، تکرارپذیری هنگامی برقرار است که اختلاف بین دو نتیجه آزمون مستقل بدست آمده از روشی یکسان، بر روی نمونه‌ای مشخص، در یک آزمایشگاه و توسط یک نفر، با استفاده از وسایل یکسان و فاصله زمانی اندک، حداکثر در یک مورد از بیست مورد بیشتر از $(X \pm 0.34)$ درصد حجمی باشد، که در آن X غلظت اندازه‌گیری شده بیودیزل است. در حال حاضر بررسی بین‌آزمایشگاهی برای تعیین تکرارپذیری در دست انجام است.

1- Precision
2- Bias

۱۵-۳ تجدیدپذیری

۱۵-۳-۱ برای دستگاه FT-IR با استفاده از برازش خطی

در حال حاضر بررسی جامع بین‌آزمایشگاهی برای تعیین تجدیدپذیری در دست انجام است.

۱۵-۳-۲ برای دستگاه مجهز به فیلتر با استفاده از برازش خطی

در حال حاضر بررسی جامع بین‌آزمایشگاهی برای تعیین تجدیدپذیری در دست انجام است.

۱۵-۴ اریبی

به دلیل عدم امکان تعریف ماده مرجع مناسب در برنامه آزمون بین‌آزمایشگاهی، اریبی در این روش تعیین نگردیده است.

پیوست الف

(اجباری)

کالیبراسیون و کیفیت سنجی دستگاه

در این پیوست، اطلاعاتی در ارتباط با کالیبراسیون و کیفیت سنجی دستگاه ارائه شده است.

الف-۱- ماتریس کالیبراسیون

استانداردهای کالیبراسیون باید در شرایط مناسب، مطابق استاندارد ملی ۱۹۴۵۱ یا ASTM D5854 آماده-سازی شوند. در جایی که امکان پذیر باشد از مخلوط‌های با ویژگی‌های استاندارد ملی ۴۹۰۳ (برای ترکیبات نفت‌گاز) و استاندارد ملی ۲۰۰۶۷ (برای ترکیبات بیودیزل B100) استفاده کنید. برای انتخاب ترکیبات مخلوط به پیوست ب مراجعه شود.

الف-۱-۱- ماتریس‌های کالیبراسیون برای دستگاه‌های FT-IR و فیلتر با استفاده از سل عبوری

برای دستیابی به دقت و صحت بالا در کالیبراسیون با استفاده از مدل برازش خطی، دو مجموعه کالیبراسیون بیودیزل را مطابق جدول الف-۱ تهیه کنید. مجموعه اول شامل نمونه‌های حاوی ۰٪ حجمی تا ۷٪ حجمی بیودیزل است. مجموعه دوم شامل نمونه‌های حاوی ۷٪ حجمی تا ۳۰٪ حجمی بیودیزل است.

الف-۱-۲ چگالی هر یک از ترکیباتی را که باید مخلوط شوند و هر یک از استانداردهای کالیبراسیون را مطابق استاندارد ملی ۱۹۷ یا استاندارد ملی ۱۰۶۶۲ تعیین کنید.

الف-۱-۳ با استفاده از فرمول ۱ در بند ۱۳-۱، درصد جرمی بیودیزل را به درصد حجمی تبدیل کنید. اگر چگالی استانداردهای کالیبراسیون قابل اندازه‌گیری نمی‌باشند، می‌توان از روش تبدیل به درصد حجمی با استفاده از چگالی ترکیبات تشکیل‌دهنده (استاندارد ملی ۱۹۷ یا استاندارد ملی ۱۰۶۶۲) استفاده کرد.

الف-۲- شناسایی طول مسیر سل عبوری

برای تعیین طول مسیر سل در دستگاه FT-IR از سیکلوهگزان استفاده کنید. میزان حداکثر جذب پیک را در 862cm^{-1} با در نظر گرفتن بعد افقی به عنوان خط پایه، تعیین کنید. گستره حداکثر جذب پیک باید 1.0 ± 0.33 باشد. طول مسیر را با استفاده از فرمول زیر محاسبه کنید:

$$P = (h/10.22) - 0.03 \quad \text{(الف-۱)}$$

که در آن :

P = طول مسیر سل نمونه ، mm و
 h = حداکثر جذب پیک در 862 cm^{-1} .

الف-۳ کالیبراسیون دستگاه FT-IR

الف-۳-۱ پیش از آزمون، تمام نمونه‌ها را به دمای متداول آزمایشگاه (15°C تا 27°C) برسانید. سل نمونه را با استاندارد کالیبراسیون مطابق با ASTM E168 یا مطابق دستورالعمل سازنده دستگاه، پر کنید.

الف-۳-۲ با استفاده از طیف‌سنج FT-IR، داده‌های طیفی ثبت شده را برای هر یک از استانداردهای کالیبراسیون، در ناحیه فرکانس از 4000 cm^{-1} تا 650 cm^{-1} بدست آورید. طیف مادون قرمز را طبق فرمول زیر محاسبه کنید:

$$I = -\log\left(\frac{A}{B}\right) \quad \text{(الف-۲)}$$

که در آن :

I طیف مادون قرمز؛

A طیف مادون قرمز پرتو منفرد بدست آمده با یک نمونه ؛

B طیف مادون قرمز پرتو منفرد بدست آمده با هوای خشک.

یک طیف مادون قرمز پرتو منفرد بدست آمده با هوای خشک (یا نیتروژن) به مدت ۶h قابل استفاده است و بعد از آن باید مجدداً بدست آید.

الف-۳-۳ دو برازش کالیبراسیون مجزا باید تهیه شود. ثابت‌های کالیبراسیون را با طول مسیر سل استفاده شده با تقریب 1 mm یا 0.1 یادداشت کنید. کالیبراسیون می‌تواند با سل‌های نمونه با نوع یکسان انجام شود. در حالتی که سل نمونه تعویض می‌شود، طول مسیر سل را مطابق بند الف-۲ مجدداً تعیین کنید. ضریب برازش شده (شیب و عرض از مبدا) خط برازش بدست آمده از بند الف-۳-۳-۱ و الف-۳-۳-

۲-۳) را در ضریبی که از محاسبه نسبت طول مسیر سل قدیمی به طول مسیر سل جدید بدست می آید، ضرب کنید و مجدداً ثابت‌های جدید را با طول مسیر سل جدید، ثبت کنید.

الف-۳-۳-۱ برازش خطی کالیبراسیون در غلظت کم را با استفاده از طیف بدست آمده از نمونه‌ها در مجموعه کالیبراسیون A جدول الف-۱ انجام دهید. برای داده‌های طیف‌سنجی FT-IR، طیف جذبی تصحیح شده براساس خط پایه دو نقطه‌ای^۱ بدست آمده از 1708cm^{-1} تا 1785cm^{-1} را محاسبه کنید. سپس مساحت بین 1708cm^{-1} و 1785cm^{-1} را محاسبه کنید. از برازش خطی حداقل مربعات برای محاسبه ثابت‌های کالیبراسیون استفاده کنید.

الف-۳-۳-۲ برازش خطی کالیبراسیون در غلظت زیاد را با استفاده از طیف بدست آمده از نمونه‌ها در مجموعه کالیبراسیون B جدول الف-۱ انجام دهید. برای داده‌های طیف‌سنجی FT-IR، طیف جذبی تصحیح شده براساس خط پایه دو نقطه‌ای بدست آمده از 1126cm^{-1} تا 1225cm^{-1} را محاسبه کنید. سپس مساحت بین 1126cm^{-1} و 1225cm^{-1} را محاسبه کنید. از برازش خطی حداقل مربعات برای محاسبه ثابت‌های کالیبراسیون استفاده کنید.

الف-۴ کالیبراسیون دستگاه مجهز به فیلتر

الف-۴-۱ با استفاده از طیف‌سنج مجهز به فیلتر میزان جذب را در فرکانس‌های تعیین شده در جدول ۱ بدست آورید.

الف-۴-۲ با استفاده از برازش خطی دوجزئی به منظور تعیین ضریب کالیبراسیون از داده‌های کالیبراسیون بدست آمده در بند الف-۳-۳ و داده‌های غلظت مجموعه A و B (جدول الف-۱)، یک معادله عمومی برای پیش‌بینی غلظت FAME، برای دستگاه‌های مجهز به فیلتر بنویسید.

$$C_{UP} = C_1 \cdot A_1 + C_2 \cdot A_2 + \dots + I_{UP} \quad (\text{الف-۳})$$

که در آن :

C_{UP} = غلظت FAME بر حسب درصد حجمی، پیش‌بینی شده با استفاده از معادله فوق،

C_x = ضریب تصحیح تعیین شده از آنالیز برازش خطی دوجزئی برای نمونه‌های کالیبراسیون،

A_x = جذب نمونه اندازه‌گیری شده در فیلتر X، و

I_{UP} = عرض از مبدا حاصل از آنالیز برازش خطی دوجزئی.

الف-۴-۲-۱ معادله عمومی پیش‌بینی برای تخمین غلظت FAME در نمونه استفاده می‌شود، بنابراین معادله کالیبراسیون بر پایه گستره مناسب غلظت می‌تواند کاربرد داشته باشد.

الف-۴-۳ با استفاده از برازش خطی دوجزئی به منظور تعیین ضریب کالیبراسیون از داده‌های کالیبراسیون بدست آمده در بند الف-۳-۳ و داده‌های غلظت مجموعه A (جدول الف-۱)، یک معادله برای پیش‌بینی غلظت‌های پایین FAME بنویسید.

$$C_L = D_1 \cdot A_1 + D_2 \cdot A_2 + \dots + I_L \quad (\text{الف-۴})$$

که در آن :

C_L غلظت FAME برحسب درصد حجمی؛

D_x ضریب تصحیح تعیین شده از برازش خطی دوجزئی برای نمونه‌های کالیبراسیون؛

A_x جذب نمونه اندازه‌گیری شده در فیلتر X؛

I_L عرض از مبدا حاصل از آنالیز برازش خطی دوجزئی.

جدول الف-۱- مجموعه‌های A و B کالیبراسیون دستگاه

نمونه	پیودیزل (% حجمی)	ماتریس	مجموعه A	مجموعه B
۱	۰/۰۰	هگزادکان	X	
۲	۰/۲۵	هگزادکان	X	
۳	۰/۵۰	هگزادکان	X	
۴	۱/۰۰	هگزادکان	X	
۵	۱/۵۰	هگزادکان	X	
۶	۲/۰۰	هگزادکان	X	
۷	۲/۵۰	هگزادکان	X	
۸	۳/۰۰	هگزادکان	X	
۹	۴/۰۰	هگزادکان	X	
۱۰	۵/۰۰	هگزادکان	X	
۱۱	۶/۰۰	هگزادکان	X	X

×		هگزادکان	۹,۰۰	۱۲
×		هگزادکان	۱۰,۰۰	۱۳
مجموعه B	مجموعه A	ماتریس	بیودیزل (% حجمی)	نمونه
×		هگزادکان	۱۵,۰۰	۱۴
×		هگزادکان	۲۰,۰۰	۱۵
×		هگزادکان	۲۱,۰۰	۱۶
×		هگزادکان	۲۵,۰۰	۱۷
×		هگزادکان	۲۷,۵۰	۱۸
×		هگزادکان	۳۰,۰۰	۱۹
	×	کم -DCCF	۰,۰۰	۲۰
	×	کم -DCCF	۰,۲۵	۲۱
	×	کم -DCCF	۰,۵۰	۲۲
	×	کم -DCCF	۱,۰۰	۲۳
	×	کم -DCCF	۱,۵۰	۲۴
	×	کم -DCCF	۲,۰۰	۲۵
	×	کم -DCCF	۲,۵۰	۲۶
	×	کم -DCCF	۳,۰۰	۲۷
	×	کم -DCCF	۴,۰۰	۲۸
	×	کم -DCCF	۵,۰۰	۲۹
×	×	کم -DCCF	۶,۰۰	۳۰
×		کم -DCCF	۹,۰۰	۳۱
×		کم -DCCF	۱۰,۰۰	۳۲
×		کم -DCCF	۱۲,۰۰	۳۳
×		کم -DCCF	۱۵,۰۰	۳۴
×		کم -DCCF	۱۸,۰۰	۳۵
×		کم -DCCF	۱۹,۰۰	۳۶

×		کم -DCCF	۲۰,۰۰	۳۷
×		کم -DCCF	۲۱,۰۰	۳۸
مجموعه B	مجموعه A	ماتریس	بیودیزل (% حجمی)	نمونه
×		کم -DCCF	۲۵,۰۰	۳۹
×		کم -DCCF	۲۷,۵۰	۴۰
×		کم -DCCF	۳۰,۰۰	۴۱
	×	زیاد -DCCF	۰,۰۰	۴۲
	×	زیاد -DCCF	۰,۲۵	۴۳
	×	زیاد -DCCF	۰,۵۰	۴۴
	×	زیاد -DCCF	۱,۰۰	۴۵
	×	زیاد -DCCF	۱,۵۰	۴۶
	×	زیاد -DCCF	۲,۰۰	۴۷
	×	زیاد -DCCF	۲,۵۰	۴۸
	×	زیاد -DCCF	۳,۰۰	۴۹
	×	زیاد -DCCF	۴,۰۰	۵۰
	×	زیاد -DCCF	۵,۰۰	۵۱
×	×	زیاد -DCCF	۶,۰۰	۵۲
×		زیاد -DCCF	۹,۰۰	۵۳
×		زیاد -DCCF	۱۰,۰۰	۵۴
×		زیاد -DCCF	۱۲,۰۰	۵۵
×		زیاد -DCCF	۱۵,۰۰	۵۶
×		زیاد -DCCF	۱۸,۰۰	۵۷
×		زیاد -DCCF	۱۹,۰۰	۵۸
×		زیاد -DCCF	۲۰,۰۰	۵۹
×		زیاد -DCCF	۲۱,۰۰	۶۰
×		زیاد -DCCF	۲۵,۰۰	۶۱

×		DCCF- زیاد	۲۷,۵۰	۶۲
×		DCCF- زیاد	۳۰,۰۰	۶۳

الف-۳-۴-۱ معادله کالیبراسیون برای پیش‌بینی درصدهای پایین غلظت FAME، در نمونه‌های حاوی ۶ درصد حجمی یا کمتر (تعیین شده با معادله عمومی پیش‌بینی الف-۳) استفاده می‌شود.

الف-۴-۴ با استفاده از برازش خطی دوجزئی به منظور تعیین ضریب کالیبراسیون از داده‌های کالیبراسیون بدست آمده در بند الف-۳-۳ و داده‌های غلظت مجموعه B (جدول الف-۱)، یک معادله برای پیش‌بینی غلظت‌های بالای FAME بنویسید.

$$C_H = E_1 \cdot A_1 + E_2 \cdot A_2 + \dots + I_H \quad (\text{الف-۵})$$

که در آن :

C_H غلظت FAME برحسب درصد حجمی؛

E_x ضریب تصحیح تعیین شده از برازش خطی دوجزئی برای نمونه‌های کالیبراسیون؛

A_x جذب نمونه اندازه‌گیری شده در فیلتر X؛

I_L عرض از مبدا حاصل از آنالیز برازش خطی دوجزئی.

الف-۴-۴-۱ معادله کالیبراسیون برای پیش‌بینی درصدهای بالای غلظت FAME در نمونه‌های حاوی >۶ درصد حجمی و ≥ 30 درصد حجمی (تعیین شده با معادله عمومی پیش‌بینی الف-۳) استفاده می‌شود.

الف-۵ کیفیت‌سنجی عملکرد دستگاه مجهز به فیلتر

پس از انجام کالیبراسیون، دستگاه کالیبره شده موردنظر باید برای اطمینان از صحت و دقت عملکرد دستگاه در اندازه‌گیری میزان بیودیزل، در حضور ترکیبات معمول سوخت موتور اشتعال-تراکمی (دیزلی) که در غلظت‌های معمول تداخل‌های طیفی ایجاد می‌کنند، ارزیابی شود. این کیفیت‌سنجی زمانی باید انجام گیرد که دستگاه تازه راه اندازی شده، مجدداً کالیبره شده یا تعمیر شده است.

الف-۵- ۱- آماده‌سازی نمونه‌های کیفیت‌سنجی

استانداردهای کیفیت‌سنجی چندجزئی بیودیزل را از طریق توزین براساس استاندارد ملی شماره ۱۹۴۵۱ یا ASTM D5854 تهیه کنید. این استانداردها بایستی مشابه مخلوط‌های مورد استفاده در مجموعه کالیبراسیون باشند، ولی لزومی ندارد که با آنها یکسان باشند. نمونه‌های ارزیابی را به گونه‌ای آماده کنید که غلظت بیودیزل و ترکیبات تداخل‌گر در آنها دارای حداقل ۹۵٪ همپوشانی با غلظت‌های استفاده شده در استانداردهای کالیبراسیون داشته باشند. تعداد استانداردهای لازم که در مدرک ASTM E1655 پیشنهاد شده‌اند به طور کلی حدود سه برابر تعداد متغیرهای مستقل در معادله کالیبراسیون خواهد بود.

الف-۵- ۲- استفاده از داده‌های کیفیت‌سنجی

برای هر یک از استانداردهای کیفیت‌سنجی، غلظت بیودیزل را برحسب درصدحجمی (طبق روش بند ۱۲) اندازه‌گیری کنید. کفایت عملکرد دستگاه را با روش‌های مشابه مدرک ASTM E2056 بررسی کنید.

الف-۵- ۳- خطای استاندارد کیفیت‌سنجی^۱ (SEQ) را طبق فرمول زیر محاسبه کنید:

$$SEQ = \sqrt{\sum_{i=1}^q (\hat{y}_i - y_i)^2 / q} \quad \text{(الف-۶)}$$

که در آن :

q تعداد مخلوط‌های کیفیت‌سنجی تهیه شده؛

y_i غلظت جزء برای نمونه کیفیت‌سنجی i؛

\hat{y}_i تخمین غلظت برای نمونه کیفیت‌سنجی i.

1- Standard error of qualification

الف-۵-۳-۱ میزان F با تقسیم SEQ به $PSEQ$ (خطای استاندارد تجمعی کیفیت‌سنجی^۱ برای دستگاه‌های مورد بررسی) محاسبه می‌شود. مقدار F با در نظر گرفتن درجه آزادی q در محور افقی و درجه $DOF(PSEQ)$ در محور عمودی، با F بحرانی مقایسه می‌شود. مقادیر $PSEQ$ و $DOF(PSEQ)$ در جدول الف-۲ و مقدار F بحرانی در جدول الف-۳ ذکر شده‌اند.

الف-۵-۳-۲ اگر میزان F کمتر یا مساوی با F بحرانی در جدول باشد، دستگاه برای انجام آزمون مورد تایید است.

الف-۵-۳-۳ اگر میزان F بیش از F بحرانی در جدول باشد، دستگاه برای انجام آزمون مورد تایید نمی‌باشد.

جدول الف-۲ خطای استاندارد تجمعی کیفیت‌سنجی برای دستگاه مجهز به فیلتر

	کالیبراسیون دستگاه مادون قرمز مجهز به فیلتر طبق این استاندارد ملی
PSEQ	
DOF	

1- Pooled standard error of qualification

جدول الف-۳ عدد F بحرانی

Denominator درجه آزادی	۷	۸	۹	۱۰	۱۲	۱۴	۱۶	۱۸	۲۰	۲۵	۳۰	۴۰	۵۰	۱۰۰
۷	۳,۷۹	۳,۷۳	۳,۶۸	۳,۶۴	۳,۵۷	۳,۵۳	۳,۴۹	۳,۴۷	۳,۴۴	۳,۴۰	۳,۳۸	۳,۳۴	۳,۳۲	۳,۲۷
۸	۳,۵۰	۳,۴۴	۳,۳۹	۳,۳۵	۳,۲۸	۳,۲۴	۳,۲۰	۳,۱۷	۳,۱۵	۳,۱۱	۳,۰۸	۳,۰۴	۳,۰۲	۲,۹۷
۹	۳,۲۹	۳,۲۳	۳,۱۸	۳,۱۴	۳,۰۷	۳,۰۳	۲,۹۹	۲,۹۶	۲,۹۴	۲,۸۹	۲,۸۶	۲,۸۳	۲,۸۰	۲,۷۶
۱۰	۳,۱۴	۳,۰۷	۳,۰۲	۲,۹۸	۲,۹۱	۲,۸۶	۲,۸۳	۲,۸۰	۲,۷۷	۲,۷۳	۲,۷۰	۲,۶۶	۲,۶۴	۲,۵۹
۱۱	۳,۰۱	۲,۹۵	۲,۹۰	۲,۸۵	۲,۷۹	۲,۷۴	۲,۷۰	۲,۶۷	۲,۶۵	۲,۶۰	۲,۵۷	۲,۵۳	۲,۵۱	۲,۴۶
۱۲	۲,۹۱	۲,۸۵	۲,۸۰	۲,۷۵	۲,۶۹	۲,۶۴	۲,۶۰	۲,۵۷	۲,۵۴	۲,۵۰	۲,۴۷	۲,۴۳	۲,۴۰	۲,۳۵
۱۳	۲,۸۳	۲,۷۷	۲,۷۱	۲,۶۷	۲,۶۰	۲,۵۵	۲,۵۱	۲,۴۸	۲,۴۶	۲,۴۱	۲,۳۸	۲,۳۴	۲,۳۱	۲,۲۶
۱۴	۲,۷۶	۲,۷۰	۲,۶۵	۲,۶۰	۲,۵۳	۲,۴۸	۲,۴۴	۲,۴۱	۲,۳۹	۲,۳۴	۲,۳۱	۲,۲۷	۲,۲۴	۲,۱۹
۱۵	۲,۷۱	۲,۶۴	۲,۵۹	۲,۵۴	۲,۴۸	۲,۴۲	۲,۳۸	۲,۳۵	۲,۳۳	۲,۲۸	۲,۲۵	۲,۲۰	۲,۱۸	۲,۱۲
۱۶	۲,۶۶	۲,۵۹	۲,۵۴	۲,۴۹	۲,۴۲	۲,۳۷	۲,۳۳	۲,۳۰	۲,۲۸	۲,۲۳	۲,۱۹	۲,۱۵	۲,۱۲	۲,۰۷
۱۷	۲,۶۱	۲,۵۵	۲,۴۹	۲,۴۵	۲,۳۸	۲,۳۳	۲,۲۹	۲,۲۶	۲,۲۳	۲,۱۸	۲,۱۵	۲,۱۰	۲,۰۸	۲,۰۲
۱۸	۲,۵۸	۲,۵۱	۲,۴۶	۲,۴۱	۲,۳۴	۲,۲۹	۲,۲۵	۲,۲۲	۲,۱۹	۲,۱۴	۲,۱۱	۲,۰۶	۲,۰۴	۱,۹۸
۱۹	۲,۵۴	۲,۴۸	۲,۴۲	۲,۳۸	۲,۳۱	۲,۲۶	۲,۲۱	۲,۱۸	۲,۱۶	۲,۱۱	۲,۰۷	۲,۰۳	۲,۰۰	۱,۹۴
۲۰	۲,۵۱	۲,۴۵	۲,۳۹	۲,۳۵	۲,۲۸	۲,۲۲	۲,۱۸	۲,۱۵	۲,۱۲	۲,۰۷	۲,۰۴	۱,۹۹	۱,۹۷	۱,۹۱
۲۵	۲,۴۰	۲,۳۴	۲,۲۸	۲,۲۴	۲,۱۶	۲,۱۱	۲,۰۷	۲,۰۴	۲,۰۱	۱,۹۶	۱,۹۲	۱,۸۷	۱,۸۴	۱,۷۸
۳۰	۲,۳۳	۲,۲۷	۲,۲۱	۲,۱۶	۲,۰۹	۲,۰۴	۱,۹۹	۱,۹۶	۱,۹۳	۱,۸۸	۱,۸۴	۱,۷۹	۱,۷۶	۱,۷۰
۳۵	۲,۲۹	۲,۲۲	۲,۱۶	۲,۱۱	۲,۰۴	۱,۹۹	۱,۹۴	۱,۹۱	۱,۸۸	۱,۸۲	۱,۷۹	۱,۷۴	۱,۷۰	۱,۶۳
۴۰	۲,۲۵	۲,۱۸	۲,۱۲	۲,۰۸	۲,۰۰	۱,۹۵	۱,۹۰	۱,۸۷	۱,۸۴	۱,۷۸	۱,۷۴	۱,۶۹	۱,۶۶	۱,۵۹
۴۵	۲,۲۲	۲,۱۵	۲,۱۰	۲,۰۵	۱,۹۷	۱,۹۲	۱,۸۷	۱,۸۴	۱,۸۱	۱,۷۵	۱,۷۱	۱,۶۶	۱,۶۳	۱,۵۵
۵۰	۲,۲۰	۲,۱۳	۲,۰۷	۲,۰۳	۱,۹۵	۱,۸۹	۱,۸۵	۱,۸۱	۱,۷۸	۱,۷۳	۱,۶۹	۱,۶۳	۱,۶۰	۱,۵۲
۶۰	۲,۱۷	۲,۱۰	۲,۰۴	۱,۹۹	۱,۹۲	۱,۸۶	۱,۸۲	۱,۷۸	۱,۷۵	۱,۶۹	۱,۶۵	۱,۵۹	۱,۵۶	۱,۴۸
۷۰	۲,۱۴	۲,۰۷	۲,۰۲	۱,۹۷	۱,۸۹	۱,۸۴	۱,۷۹	۱,۷۵	۱,۷۲	۱,۶۶	۱,۶۲	۱,۵۷	۱,۵۳	۱,۴۵
۸۰	۲,۱۳	۲,۰۶	۲,۰۰	۱,۹۵	۱,۸۸	۱,۸۲	۱,۷۷	۱,۷۳	۱,۷۰	۱,۶۴	۱,۶۰	۱,۵۴	۱,۵۱	۱,۴۳
۹۰	۲,۱۱	۲,۰۴	۱,۹۹	۱,۹۴	۱,۸۶	۱,۸۰	۱,۷۶	۱,۷۲	۱,۶۹	۱,۶۳	۱,۵۹	۱,۵۳	۱,۴۹	۱,۴۱

پیوست ب

(اطلاعاتی)

انتخاب بیودیزل و سوخت دیزلی برای کالیبراسیون و نمونه‌های اعتبارسنجی

در این پیوست، اطلاعاتی در ارتباط با مجموعه های کالیبراسیون بیودیزل و کیفیت سنجی دستگاه ارائه شده است.

ب-۱- بیودیزل B100 برای مجموعه کالیبراسیون :

تجربه نشان می‌دهد که بیودیزل تهیه شده از مواد با پایه‌های مختلف دارای جذب مشابه با ناحیه طیفی بدست آمده در این آزمون است. اگرچه بیودیزل B100 باید دارای ویژگی‌های طبق استاندارد ملی ۲۰۰۶۷ باشد.

ب-۲- سوخت دیزلی برای مجموعه کالیبراسیون :

سوخت میان تقطیر استفاده شده برای کالیبراسیون، کیفیت‌سنجی و استانداردهای بررسی کنترل کیفی باید مطابق استاندارد ملی ۴۹۰۳، عاری از بیودیزل یا روغن استفاده شده در تولید بیودیزل باشد.