

استاندارد ملی ایران

۶۲۶۱

تجدید نظر اول

۱۳۹۳



جمهوری اسلامی ایران

Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization

INSO

6261

1st.Revision

2015

فراوردهای نفتی - تقطیر در فشار اتمسفر -
روش آزمون

Petroleum products- Distillation at
atmospheric pressure - Test method

ICS:75.080

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 مؤسسه 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، مصرفکنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، 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 پیشنهادها 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 درصورت 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 الکترونیک (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 استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرگانی، ممیزی و صدور گواهی سیستم مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسائل 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 یکاه، کالیبراسیون (واسنجی) وسائل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد
" فراورده‌های نفتی - تقطیر در فشار اتمسفر - روش آزمون "
(تجدید نظر اول)

سمت و / یا نمایندگی

شرکت ملی پالایش و پخش فرآورده‌های نفتی ایران

رئیس:

نجفی، علی

(لیسانس مهندسی شیمی)

دبیر:

اداره استاندارد کاشان

آسایی اردکانی، آمیتیس

(لیسانس شیمی کاربردی)

اعضا (اسامی به ترتیب حروف الفبا):

پالایشگاه آبادان

امانی، زهرا

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس استاندارد

امیدی، زهرا

(لیسانس شیمی)

پژوهشگاه استاندارد

بیگلری، حسن

(فوق لیسانس شیمی)

شرکت نفت پارس

براری، مهدی

(لیسانس شیمی کاربردی)

پالایشگاه آبادان

بلواری زاده، امید

(لیسانس مهندسی شیمی)

شرکت نفت بهران

خرزلی، امیر

(فوق لیسانس شیمی)

پژوهشگاه صنعت نفت

رسولی پور، سولماز

(فوق لیسانس شیمی)

زارع، الهام
شرکت نفت ایرانول
(فوق لیسانس شیمی)

شجاع، سید محمد رضا
پژوهشگاه صنعت نفت
(فوق لیسانس شیمی)

کرم دوست، سانا ز
شرکت کاسترول
(فوق لیسانس شیمی)

کریمی، لیلا
شرکت رزپلیمر و کارشناس استاندارد
(فوق لیسانس شیمی)

کریمیان، حسین
پالایشگاه تبریز
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

کشوری، عباسعلی
شرکت ساپکو
(فوق لیسانس شیمی)

کیانفر، سیما
اداره کل استاندارد استان تهران
(فوق لیسانس شیمی)

گنجی، علیرضا
پالایشگاه تهران
(لیسانس صنایع شیمیابی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
۵	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۲	۲ مراجع الزامی
۳	۳ اصطلاحات و تعاریف
۷	۴ اصول آزمون
۷	۵ اهمیت و کاربرد
۸	۶ دستگاه
۱۳	۷ نمونه برداری، نگهداری و آماده سازی نمونه
۱۶	۸ آماده سازی دستگاه
۱۷	۹ کالیبراسیون و استاندارد نمودن
۱۹	۱۰ روش انجام آزمون
۲۶	۱۱ محاسبات
۲۹	۱۲ گزارش آزمون
۳۰	۱۳ دقت و اریبی
۳۳	پیوست الف (الزامی) جداول دقت برای تکرار پذیری (r) و تجدید پذیری (R)
۳۵	پیوست ب (الزامی) شرح جزئیات دستگاه
۴۱	پیوست پ (الزامی) تعیین اختلاف زمان تأخیر بین سیستم الکترونیکی اندازه گیری دما و دما سنج جیوه ای
۴۲	پیوست ت (الزامی) روش تعیین درصد تبخیر شده یا بازیافت شده در یک دمای معین خوانده شده
۴۸	پیوست ث (اطلاعاتی) مثال هایی از محاسبات برای گزارش داده ها
۵۰	پیوست ج (اطلاعاتی) مثال هایی از محاسبه تکرار پذیری و تجدید پذیری در صد حجم (بازیافت شده یا تبخیر شده) در دمای معین خوانده شده
۵۲	پیوست چ (اطلاعاتی) جداول تلف شده تصحیح شده با استفاده از تلف شده اندازه گیری شده و فشار اتمسفر
۵۳	پیوست ح (اطلاعاتی) روش مقایسه خطای اثر غوطه وری ساقه در دما سنج های شیشه ای
۵۴	پیوست خ (اطلاعاتی) فرم های گزارش توصیفی

پیش‌گفتار

استاندارد "فراورده‌های نفتی - تقطیر در فشار اتمسفر - روش آزمون" نخستین بار در سال ۱۳۸۱ تدوین شد. این استاندارد براساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط سازمان ملی استاندارد ایران برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در سی و هفتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فراورده‌های نفتی مورخ ۹۳/۱۱/۲۱ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان ملی استاندارد ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در موقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۶۲۶۱: سال ۱۳۸۱ است.

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

ASTMD86:2012 Petroleum Products- Distillation at atmospheric pressure - Test method

فراوردهای نفتی - تقطیر در فشار اتمسفر - روش آزمون

هشدار - در این استاندارد همه نکات ایمنی مربوط به رعایت اصول استفاده از این روش ذکر نمی‌گردد. لذا این مسئولیت به عهده آزمایشگر است که توصیه‌های ایمنی و سلامتی را درنظر بگیرد و کاربرد مقررات لازم را قبل از استفاده مشخص کند.

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد تعیین روش آزمون تقطیر فراوردهای نفتی در فشار اتمسفر با استفاده از دستگاه تقطیر ناپیوسته آزمایشگاهی می‌باشد. این روش، تعیین کمی مشخصات دامنه جوش فراوردهای نظیر محصولات سبک و تقطیر میانی^۱، سوخت‌های موتور بنزینی خودروها با یا بدون ترکیبات اکسیژن‌دار^۲ (یادآوری ۱ را ببینید)، سوخت جت^۳ سوخت‌های توربین هواییما^۴، سوخت‌های دیزلی^۵، ترکیبات بیو دیزل تا ۲۰ درصد^۶، سوخت‌های دریایی^۷، حلال‌های نفتی ویژه^۸، انواع نفتا^۹، حلال‌های نفتی سفید^{۱۰}، انواع نفت سفید^{۱۱} و سوخت‌های مشعل درجه ۱ و ۱۲^{۱۲} را در بر می‌گیرد.

یادآوری ۱ - در سال ۲۰۰۸ مطالعات بین آزمایشگاهی بین ۱۱ آزمایشگاه مختلف با ارائه ۱۵ سری داده و ۱۵ نمونه مختلف از مخلوط‌های اتانول - سوخت، شامل ۲۵ درصد حجمی، ۵۰ درصد حجمی و ۷۵ درصد حجمی اتانول انجام شد. نتایج نشان داد که حدود تکرارپذیری این نمونه‌ها قابل مقایسه یا در محدوده تکرارپذیری روش (به استثناء نقطه پایانی ترکیب ۷۵ درصد اتانول - سوخت) می‌باشد. براین اساس، نتیجه گیری می‌شود که این استاندارد برای ترکیبات اتانول - سوخت نظری Ed75 ، Ed85 (ویژگی‌های ASTM D5798) یا دیگر ترکیبات اتانول - سوخت با بیش از ۱۰ درصد حجمی اتانول قابل اجرا است. برای تأیید داده‌ها به گزارش تحقیقی ۱۶۹۴- D02 ASTM RR: رجوع کنید.

۱-۲ این روش آزمون برای ارزیابی سوخت‌های تقطیری^{۱۳} طراحی شده است و برای فراوردهایی که حاوی مقادیر قابل توجهی از مواد باقی‌مانده^{۱۴} هستند، قابل اجرا نمی‌باشد.

۱-۳ این روش آزمون، دستگاه دستی و خودکار را در بر می‌گیرد.

-
- 1- Light and Middle Distillates
 - 2- Automotive Spark – ignition Engine Fuels with or without Oxygenates
 - 3- Aviation Gasoline
 - 4- Aviation Turbine Fuels
 - 5- Diesel Fuels
 - 6- Biodiesel Blends up to 20%
 - 7- Marine Fuels
 - 8- Special Petroleum Spirits
 - 9- Naphthas
 - 10- White Spirits
 - 11- Kerosines
 - 12 - Grades 1 and 2Burner Fuels
 - 13- Distillate Fuels
 - 14- Residual Material

هشدار - مراجع قانونی ذی‌ربط، جیوه را ماده خطرناکی معرفی کرده است که باعث آسیب‌رسانی به سیستم عصبی مرکزی، کلیه و کبد می‌گردد. جیوه یا بخار آن می‌تواند برای سلامتی زیان‌آور و خورنده مواد باشد. هنگام حمل جیوه و ترکیبات حاوی آن، احتیاط‌های ایمنی لازم را رعایت کنید^۱. کاربران این استاندارد باید مطلع باشند که فروش جیوه یا فرآورده‌های آن ممکن است از لحاظ قانونی ممنوع باشد.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آنها ارجاع داده شده‌است، به این ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می‌شود در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و / یا تجدیدنظر، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی این مدارک مورد نظر نیست. معهذا بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای مدارک الزامی زیر را مورد بررسی قرار دهند. در مورد مراجع بدون تاریخ چاپ و / یا تجدیدنظر، آخرین چاپ و / یا تجدیدنظر آن مدارک الزامی ارجاع داده شده مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربران این استاندارد الزامی است:

۱-۱ استاندارد ملی ایران ۲۰۱ : سال ۱۳۹۲ فرآورده‌های نفتی- اندازه گیری نقطه ریزش- روش آزمون

۱-۲ استاندارد ملی ایران ۴۱۸۹ : سال ۱۳۷۵ فرآورده‌های نفتی- روش‌های نمونه برداری دستی از مواد و فرآورده‌های نفتی

۱-۳ استاندارد ملی ایران ۵۴۳۹ : سال ۱۳۹۳ فرآورده‌های نفتی- فشار بخار(روش رید)- روش آزمون

۱-۴ استاندارد ملی ایران ۵۸۱۳ : سال ۱۳۸۳ صنعت نفت- اصطلاحات - خواص و آزمون‌ها

۲-۵ ASTM D4175:2014 Terminology Relating to Petroleum Products and Lubricants

۲-۶ ASTM D4177:1995(2010) Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Ptroleum Products

۲-۷ ASTM D4953:2006(2012)Test Method for Vapor Pressure of Gasoline and Gasoline Oxygenate Blends (Dry Method)

۲-۸ ASTM D5190:2007 Test Method for Vapor Pressure of Petroleum Products (Automatic Method)

۲-۹ ASTM D5191:2013 Test Method for Vapor Pressure of Petroleum Products (Mini Method)

۲-۱۰ ASTM D5798:2014Specification for Ethanol Fuel Blends for Flexible-Fuel Automotive Spark- Ignition Engines.

۲-۱۱ ASTM D5842:2014 Practice for Sampling and Handling of Fuels for Volatility Measurement

۱- برای اطلاع از جزئیات، به برگ‌های ایمنی مواد(MSDS) و اطلاعات بیشتر به پایگاه اینترنتی <http://www.cpa.gov> مراجعه کنید.

2-12 ASTM D5949:2014 Test Method for Pour Point of Petroleum Products (Automatic Pressure Pulsing Method)

2-13 ASTM D5950:2014 Test Method for Pour Point of Petroleum Products (Automatic Tilt Method)

2-14 ASTM D5985:2002(2014) Test Method for Pour Point of Petroleum Products (Rotational Method)

2-15 ASTM D6300(2014) Practice for Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants

2-16 ASTM D6708:2013 Practice for Statistical Assessment and Improvement of Expected Agreement Between Two Test Methods that Purport to Measure the Same Property of a Material

2-17 ASTM E1:2014 Specification for ASTM Liquid- in- Glass Thermometers

2-18 ASTM E77:2014 Test Method for Inspection and Verification of Thermometers

2-19 ASTM E1272:2002(2012) Specification for Laboratory Glass Graduated Cylinders

2-20 ASTM E1405:1998(2010) Specification for Laboratory Glass Distillation Flasks

2-21 IP69:2001 Determination of Vapor Pressure - Reid Method

2-22 IP123:2011 Petroleum Products - Determination of Distillation Characteristics

2-23 IP394:2008 Determination of Air Saturated Vapor Pressure

2-24 IP Standard:1996 Methods for Analysis and Testing of Petroleum and Related Products
1996-Appendix A

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌روند:

۱-۳

شکست مولکولی^۱

تجزیه حرارتی یا شکست یک مولکول هیدروکربن به مولکول‌های کوچک‌تر با نقاط جوش کم‌تر از مولکول اولیه؛

۲-۳

نقطه شکست مولکولی^۲

دمای تصحیح شده که همزمان با اولین نشانه‌های شکست مولکولی حرارتی آزمونه، در تقطیر مشاهده می‌شود؛

۳-۳

نقطه خشک شدن^۳

1- Decomposition

2- Decomposition Point

3- Dry Point

دمای تصحیح شده در لحظه‌ای که آخرین قطره مایع از پایین‌ترین نقطه بالن تقطیر، تبخیر می‌گردد؛

۴-۳

حجم بازمانده دائمی^۱

مقدار ماده‌ای که در طول تقطیر در گردن بالن، لوله جانبی بالن و لوله مبرد وجود دارد؛

۵-۳

اثر غوطه‌وری ساقه^۲

انحراف دمای خوانده شده که به علت استفاده از دماسنجهای جیوه‌ای با غوطه‌وری کلی در روش غوطه‌وری جزئی ایجاد می‌گردد؛

۶-۳ ۱-۵ در روش غوطه‌وری جزئی، قسمتی از لوله موئین حاوی جیوه (قسمت خارج شده) به علت انقباض باریکه جیوه، دمای کمتری نسبت به قسمت فرورفته نشان می‌دهد؛

۶-۳

نقطه پایانی (EP)^۴ یا نقطه جوش نهایی (FBP)^۵ حداقل دمای تصحیح شده دماسنجه که در طول آزمون به دست می‌آید؛

۶-۳ ۱-۶ این دما معمولاً پس از تبخیر کل مایع از ته بالنمشاهده می‌شود. عبارت "حداکثر دما" اغلب به عنوان مترادف به کارمی‌رود؛

۷-۳

مجموع بخارات تلف شده^۶

مقدار کل حجم تلف شده که شامل تلف شده در طول تبخیر طی انتقال آزمونه از استوانه دریافت‌کننده به بالن تقطیر، تلف شده تبخیر در طول تقطیر و بخار مایع نشده در بالن در پایان تقطیر می‌باشد؛

۸-۳

اتانول سوختی^۷

مخلوط اتانول و هیدروکربن که قسمت اتانول آن به‌طور اسمی ۷۵ تا ۸۵ درصد حجمی اتانول سوختی تقلیب شده است؛

۹-۳

1- Dynamic Holdup

2- Condenser

3- Emergent Stem Effect

4- End Point

5- Final Boiling Point

6- Front End Loss

7- Fuel Ethanol

^۱ نقطه جوش اولیه (IBP)

دمای تصحیح شده در لحظه‌ای که اولین قطره حاصل از میعان از نوک لوله مبرد پایین می‌افتد؛

۱۰-۳

^۲ درصد تبخیر شده

مجموع درصد بازیافت شده و درصد تلف شده می‌باشد؛

۱-۱۰-۳

^۳ درصد تلف شده

تفاضل درصد بازیافتی کل از عدد ۱۰۰ می‌باشد؛

۲-۱۰-۳

^۴ تلف شده تصحیح شده

درصد تلف شده که نسبت به فشار اتمسفر تصحیح می‌گردد؛

۱۱-۳

^۵ درصد بازیافت شده

حجم جمع شده حاصل از میعان نسبت به حجم آزمونه^۶ است؛

۱-۱۱-۳

^۷ درصد بازیافتی

حداکثر درصد بازیافت شده نسبت به حجم آزمونه است؛

۲-۱۱-۳

^۸ درصد بازیافتی تصحیح شده

درصد بازیافتی که برای درصد تلف شده تصحیح شده تنظیم می‌گردد؛

۳-۱۱-۳

^۹ درصد بازیافتی کل

مجموع درصد بازیافتی و درصد باقی‌مانده است؛

۱۲-۳

^۱ درصد باقی‌مانده

8- Initial Boiling Point

1- Percent Evaporated

2- Percent Loss

3- corrected Loss

4- Percent Recovered

5- sample Charge

6- Percent Recovery

7- CorrectedPercent Recovery

8- Percent Total Recovery

حجم باقیمانده نسبت به حجم آزمونه است؛

۱۳-۳

سرعت تغییر(شیب)^۲

تغییردما^۱ خوانده شده در درصد تبخیر شده یا بازیافت شده که در بند ۲-۱۳ شرح داده شده است؛

۱۴-۳

حجم آزمونه

مقدار نمونهای که در آزمون استفاده می شود؛

۱۵-۳

تأخیر دما^۳

انحراف بین دما^۱ خوانده شده با استفاده از وسایل اندازه گیری دما و دمای واقعی در همان زمان می باشد؛

۱۶-۳

وسیله اندازه گیری دما^۴

دماسنچ یا حسگر دما که به ترتیب در بند های ۱-۳-۶ و ۲-۳-۶ شرح داده شده اند؛

۱-۱۶-۳

دما^۵ خوانده شده

دما^۱ به دست آمده از وسایل اندازه گیری دما یا سیستمی که معادل با خواندن دماسنچ خوانده شده (طبق بند ۳-۱۶) است؛

۲-۱۶-۳

دما^۶ خوانده شده تصحیح شده

دما^۱ خوانده شده که در بند ۱-۱۶-۳ شرح داده شده است و نسبت به فشار اتمسفر تصحیح می شود؛

۳-۱۶-۳

دماسنچ خوانده شده (نتیجه دماسنچ)^۷

دما^۱ بخار اشباع شده که در گردن بالن زیر لوله بخار با استفاده از دماسنچ، طبق شرایط آزمون اندازه گیری می شود؛

۴-۱۶-۳

9- Percent Residue

1- Rate of Change(Slope)

2-Ttemperature Lag

3- Temperature Measurement Device

4- Temperature Reading

5- Corrected Temperature Reading

6- Thermometer Reading(Thermometer Result)

دماسنجدخوانده شده تصحیح شده^۱

دماسنجدخوانده شده که در بند ۳-۱۶-۳ شرح داده شده است و نسبت به فشار اتمسفر تصحیح می‌شود.

۴ اصول آزمون

۱-۴ نمونه براساس ترکیب، فشار بخار، نقطه جوش اولیه یا نقطه پایانی مورد انتظار و یا هر دو، در یکی از چهار گروه تعریف شده در این استاندارد قرار می‌گیرد. ترتیب قرارگیری دستگاه، دمای مبرد و دیگر متغیرهای عملیاتی توسط گروهی که نمونه در آن قرار می‌گیرد، مشخص می‌گرددند.

۲-۴ ۱۰۰ml آزمونه (در شرایط شرح داده شده برای گروهی که نمونه در آن قرار دارد) تقطیر می‌شود. تقطیر در یک دستگاه تقطیر ناپیوسته آزمایشگاهی در فشار محیط و در شرایطی طراحی می‌گردد تا به طور تقریبی معادل دستگاه تقطیر جزء به جزء با یک صفحه تئوری باشد.^۲ دماهای خوانده شده و حجم‌های حاصل از میان براساس نیازهای کاربر داده‌ها به‌طور منظم مشاهده و حجم‌های باقی‌مانده و تلف‌شده نیز یادداشت می‌شوند.

۳-۴ در پایان تقطیر می‌توان دماهای بخار مشاهده شده را نسبت به فشار اتمسفر تصحیح و داده‌های حاصل را برای تطبیق با ویژگی‌های روش (نظیر سرعت‌های تقطیر) بررسی نمود. در صورت برآورده نشدن هر یک از شرایط مشخص شده، آزمون را تکرار کنید.

۴-۴ نتایج آزمون معمولاً به صورت درصد تبخیر شده یا درصد بازیافت شده نسبت به دمای مربوطه، در یک جدول یا به طور ترسیمی به صورت نمودار منحنی تقطیر گزارش می‌شوند.

۵ اهمیت و کاربرد

۱-۵ تقطیر ناپیوسته ساده به عنوان روش آزمون اساسی تعیین دامنه جوش یک فراورده نفتی از زمان پیدایش صنعت نفت مورد استفاده بوده است.

۲-۵ مشخصات تقطیر (فراریت) هیدروکربن‌ها، به ویژه در مورد سوخت‌ها و حلال‌ها، اثر مهمی بر اینمنی و کارایی آن‌ها دارد. دامنه جوش یک سوخت، اطلاعاتی را در مورد ترکیب، خواص و رفتار آن در طول انبارداری و استفاده ارائه می‌دهد. فراریت یک فراورده نمایانگر تمایل مخلوط هیدروکربن به تولید بخاری است که به طور بالقوه قابل انفجار می‌باشند.

۳-۵ مشخصات تقطیر برای سوخت جت و خودرو بسیار دارای اهمیت است زیرا بر روشن کردن و گرم نمودن موتور^۳ و نیز تمایل به خفگی در اثر ایجاد بخار^۴ در دمای زیاد یا ارتفاع بالا و یا هر دو تأثیر می‌گذارد.

7-Corrected Thermometer Reading

۱- در واحدهای صنعتی، درون برج تقطیر در اتمسفر، سینی‌های متعددی با فواصل معین وجود دارد.

2- Starting and Warm-up

3- Vapor Lock تجمع مقدار کافی بخار بنزین در سیستم سوخت موتور که موجب مزاحمت یا جلوگیری از جریان سوخت می‌شود.

وجود هیدروکربن‌هایی با نقطه جوش بالا در این سوخت‌ها و دیگر سوخت‌ها می‌تواند اثر بهسزایی بر مقدار تشکیل رسوبات جامد حاصل از احتراق داشته باشد.

۴-۵ فراریت یک فراورده برسرعت تبخیر آن مؤثر است و عامل مهمی در کاربرد بسیاری از حلال‌ها به‌ویژه حلال‌های مورد مصرف در صنایع رنگ می‌باشد.

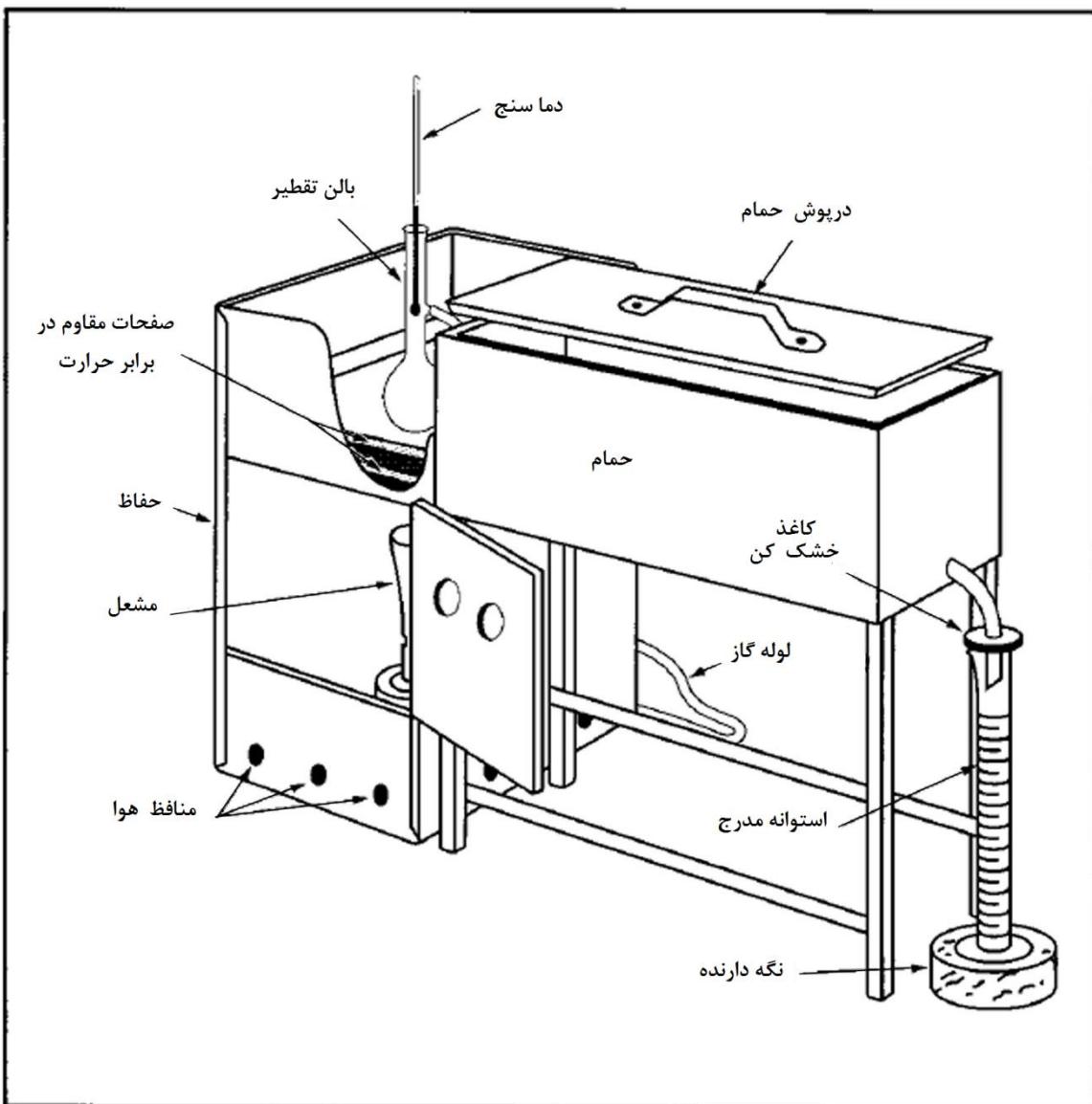
۵-۵ محدوده‌های تقطیر، اغلب در مشخصات فراورده نفتی، موافقتنامه‌های تجاری، فرآیندهای پالایشگاه/کاربردهای کنترلی و رعایت قوانین و مقررات مربوطه کاربرد دارد.

۶ دستگاه

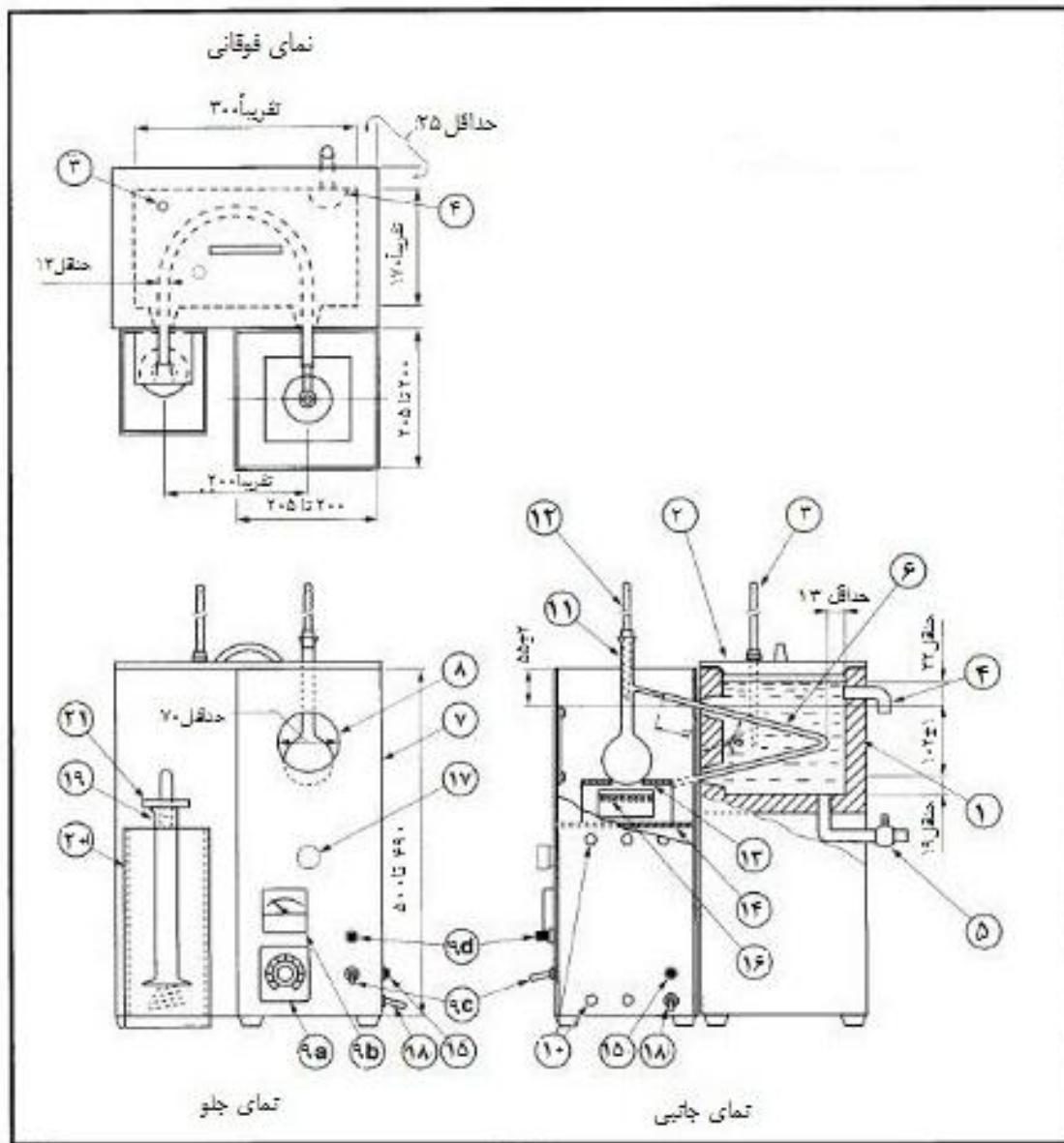
۱-۶ اجزاء اصلی دستگاه

۱-۱-۶ اجزاء اصلی دستگاه تقطیر عبارتند از:
بالن تقطیر، مبرد و حمام سردکن مربوطه، یک حفاظ فلزی یا حصار برای بالن تقطیر، منبع حرارتی، نگهدارنده بالن، وسایل اندازه‌گیری دما و استوانه دریافت‌کننده برای جمع‌آوری محصول تقطیر.

۲-۱-۶ شکل‌های ۱ و ۲ نمونه‌هایی از دستگاه‌های تقطیر دستی می‌باشند.



شكل ۱- مجموعه دستگاه با استفاده از مشعل گازی



یادآوری- شرح شکل:

- ۱- حمام مبرد
- ۲- درپوش حمام
- ۳- حسگر دمای حمام
- ۴- لوله سریز حمام
- ۵- لوله تخلیه حمام
- ۶- لوله مبرد
- ۷- حفاظ
- ۸- دریچه مشاهده
- ۹a- تنظیم کننده ولتاژ
- ۹b- ولتسنج یا آمپر متر
- ۹c- کلید قطع و وصل
- ۹d- نشانگر نوری قطع و وصل
- ۱۰- منفذ تهویه
- ۱۱- بالن تقطیر
- ۱۲- حسگر دما
- ۱۳- صفحه نگهدارنده بالن
- ۱۴- سکوی نگهدارنده بالن
- ۱۵- اتصال زمین
- ۱۶- گرم کن الکتریکی
- ۱۷- پیچ تنظیم ارتفاع سکوی نگهدارنده
- ۱۸- سیم اصلی برق
- ۱۹- استوانه دریافت کننده
- ۲۰- حمام سرد کن دریافت کننده
- ۲۱- درپوش دریافت کننده

شکل ۲- مجموعه دستگاه با استفاده از گرم کن الکتریکی

۳-۱-۶ علاوه بر اجزاء اصلی که در بند ۱-۱-۶ شرح داده شده است، دستگاه‌های خودکار نیز مجهز به سیستم اندازه‌گیری و ثبت خودکار دما و حجم‌های بازیافت شده در استوانه دریافت‌کننده می‌باشند.

۲-۶ شرح جزئیات دستگاه در پیوست ب ذکر شده است.

۳-۶ وسیله اندازه‌گیری دما

۴-۳-۶ در صورت استفاده از دماسنچ‌های جیوه‌ای، این دماسنچ‌ها باید با یک گاز بی‌اثر پر گردند، ساقه آن‌ها مدرج و قسمت پشت آن‌ها لعابی باشد. همچنین باید با ویژگی‌های ASTM E1 یا روش‌های استاندارد IP برای تجزیه و آزمون نفت و فراورده‌های مربوطه یا هر دو مطابقت داشته باشند. برای دامنه‌های دمایی پایین از دماسنچ‌های ASTM 7C/IP 5C و ASTM 7F و دامنه‌های دمایی بالا از دماسنچ‌های ASTM 8C/IP6C و ASTM 8F استفاده کنید.

۴-۱-۳-۶ دماسنچ‌هایی که به مدت طولانی در معرض دمای بیش از 370°C قرار گرفته‌اند، نباید بدون تأیید نقطه یخ^۱ یا بررسی شرح‌داده شده در ویژگی‌های ASTM E1 و روش آزمون ASTM E77، دوباره استفاده شوند.

یادآوری- در دمای 370°C ، دمای حباب دماسنچ به دامنه دمایی بحرانی شیشه نزدیک می‌شود که ممکن است در این حالت، دماسنچ کالیبراسیون خود را از دست بدهد.

۴-۲-۳-۶ سیستم‌های اندازه‌گیری دما به جز آن چه در بند ۱-۳-۶ شرح داده شده است، به شرط آن که همان تأخیر دمایی، اثر غوطه‌وری ساقه دماسنچ و صحتی معادل دماسنچ جیوه‌ای را نشان دهند، برای این روش آزمون مناسب می‌باشند.

۴-۲-۳-۶ مدار الکترونیکی یا الگوریتم‌های مورداستفاده و یا هر دو باید دارای تأخیر دمایی مشابه با دماسنچ جیوه‌ای باشند.

۴-۲-۳-۶ به صورت دیگر، نوک حسگر می‌تواند درون یک پوشش قرار گیرد تا به علت جرم حرارتی و هدایت تنظیم شده، دارای زمان تأخیر، مشابه دماسنچ جیوه‌ای باشد.

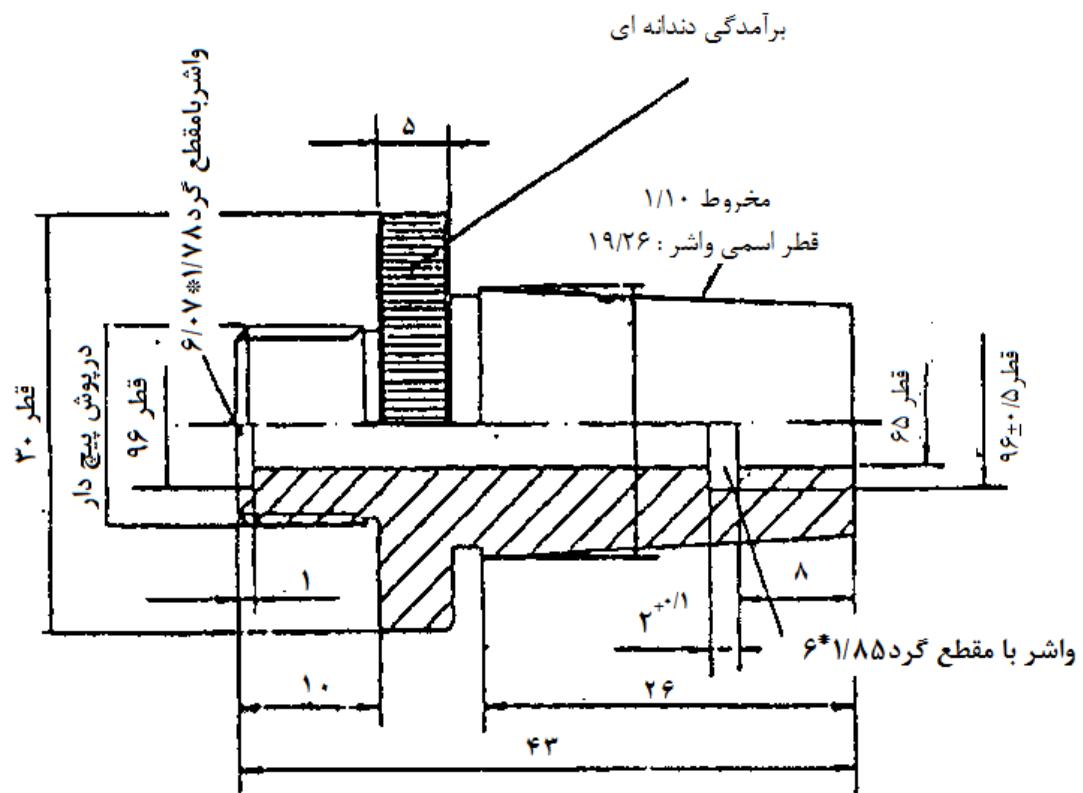
یادآوری- در طی تقطیر(حدوده دمایی که در آن، دما به سرعت در حال تغییر است) تأخیر دمایی دماسنچ می‌تواند سه ثانیه باشد.

۴-۳-۶ در صورت وجود اختلاف نظر در نتایج، آزمون مرجع باید با استفاده از دماسنچ جیوه‌ای مشخص شده، انجام شود.

۴-۶ وسیله نگه‌دارنده^۱ حسگر دما

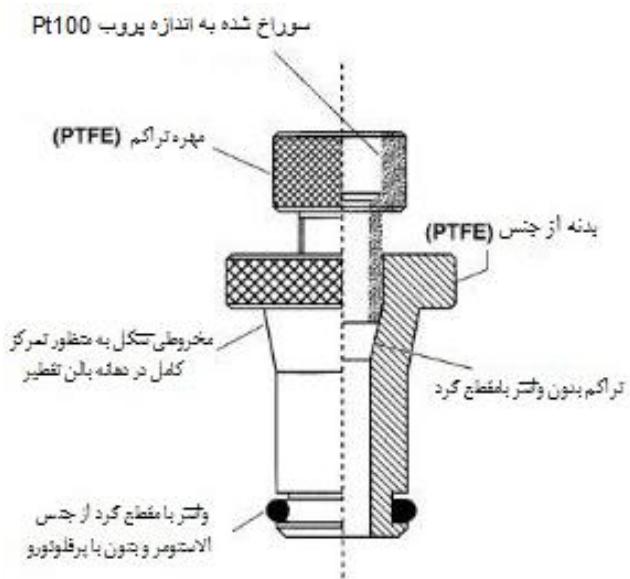
۴-۶-۱ حسگر دما باید در میان یک قطعه اتصال مناسب که برای قرارگیری آن، درگردن بالن(بدون نشت بخار) به طور مکانیکی طراحی شده است، قرار گیرد. نمونه‌هایی از وسایل نگه‌دارنده در شکل‌های ۳ و ۴ نشان داده شده‌اند.

ابعاد بر حسب میلی‌متر می‌باشند.



شکل ۳- وسیله نگه‌دارنده از جنس PTFE برای دهانه شیشه‌ای سنباده‌ای

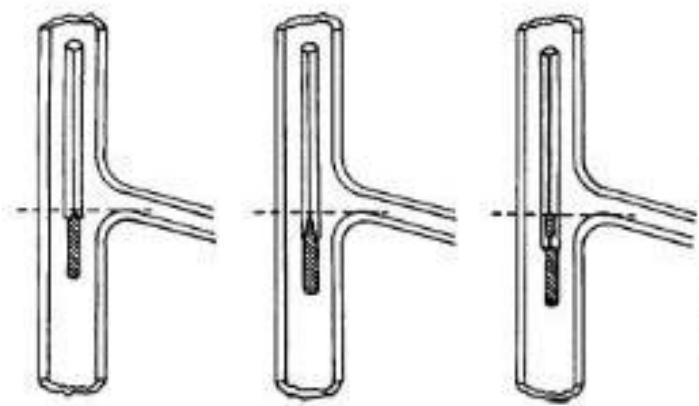
1- Centering Device



شکل ۴- مثالی از طرح وسیله نگهدارنده برای بالان‌ها با دهانه جداره صاف

هشدار- استفاده از درپوش معمولی که در مرکز آن سوراخی تعبیه شده است، برای منظور ذکر شده در بند ۱-۴-۶ قابل قبول نمی‌باشد.

یادآوری ۱- وسایل نگهدارنده دیگر، به شرط آن که بتوانند حسگر دما را در موقعیت مناسب(طبق شکل ۵ و بند ۱۰-۵) در گردن ستون تقطیر نگهدارند، قابل قبول هستند.



شکل ۵- موقعیت دماسنجد در بالان تقطیر

یادآوری ۲- در زمان آزمون تقطیر به روش دستی(درمورد فراورده‌هایی که دارای نقطه جوش اولیه پایین می‌باشند) ممکن است یک یا چند دما به علت وجود وسیله نگهدارنده دیده نشوند. بند ۱۰-۳-۱۴-۱ را ببینید.

۶-۵ تجهیزات خودکار ساخته شده^۱ باید مجهز به وسیله‌ای باشند که زمان وقوع آتش‌سوزی به طور خودکار دستگاه را خاموش کنند و گاز بی‌اثری را در محفظه‌ای که بالن تقطیر در آن قرار دارد، بیفشناند.

یادآوری - برخی از عوامل آتش‌سوزی عبارتند از: شکستن بالن تقطیر، اتصال کوتاه الکتریکی^۲، کف کردن و ریزش نمونه مایع از دهانه فوکانی بالن.

۶-۶ فشارسنج

در شرایطی که دستگاه تقطیر و فشارسنج در ارتفاع یکسان نسبت به سطح دریا در آزمایشگاه قرار دارند، وسیله اندازه‌گیری فشار، قادر به اندازه‌گیری فشار محلی^۳ با صحت $1\text{kPa}^{+0.0}$ یا بهتر باشد.

هشدار - به منظور خواندن فشار از فشارسنج‌های متداول^۴ مورداستفاده در ایستگاه‌های هواشناسی و فروندگاه‌ها استفاده نکنید. چون این فشارسنج‌ها برای دست‌یابی به فشار سطح دریا قبلًا تصحیح شده‌اند.

۷ نمونه‌برداری، نگهداری و آماده‌سازی نمونه

۱-۷ با استفاده از جدول ۱، مشخصات گروه نمونه موردازمون را تعیین کنید. درجایی که روش به گروه بستگی دارد، عنوان قسمت، علامت گذاری شده است.

جدول ۱- مشخصات گروه

۱ گروه	۲ گروه	۳ گروه	۴ گروه	مشخصات نمونه / نوع محصول تقطیر
$<65/5$	$<65/5$	$<65/5$	$\geq 65/5$	فشار بخار در $37/8^{\circ}\text{C}$ طبق روش‌های آزمون استاندارد ^a
				قطیر
>100	≤ 100			$(^{\circ}\text{C})\text{IBP}$
>250	>250	≤ 250	≤ 250	$(^{\circ}\text{C})\text{EP}$
^a به استاندارد ملی شماره ۵۴۳۹ و ۵۱۸۹ ASTM.D4953 , D5190 , D5191 , D5842 , IP69 , IP394 رجوع کنید.				

۲-۷ نمونه‌برداری

۱-۲-۷ نمونه‌برداری باید طبق استانداردهای ملی شماره ۴۱۸۹ یا ASTM D4177 انجام شود.

۱- در سال ۱۹۹۹ و بعد از آن

2- Electrical Shorts

3- Local Station Pressure

4- Ordinary Aneroid Barometer

جدول ۲- نمونهبرداری، نگهداری و آمادهسازی آزمون

۴ گروه	۳ گروه	۲ گروه	۱ گروه	
			<10	دماهی بطری نمونه ($^{\circ}\text{C}$)
دماهی محیط	دماهی محیط	<10	^a <10	دماهی نمونه ذخیره شده ($^{\circ}\text{C}$)
دماهی محیط یا 9°C تا 21°C بالاتر از نقطه ریزش		^b <10	^b <10	دماهی نمونه پس از آمادهسازی قبل از آزمون ($^{\circ}\text{C}$)
طبق بند ۳-۵-۷	دوباره نمونهبرداری کنید			نمونه دارای رطوبت
	طبق بند ۲-۵-۷ خشک کنید			نمونه مجدد دارای رطوبت

^a براساس شواهد، نمونه‌ها می‌توانند در دماهای کمتر از 20°C ذخیره شوند. بندهای ۲-۳-۷ و ۳-۴-۷ را ببینید.

^b اگر نمونه فوراً آزمون می‌شود و قبل از دارای دماهی ذکر شده در جدول ۳ می‌باشد، بند ۱-۴-۱-۱ را ببینید.

^c اگر نمونه در دماهی محیط نیمه جامد است، بند ۱-۳-۱-۱ را ببینید.

^d اگر نمونه مرطوب است، از نمونهبرداری مجدد صرف نظر کنید. نمونه را طبق بند ۲-۵-۷ و ۳-۵-۷ خشک کنید.

۱-۱-۲-۷ ۱ گروه

بطری را با نمونه مایع سرد پر کنید و اولین نمونه را تخلیه کنید تا دماهی ظرف نمونه به کمتر از 10°C برسد. در صورت عدم امکان، چون به عنوان مثال فرآورده نمونه برداری شده، دارای دماهی محیط است، نمونه باید به داخل بطری از قبل سرد شده تا دماهی کمتر از 10°C ، ریخته شود، به گونه‌ای که به هم خوردگی آن حداقل باشد. بطری را به سرعت با یک درپوش محکم و مناسب ببندید.

هشدار- بطری سرد نمونه را به طور کامل پر نکنید و از درپوش‌های کاملاً بدون نشت نیز استفاده نکنید چون احتمال شکستن آن در اثر گرمای وجود دارد.

۲-۱-۲-۷ ۲ و ۳ گروههای

نمونه را در دماهی محیط نگهداری. پس از نمونهبرداری، بطری نمونه را فوراً با یک درپوش مناسب و محکم ببندید.

۳-۱-۲-۷ در صورتی که نمونه دریافت شده توسط آزمایشگاه آزمون کننده، به وسیله دیگران نمونهبرداری شده است و مشخص نیست که نمونهبرداری طبق بند ۲-۷ انجام شده است، فرض می‌شود که نمونهبرداری به همین روش صورت گرفته است.

۳-۷ نگهداری نمونه

۱-۳-۷ اگر آزمون فوراً پس از جمع آوری، آغاز نمی‌شود، نمونه‌ها را طبق بندهای ۲-۳-۷ و ۳-۳-۷ و جدول ۲ نگهداری کنید. همه نمونه‌ها باید دور از تابش مستقیم آفتاب یا منابع حرارتی مستقیم، نگهداری شوند.

۲-۳-۷ گروه ۱

نمونه را در دمای کمتر از 10°C نگهداری کنید.

یادآوری- اگر امکانات کافی برای نگهداری نمونه در دمای کمتر از 10°C وجود ندارد، آن را در دمای کمتر از 20°C نگهداری کنید مشروط بر این که کاربر از محکم بودن در ظرف آزمون و عدم نشت آن اطمینان داشته باشد.

۲-۳-۷ گروه ۲

نمونه را در دمای کمتر از 10°C نگهداری کنید.

یادآوری- اگر امکانات کافی برای نگهداری نمونه در دمای کمتر از 10°C وجود ندارد، آن را در دمای کمتر از 20°C نگهداری کنید مشروط بر این که کاربر از محکم بودن در ظرف آزمون و عدم نشت آن اطمینان داشته باشد.

۴-۳-۷ گروههای ۳ و ۴

نمونه را در دمای محیط یا دمای کمتر از آن نگهداری کنید.

۴-۷ آمادهسازی نمونه قبل از آزمون

۱-۴-۷ قبل از باز کردن ظرف نمونه، نمونه‌ها باید در دمای ذکر شده در جدول ۲، نگهداری شوند.

۲-۱-۴-۷ گروههای ۱ و ۲

قبل از باز کردن ظرف نمونه، نمونه‌ها باید در دمای کمتر از 10°C نگهداری شوند مگر این که نمونه به سرعت آزمون شود که در این حالت باید قبلًا طبق دمای ذکر شده در جدول ۳ نگهداری شده باشد.

جدول ۳- آمادهسازی دستگاه و آزمونه

۴ گروه	۳ گروه	۲ گروه	۱ گروه	ظرفیت بالن (ml)
۱۲۵	۱۲۵	۱۲۵	۱۲۵	ASTM
بالا	پایین	پایین	پایین	دامنه دماسنجد تقطیر IP
پ	پ	ب	ب	صفحه نگهدارنده بالن
۵۰	۵۰	۳۸	۳۸	قطر حفره (mm)
				دمای آغاز آزمون ($^{\circ}\text{C}$)
بیش از دمای محیط نباشد	۱۳-۱۸	۱۳-۱۸	۱۳-۱۸	- بالن
	بیش از دمای محیط نباشد	بیش از دمای محیط نباشد	بیش از دمای محیط نباشد	- نگهدارنده بالن و حفاظ
۱۳ تا دمای محیط ^a	^a ۱۳-۱۸	۱۳-۱۸	۱۳-۱۸	- استوانه دریافت‌کننده و نمونه

^a برای موارد استثنایی، بند ۱-۳-۱۰ را ببینید.

۲-۱-۴-۷ گروههای ۳ و ۶

اگر نمونه در دمای محیط سیال نباشد، قبل از آزمون آن را تا دمای 90°C تا 21°C بالای نقطه ریزش آن(طبق روش‌های آزمون ذکرشده در استاندارد ملی شماره ۲۰۱، ASTM D97، ASTM D5949) گرم کنید. اگر نمونه در طول نگهداری به‌طور جزئی یا کامل جامد می‌شود، به‌منظور اطمینان از یکنواخت بودن نمونه، آن را ذوب کنید و قبل از بازکردن ظرف نمونه، آن را به‌شدت تکان دهید.

۳-۱-۴-۷ اگر نمونه در دمای محیط سیال نباشد، محدوده‌های دمایی نشان داده شده در جدول ۲ را برای بالن و نمونه در نظر نگیرید.

۷-۵ نمونه‌های مرطوب

۷-۵-۱ نمونه‌های موادی که شامل آب قابل‌رؤیت هستند، برای آزمون مناسب نیستند. اگر نمونه خشک نباشد، نمونه دیگری که عاری از آب معلق است، فراهم کنید.

۲-۵-۷ گروههای ۱ و ۲

در صورت عدم دسترسی به نمونه خشک، آب معلق را به روش زیر از نمونه جدا کنید: نمونه را در دمای 0°C تا 10°C نگهداری کنید. حدود 10 g سدیم سولفات بدون آب را به 100°C نمونه اضافه کنید. مخلوط را به مدت تقریباً دو دقیقه تکان دهید و سپس اجازه دهید تا مخلوط به مدت حداقل ۱۵ دقیقه ساکن بماند. زمانی که علائمی از آب قابل مشاهده در نمونه دیده نشد، از نمونه آب‌گیری شده با دمای 1°C تا 10°C ، برای آزمون استفاده کنید. در گزارش ذکر کنید که نمونه با افزودن عامل خشک کننده، خشک شده است.

یادآوری- آب معلق در نمونه‌های کدر متعلق به گروههای ۱ و ۲(بدون تأثیر آماری بر نتایج آزمون) می‌تواند با افزودن سدیم سولفات بدون آب حذف و نمونه مایع با سریز نمودن، از عامل خشک کننده جدا گردد.

۳-۵-۷ گروههای ۳ و ۶

در مواردی که نمونه عاری از آب، در دسترس نیست، آب معلق می‌تواند با تکان‌دادن نمونه همراه با سدیم سولفات بدون آب یا عامل خشک کننده مناسب دیگری حذف و توسط سریز از عامل خشک کننده جدا شود. در گزارش ذکر کنید که نمونه با افزودن عامل خشک کننده، خشک شده است.

۸ آماده‌سازی دستگاه

۱-۸ به جدول ۳ رجوع کنید و با توجه به مشخصات گروه مربوط، بالن تقطیر، وسیله اندازه‌گیری دما و صفحه نگهدارنده بالن مناسب را انتخاب و دستگاه را آماده کنید. دمای استوانه دریافت‌کننده، بالن و حمام مبرد را به دمای مشخص شده برسانید.

۲-۸ هرگونه پیش‌بینی لازم را به کار برد تا حمام مبرد و استوانه دریافت‌کننده در دماهای مورد نیاز نگهداشته شوند. سطح مایع حمامی که استوانه دریافت‌کننده در آن قرار می‌گیرد، باید حداقل تا خط نشانه 100 ml استوانه باشد و یا استوانه دریافت‌کننده به‌طور کامل با یک محفظه دارای جریان هوا احاطه گردد.

۱-۲-۸ گروههای ۱ و ۲ و ۳

محیط مناسب برای حمامهای با دمای کم، شامل بخ خردشده و آب، آب نمک سردشده و اتیلن گلیکول سردشده است که البته محیطهای دیگری نیز قابل استفاده می باشند.

۲-۲-۸ ۴ گروه

محیط مناسب برای حمامهای با دمای محیط و بالاتر شامل آب سرد، آب گرم و اتیلن گلیکول گرم شده است که البته محیطهای دیگری نیز قابل استفاده می باشند.

۳-۸ به منظور پاک کردن باقیمانده مایع در لوله مبرد، از یک قطعه پارچه نرم و بدون الیاف کتان، متصل به یک زه یا سیم، استفاده کنید.

۹ کالیبراسیون و استانداردسازی

۱-۹ سیستم اندازه‌گیری دما

به جز دما سنج‌های جیوهای مشخص شده در این آزمون، سیستم‌های مورد استفاده برای اندازه‌گیری دما باید دارای همان تأخیر دمایی، اثر غوطه‌وری ساقه دما سنج و صحتی معادل دما سنج جیوهای باشند. کالیبراسیون این سیستم‌های اندازه‌گیری دما باید حداقل هر شش ماه تأیید شود. در صورت جابجایی یا تعمیر وسیله نیز کالیبراسیون باید تأیید گردد.

۱-۱-۹ صحت و کالیبراسیون مدار الکترونیکی یا الگوریتم‌های کامپیوتی یا هر دو باید با استفاده از دستگاه مقاومت با دقت استاندارد^۱ تأیید شود. زمان تأیید، هیچ الگوریتمی نباید برای تصحیح تأخیر دما و اثر غوطه‌وری ساقه دما سنج استفاده گردد (دستورالعمل سازنده را در نظر بگیرید).

۲-۱-۹ تأیید کالیبراسیون وسایل اندازه‌گیری دما باید با استفاده از تقطیر تولوئن طبق گروه ۱ این روش آزمون و مقایسه دمای ۵۰ درصد بازیافت شده با جدول ۴ انجام شود.

۱-۲-۱-۹ برای دستگاه مورد استفاده، اگر دمای خوانده شده در محدوده مقادیر نشان داده شده در جدول ۴ نباشد (یادآوری بند ۲-۱-۹ و جدول ۴ را ببینید)، سیستم اندازه‌گیری دما معیوب است و نباید برای آزمون استفاده شود.

یادآوری - از تولوئن به عنوان یک سیال برای تأیید کالیبراسیون استفاده می شود که تقریباً اطلاعاتی را مبنی براین که وسیله اندازه‌گیری الکتریکی تا چه حد از نظر تأخیر دما مشابه دما سنج جیوهای عمل می کند، مشخص نخواهد کرد.

^a جدول ۴- نقاط جوش حداقل، حداکثر واقعی مربوط به ۵۰ درصد بازیافت شده طبق این روش آزمون (°C)

روش خودکار		روش دستی			
حداکثر	حداقل	حداکثر	حداقل	نقطه جوش واقعی ASTM/IP	تولوئن
نقطه جوش مربوط به ۵۰ درصد تبخیر، طبق این روش	نقطه جوش مربوط به ۵۰ درصد تبخیر، طبق این روش	نقطه جوش مربوط به ۵۰ درصد تبخیر، طبق این روش	نقطه جوش مربوط به ۵۰ درصد تبخیر، طبق این روش		
گروههای ۱ و ۲ و ۳					
۱۰۹/۷	۱۰۸/۵	۱۱۱/۸	۱۰۵/۹	۱۱۰/۶	
۴ گروه	۴ گروه	۴ گروه	۴ گروه	نقطه جوش واقعی ASTM/IP	هگزادکان
۲۸۰/۰	۲۷۷/۰	۲۸۳/۱	۲۷۲/۲	۲۸۷/۰	

در این جدول، دماهای حاصل از روش دستی و خودکار، مقادیر فواصل را دهنده روش آزمون می‌باشد. اطلاعات مربوط به مقادیر این جدول، در گزارش تحقیقی شماره RR:D02-1580 موجود می‌باشند.

۲-۱-۶ در این آزمون باید از تولوئن و هگزادکان(ستان) با درجه خلوص آزمایشگاهی استفاده کنید. از درجات خلوص دیگر نیز می‌توان استفاده کرد مشروط بر این‌که واکنشگر دارای خلوص کافی باشد و موجب کاهش صحت آزمون نشود.

یادآوری- در کتاب‌های مرجع، نقطه جوش تولوئن و هگزادکان در فشار $101/3\text{kPa}$ ، باستفاده از دماسنج غوطه‌وری جزئی، به ترتیب $110/6^\circ\text{C}$ و $287/0^\circ\text{C}$ گزارش شده است. چون در این روش آزمون از دماسنج‌های کالیبره شده با غوطه‌وری کلی استفاده می‌شود، نتایج کمتر خواهد بود و با توجه به نوع دماسنج و موقعیت آن ممکن است برای هر دماسنج منفاوت باشد.

۳-۱-۹ روشی برای تعیین مقدار تأخیر دما در پیوست پ شرح داده شده است.

۴-۱-۹ روشی برای برآورد اثر غوطه‌وری ساقه دماسنج در پیوست ح شرح داده شده است.

۵-۱-۹ به منظور تأیید کالیبراسیون سیستم اندازه‌گیری دما در دماهای افزایش یافته، از هگزادکان استفاده کنید. سیستم اندازه‌گیری دما باید در ۵۰ درصد بازیافت شده، یک دمای قابل مقایسه با آن‌چه در جدول ۴ آمده است، برای دستگاه مربوطه در شرایط تقطیر گروه ۴ نشان دهد.

یادآوری- به دلیل نقطه ذوب بالای هگزادکان، تقطیرهای تأییدی گروه ۴ باید با استفاده از مبرد با دمای بیش از 20°C انجام شود.

۲-۹ روش خودکار

۱-۲-۹ سطحیاب^۱

برای دستگاه تقطیر خودکار، مکانیزم اندازه‌گیری سطح^۲ مایع باید دارای تفکیک ۰/۱ درصد حجم یا بهتر با حداقل خطا^۳ ۰/۳ درصد حجمی بین نقاط پنج درصد حجمی تا ۱۰۰ درصد حجمی باشد. کالیبراسیون مجموعه طبق دستورالعمل‌های سازنده باید حداقل هرسه ماه تأیید شود. درصورت جابجایی یا تعمیر دستگاه نیز کالیبراسیون باید تأیید گردد.

یادآوری - روش کالیبراسیون متداول به کار رفته می‌تواند خروجی استوانه‌های دریافت‌کننده را به ترتیب با ظرف حاوی ۵ درصد حجمی و ۱۰۰ درصد حجمی ماده، بررسی کند.

۲-۲-۹ فشار اتمسفر

فشار خوانده‌شده باید با مقایسه با فشارسنج شرح داده شده در بند ۶-۶ حداقل هر شش ماه تأیید شود. درصورت جابجایی یا تعمیر دستگاه نیز فشار خوانده‌شده باید تأیید گردد.

۱۰ روش انجام آزمون

۱-۱۰ فشار اتمسفر موجود را یادداشت کنید.

۲-۱۰ گروه‌های ۱ و ۲

مطمئن شوید که نمونه طبق جدول ۲ آماده شده است. یک دماسنجدار دامنه دمایی پایین را که به یک اتصال مناسب چوب پنبه‌ای یا درپوش لاستیک‌سیلیکونی یا ماده پلیمری معادل مجهر است، داخل دهانه ظرف نمونه به‌طور محکم سوار کنید و دمای نمونه را به دمای نشان داده شده در جدول ۳ برسانید.

۳-۱۰ گروه‌های ۱ و ۲ و ۳ و ۴

بررسی کنید که دمای نمونه طبق جدول ۳ باشد. آزمونه را با دقیقتا خط نشان ۱۰۰ ml استوانه دریافت‌کننده بریزید و محتويات استوانه دریافت‌کننده را تا حدامکان، کاملاً به بالن تقطیر انتقال دهید و مطمئن شوید که مایعی به داخل لوله بخار نریزد.

یادآوری - توجه کنید که اختلاف دمای آزمونه و حمام اطراف استوانه دریافت‌کننده تا حدامکان کم باشد. اختلاف 5°C می‌تواند ۷ ml اختلاف حجم ایجاد کند.

۴-۱۰ گروه‌های ۳ و ۴

اگر نمونه در دمای محیط سیال نباشد، قبل از آزمون آن را تا دمای 9°C تا 21°C بالای نقطه ریزش آن (طبق روش‌های آزمون موجود در استاندارد ملی شماره ۱۰۲۰، ASTM D97، ASTM D5949 یا ASTM D5985) گرم کنید. اگر نمونه در این فاصله به طور جزئی یا کامل جامد می‌شود، به منظور اطمینان از یکنواخت بودن نمونه، آن را ذوب کنید و قبل از نمونه‌برداری به شدت تکان دهید.

1- Level Follower

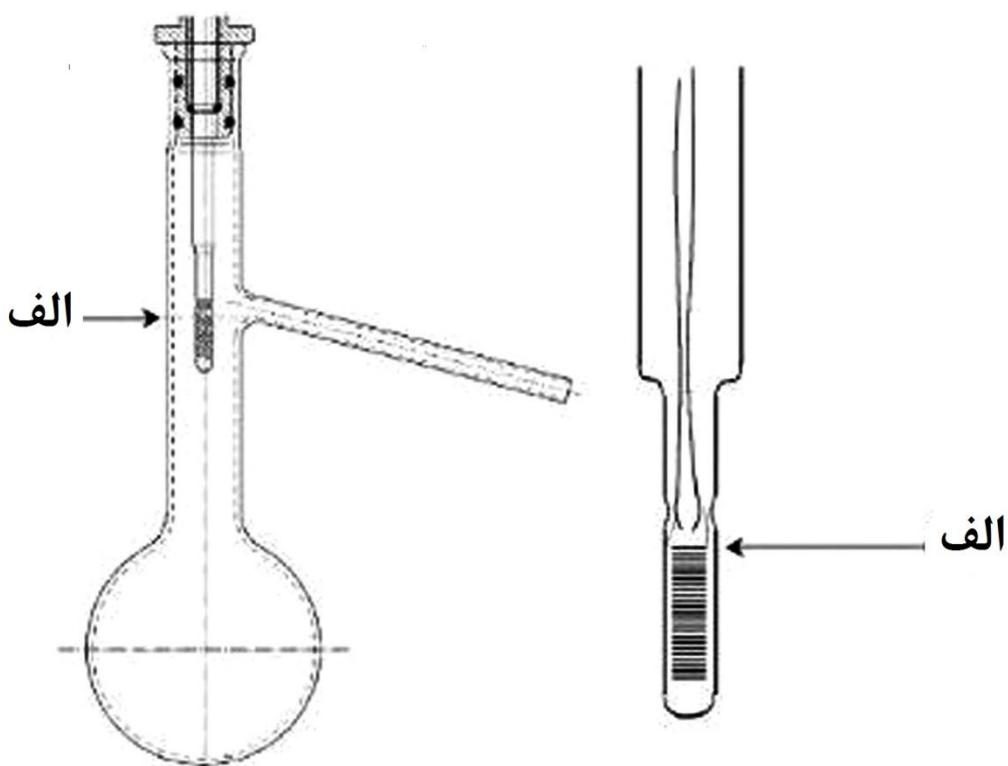
2- Level Follower/Reading Mechanism

۱-۳-۱۰ اگر نمونه در دمای محیط سیال نباشد، دامنه دمایی نشان داده شده در جدول ۳ را برای استوانه دریافت کننده و نمونه درنظر نگیرید. قبل از آزمون، استوانه دریافت کننده را تقریباً تا همان دمای نمونه گرم کنید. آزمونه گرم شده را به دقت تا خط نشانه ۱۰۰ ml درون استوانه دریافت کننده ببریزید و محتویات آن را تا حدامکان، کاملاً به بالن تقطیر انتقال دهید و مطمئن شوید که مایعی به داخل لوله بخار نریزید.

یادآوری- هر ماده‌ای که در طول انتقال تبخیر می‌شود، جزئی از تلف شده و ماده‌ای که در زمان نقطه جوش اولیه در استوانه دریافت کننده باقی می‌ماند، جزئی از حجم بازیافتنی مشاهده شده خواهد بود.

۴-۱۰ در صورت مشاهده رفتار نامنظم جوشیدن نمونه(نظیر پلغزدن)^۱، تعدادی سنگ جوش به آزمونه بیفزایید. افزودن تعدادی سنگ جوش برای هر تقطیر قابل قبول است.

۵-۱۰ حسگر دما را میان یک قطعه اتصال مناسب(طبق بند ۴-۶) در مرکز دهانه بالن به‌طور مکانیکی قرار دهید. حباب دماسنچ را در مرکز دهانه قرار دهید به‌طوری که پایین‌ترین قسمت لوله موئین آن با بالاترین نقطه در انتهای جداره داخلی لوله بخار(شکل ۵) هم‌سطح شود. در صورت قراردادن ترموموکوپل یا دماسنچ مقاومتی، دستورالعمل‌های سازنده را درنظر بگیرید(شکل ۶ را ببینید).



یادآوری- شرح الف: قسمت بالای مارپیچ ۱۰۰-Pt را به داخل گردن بالن تا بخش پایینی دیواره داخلی بازوی بالن، هم‌تراز کنید.

شکل ۶- مثالی از قرارگیری پروب ۱۰۰-Pt، مربوط به بازوی جانبی بالن تقطیر برای دستگاه تقطیر خودکار توصیه شده توسط سازنده

یادآوری- در صورت استفاده از گریس¹ بر روی سطح وسیله نگهدارنده، حداقل مقدار گریس که بر حسب تجربه به دست آمده است را به کار ببرید.

۶-۱۰ لوله بخار بالن را که مجهز به یک اتصال مناسب چوب پنبه‌ای با درپوش لاستیکی سیلیکول یا ماده پلیمری معادل می‌باشد، داخل لوله مبرد به طور محکم سوار کنید. بالن را در موقعیت عمودی طوری تنظیم کنید که لوله بخار به اندازه ۲۵mm تا ۵۰mm داخل لوله مبرد قرار گیرد. صفحه نگهدارنده بالن را بالا ببرید و آن را طوری تنظیم کنید که به طور مناسب رو به روی انتهای بالن قرار گیرد.

۷-۱۰ استوانه دریافت‌کننده‌ای را که برای اندازه‌گیری آزمونه استفاده کرده‌اید (بدون خشک کردن داخل آن) زیر قسمت انتهایی لوله مبرد، درون حمام با دمای کنترل شده قرار دهید. انتهای لوله مبرد باید در مرکز استوانه دریافت‌کننده قرار گیرد به طوری که فاصله از بالای خط نشانه ۱۰۰ml، حداقل ۲۵mm باشد.

۸-۱۰ نقطه جوش اولیه

۸-۱۰-۱ روش دستی

به منظور کاهش مقدار تلف شده ناشی از تبخیر، دهانه استوانه دریافت‌کننده را با یک قطعه کاغذ خشک کن یا ماده مشابه که به طور مناسب به اندازه لوله مبرد بريده شده، بپوشانید. در صورت استفاده از قطره‌گیر خمیده^۲، تقطیر را به گونه‌ای آغاز کنید که نوک قطره‌گیر درست در تماس با دیواره استوانه دریافت‌کننده باشد. در صورت عدم استفاده از قطره‌گیر خمیده، نوک مبرد را دور از دیواره استوانه دریافت‌کننده نگهدارید. زمان شروع و نقطه جوش اولیه را با تقریب ۵°C یادداشت کنید. در صورت عدم استفاده از قطره‌گیر خمیده، فوراً استوانه دریافت‌کننده را جابجا کنید تا نوک مبرد در تماس با جداره داخلی آن باشد.

۸-۱۰-۲ روش خودکار

به منظور کاهش مقدار تلف شده ناشی از تبخیر، از وسیله‌ای که توسط سازنده دستگاه برای این منظور تهیه شده است، استفاده کنید. بالن تقطیر و محتويات آن را در حالت حرارت دهید که نوک قطره‌گیر خمیده درست در تماس با دیواره استوانه دریافت‌کننده باشد. زمان شروع را یادداشت کنید. نقطه جوش اولیه را با تقریب ۱°C یادداشت کنید.

۹-۱۰ حرارت را به گونه‌ای تنظیم کنید که فاصله زمانی بین شروع حرارت و نقطه جوش اولیه مطابق جدول ۵ باشد.

۱۰-۱۰ حرارت را به گونه‌ای تنظیم کنید که زمان از نقطه جوش اولیه تا پنج درصد بازیافت شده مطابق جدول ۵ باشد.

۱۱-۱۰ تنظیم حرارت را ادامه دهید تا میزان متوسط یکنواخت میان، از پنج درصد بازیافت شده تا ۵ml باقی‌مانده در بالن، ۴ml در دقیقه تا ۵ml در دقیقه باشد.

1-Vacuum Grease

2- Receiver Deflector

هشدار- به دلیل ساختار بالن جوش و شرایط آزمون، بخار و مایع اطراف حسگر دما در تعادل ترمودینامیکی نمی‌باشند. در نتیجه میزان تقطیر بر دمای بخار اندازه‌گیری شده تأثیر خواهد گذاشت. بنابراین در طول آزمون، سرعت تقطیر تا حدامکان باید ثابت نگه‌داشته شود.

یادآوری- در هنگام آزمون بر روی نمونه‌های بنزین، گاهی اوقات به طور غیر عادی مشاهده می‌شود که حاصل میان به طور ناگهانی تشکیل فازهای غیرقابل امتزاج می‌دهد و در دمای بخار حدوداً 160°C ، بر روی وسیله اندازه‌گیری دما و در گردن بالن، قطراتی ایجاد می‌شود. این امر ممکن است همراه با یک افت شدید(حدود 3°C) در دمای بخار و کاهش سرعت بازیافت باشد. این پدیده که می‌تواند به دلیل وجود مقادیر بسیار کم آب در نمونه باشد(قبل از این که دما جبران شود و میان دوباره با جریان یکنواخت آغاز شود)، ممکن است ۱۰ ثانیه تا ۳۰ ثانیه طول بکشد. به این نقطه گاهی اوقات « نقطه درنگ»^۱ گفته می‌شود.

۱۲-۱۰ تقطیری را که در آن الزامات ذکر شده در بندهای ۹-۱۰، ۱۰-۱۰ و ۱۱-۱۰ حاصل نشده است را تکرار کنید.

۱۳-۱۰ در صورت مشاهده نقطه شکست مولکولی، حرارت را قطع کنید و مطابق راهنمایی‌های بند ۱۰-۱۷ ادامه دهید.

یادآوری- نشانه‌های ویژه تجزیه حرارتی عبارتند از: ایجاد بخار، دود و مشاهده دمای دمای غیرقابل پیش‌بینی(معمولًاً کاهش دما) که در طول آخرین مرحله تقطیر رخ می‌دهد.

۱۴-۱۰ در فاصله زمانی بین نقطه جوش اولیه و پایان تقطیر، داده‌های لازم برای محاسبه و گزارش نتایج آزمون(که مورد نیاز ویژگی‌های مربوطه یا از قبل تعیین شده برای نمونه مورد آزمون می‌باشد) را مشاهده و یادداشت کنید. این نتایج مشاهده شده می‌تواند شامل دمای خوانده شده در درصدهای بازیافت شده معین یا درصدهای بازیافت شده در دمای معین خوانده شده و یا هر دو باشد.

۱۴-۱۱ روش دستی
همه حجم‌های موجود در استوانه دریافت کننده را با تقریب 0.5ml و همه دمای خوانده شده را با تقریب 0.5°C یادداشت کنید.

۱۴-۱۲ روش خودکار
همه حجم‌های موجود در استوانه دریافت کننده را با تقریب 1ml و همه دمای خوانده شده را با تقریب 1°C یادداشت کنید.

۱۴-۱۳ گروه‌های ۱ و ۲ و ۳ و ۴
در مواردی که الزامات داده‌ای مشخصی، تعیین نشده است، نقطه جوش اولیه، نقطه پایانی(نقطه جوش نهایی) یا نقطه خشک شدن یا هر دو و دمای خوانده شده از دماسنچ در ۵، ۱۵، ۸۵ و ۹۵ درصد بازیافت شده و در هر مضربی از ۱۰ درصد حجم بازیافت شده شامل ۹۰ تا ۱۰ را یادداشت کنید.

۱۰-۳-۱۴-۴ گروه

درصورت استفاده از دماسنچ با دامنه دمایی بالا، درمورد آزمون سوخت‌های توربین هواپیما و فراورده‌های مشابه، ممکن است برخی از دماهای دماسنچ به علت وجود وسیله نگهدارنده دیده نشوند. اگر خواندن این دماها مورد نیاز است، دومین تقطیر را طبق گروه ۳ انجام دهید. در چنین مواردی دمای خوانده‌شده از دماسنچ با دامنه دمایی پایین می‌تواند به جای دماهای دیده نشده دماسنچ با دامنه دمایی بالا گزارش شود. این مورد را در گزارش آزمون ذکر کنید. درصورت توافق، اگر از دماهای دیده نشده صرف‌نظر می‌گردد، در گزارش آزمون به این مورد نیز اشاره کنید.

۱۰-۴-۴ درمورد نمونه‌ای که دارای تغییر تند در شب منحنی تقطیر در درصد تبخیرشده یا بازیافت‌شده معین می‌باشد، بهمنظور گزارش دمای خوانده‌شده در درصد تبخیرشده یا بازیافت‌شده معین، دماهای خوانده‌شده را در هر یک درصد حجم بازیافت شده یادداشت کنید. شبیه با تغییر تند درنظر گرفته می‌شود که تغییر در شب (C) نقاط داده‌ها طبق بند ۱۰-۴-۲ در آن منطقه بهخصوص بیش از ۶٪ باشد. شب طبق معادله ۱ محاسبه می‌گردد.

$$(C) = \frac{C_2 - C_1}{V_2 - V_1} - \frac{C_3 - C_2}{V_3 - V_2} \quad (1)$$

که در آن:

C_1 دما در درصد حجم یادداشت‌شده، یک قرائت قبل از درصد حجم موردنظر (°C)

C_2 دمای یادداشت‌شده مربوط به درصد حجم موردنظر (°C)

C_3 دمای مربوط به درصد حجم یادداشت‌شده بعد از درصد حجم موردنظر (°C)

V_1 درصد حجم یادداشت‌شده قبل از درصد حجم موردنظر

V_2 درصد حجم یادداشت‌شده در درصد حجم موردنظر

V_3 درصد حجم یادداشت‌شده بعد از درصد حجم موردنظر

۱۰-۱۵ زمانی که در بالن تقریباً ۵ ml مایع باقی ماند، آخرین تنظیم دما را انجام دهید. زمان از ۵ml باقی‌مانده در بالن تا نقطه پایانی (نقطه جوش نهایی) باید در محدوده‌های شرح داده شده در جدول ۵ باشد. اگر این شرایط رضایت‌بخش نبود، آزمون را با اصلاح مناسب تنظیم دمای نهایی، تکرار کنید.

جدول ۵- شرایط روش آزمون

۱۰ گروه	۳ گروه	۲ گروه	۱ گروه	
۰-۶۰	۰-۵	۰-۵	۰-۱	دماهی حمام سردکن ^a (°C)
± ۳	۱۳-۱۸	۱۳-۱۸	۱۳-۱۸	دماهی حمام اطراف استوانه دریافت کننده (°C)
۵-۱۵	۵-۱۰	۵-۱۰	۵-۱۰	زمان از شروع حرارت تا نقطه جوش اولیه (دقیقه)
		۶۰-۱۰۰	۶۰-۱۰۰	زمان از نقطه جوش اولیه تا ۵ درصد بازیافت شده (ثانیه)
۴-۵	۴-۵	۴-۵	۴-۵	سرعت متوسط یکنواخت از ۵ درصد بازیافت شده تا ۵ml در بالن (ml در دقیقه)
۵	۵	۵	۵	زمانیادداشت شده از ۵ml باقیمانده تا نقطه پایانی (دقیقه)

^a دماهی مناسب حمام مبرد بستگی به مقدار موم نمونه و اجزاء تقطیر آن دارد. به طور معمول آزمون با استفاده از یک دماهی ثابت مبرد انجام می شود. هر یک از موارد زیر می تواند نشانگر تشکیل موم در مبرد باشد:

(الف) وجود ذرات موم در تقطیر شده ای که از نوک مبرد پایین می افتد؛

(ب) تلف شده تقطیر بیش از مقدار مورد انتظار براساس نقطه جوش اولیه آزمونه باشد؛

(پ) سرعت نامنظم بازیافتی؛

ت) وجود ذرات موم در هنگام خارج نمودن مایع باقیمانده توسط شستشو با پارچه بدون الیاف کتان (بند ۳-۸).

برای دست یابی به عملکرد رضایت بخش، حداقل دما را به کار برد. به طور معمول حمام با دامنه دمایی ۰-۴°C تا ۴°C برای نفت سفید، نفت کوره درجه ۱ و نفت کوره دیزلی درجه D-1 مناسب می باشد. برخی نمونه ها مانند نفت کوره درجه ۲، نفت کوره دیزلی درجه D-2، نفت گاز و محصولات تقطیر مشابه، ممکن است نیازمند نگهداری دمای حمام مبرد در دامنه دمایی ۳۸°C تا ۶۰°C باشند.

یادآوری- چون تعیین ۵ml باقیمانده از مایع در حال جوش، در بالن مشکل است، این زمان با مشاهده مقدار مایع بازیافت شده در استوانه دریافت کننده معین می شود. در این نقطه، حجم بازمانده دائمی تقریباً ۱/۵ml تعیین شده است. در صورت عدم وجود مجموع بخارات تلف شده، مقدار ۵ml باقیمانده درون بالن می تواند برابر مقدار ۹۳/۵ml بازیافت شده در استوانه دریافت کننده فرض شود. این مقدار باید برای مقدار تخمین زده شده مجموع بخارات تلف شده تنظیم گردد.

۱۰-۱۵-۱ اگر مجموع بخارات تلف شده واقعی، با مقدار تخمین زده شده بیش از ۲ml اختلاف داشته باشد، آزمون را دوباره انجام دهید.

۱۰-۱۶ نقطه پایانی (نقطه جوش نهایی) یا نقطه خشک شدن و یا هر دو را در صورت لزوم مشاهده، یادداشت و حرارت را قطع کنید.

یادآوری ۱- برای کاربردهای عمومی، نقطه پایانی (نقطه جوش نهایی) نسبت به نقطه خشک شدن ترجیح داده می شود. نقطه خشک شدن می تواند در مردمورد کاربردهای ویژه انواع نفتا مانند استفاده در صنعت رنگ گزارش شود. همچنانی زمانی که نمونه دارای خاصیتی است که دقت نقطه پایانی (نقطه جوش نهایی) به طور دقیق با الزامات این روش قابل اندازه گیری نیست، نقطه خشک شدن می تواند جانشین نقطه پایانی (نقطه جوش نهایی) شود.

یادآوری ۲- گروه های ۱ و ۲- هر زمان که آخرین تنظیم حرارت انجام شد، دمای خوانده شده بخار از دماسنجد رو به افزایش خواهد بود. همچنان که تقطیر به نقطه پایانی (نقطه جوش نهایی) نزدیک می شود، تقطیر معمولاً ابتدا به نقطه خشک شدن می رسد. پس از رسیدن نقطه خشک شدن، دمای خوانده شده بخار از دماسنجد باید رو به افزایش باشد. ته بالن خشک خواهد شد اما در کناره ها و گردن بالن و حسگر دما هنوز بخارهای حاصل از میعان وجود دارند. بخار متراکم ممکن است ظاهری به صورت ابرسفیدی از بخار داشته باشد. این بخار متراکم / ابر بخار باید کاملاً حسگر اندازه گیری دما را قبل از این که دمای بخار

شروع به کاهش کند، در برگیرد. اگر این مشاهدات رخ ندهند، نقطه پایانی ممکن است حاصل نشده باشد. توصیه می شود آزمون را با افرودن حرارت بیشتر تا تنظیم نهایی حرارت، تکرار کنید. معمولاً دمای بخار شروع به افزایش می کند ضمن این که نقطه خشک شدن حاصل می شود و ابر بخار، حسگر اندازه گیری دما را در برمی گیرد. زمانی که به نقطه پایانی نزدیک می شوید، سرعت افزایش دما آهسته کم و ثابت خواهد شد. در لحظه ای که نقطه پایانی حاصل می شود، دمای بخار شروع به کاهش می کند. اگر دمای بخار شروع به کاهش کند اما سپس افزایش یابد و این دوره تا زمانی که دمای بخار رو به افزایش است، تکرار شود، برای تنظیم نهایی، گرمای بیشتری را اعمال کرده اید. در این صورت توصیه می شود آزمون را با کاهش حرارت نهایی تکرار کنید.

گروه های ۳ و ۴- بسیاری از نمونه های گروه های ۳ و ۴ با درنظر گرفتن نقطه خشک شدن و نقطه پایانی دارای همان مشخصات تقطیر مطابق گروه های ۱ و ۲ می باشند. با نمونه هایی که شامل موادی با دمای جوش بیشتر می باشند، ممکن است نقطه خشک شدن یا نقطه پایانی قبل از نقطه شکست مولکولی قابل تشخیص نباشد.

۱۷-۱۰ پس از قطع حرارت اجازه دهید تا محصول تقطیر به داخل استوانه دریافت کننده تخلیه شود.

۱۷-۱۱ روش دستی

در حالی که تخلیه لوله مبرد به داخل استوانه مدرج ادامه دارد، در فواصل زمانی دو دقیقه حجم حاصل از میعان را مشاهده و آنرا تا برابری دو مشاهده متوالی با تقریب 5 ml یادداشت کنید. حجم درون استوانه دریافت کننده را با دقت اندازه گیری و آن را با تقریب 5 ml یادداشت کنید.

۱۷-۱۲ روش خودکار

دستگاه همیشه باید حجم بازیافت شده را تا زمانی که تغییرات حجم بیش از 1 ml در دو دقیقه نباشد، نشان دهد. حجم موجود در استوانه دریافت کننده را با دقت با تقریب 1 ml یادداشت کنید.

۱۸-۱۰ حجم موجود در استوانه دریافت کننده را به عنوان درصد بازیافتی یادداشت کنید. اگر تقطیر در شرایط نقطه شکست مولکولی قبل از متوقف شده است، درصد بازیافت شده را از عدد ۱۰۰ کم کنید. این اختلاف را به عنوان مجموع درصد باقیمانده و درصد تلف شده گزارش کنید و روش ذکر شده در بند ۱۹-۱۰ را حذف کنید.

۱۹-۱۰ پس از خنک شدن بالن و عدم مشاهده بخار بیشتر، بالن را از مبرد جدا کنید، محتویات آن را به داخل استوانه مدرج 5 ml بریزید و درحالی که بالن بالای استوانه قرار دارد تا زمانی که افزایش محسوسی در حجم مایع درون استوانه مشاهده نشود، آن را تخلیه کنید. حجم موجود در استوانه مدرج را با تقریب 1 ml اندازه گیری و به عنوان درصد باقیمانده یادداشت کنید.

۱۹-۱۱ اگر استوانه مدرج 5 ml دارای درجه بندی های کمتر از 1 ml نباشد و حجم مایع کمتر از 1 ml است، قبل از استوانه را با 1 ml روغن سنگین پر کنید تا امکان برآورده بهتری از حجم ماده بازیافت شده وجود داشته باشد.

۱۹-۱۲ اگر حجم باقیمانده بیش از انتظار به دست آید و تقطیر به طور عمد قبل از نقطه پایانی خاتمه نیابد، بررسی کنید که حرارت کافی تا پایان تقطیر به کار برد شده است و شرایط در طول آزمون مطابق شرایط مشخص شده در جدول ۵ باشد. در غیر این صورت آزمون را تکرار کنید.

یادآوری ۱- باقیمانده های تقطیر این روش آزمون برای بنزین، نفت سفید و سوخت دیزلی معمولاً به ترتیب ۲/۱، ۰/۹ و ۱/۴ درصد حجمی می باشند.

یادآوری ۲- این روش آزمون برای سوخت های تقطیری حاوی مقادیر قابل توجه از مواد باقیمانده طراحی نشده است. بند ۱-۲ را ببینید.

۲-۱۹ گروههای ۱ و ۲ و ۳ و ۴

حجم موجود در استوانه مدرج ۵ml را با تقریب ۱ml به عنوان درصد باقیمانده یادداشت کنید.

۲۰- اگر هدف از تقطیر، تعیین درصد تبخیر شده یا درصد بازیافت شده در یک دمای خوانده شده صحیح شده می باشد، روش را طبق دستورالعمل های شرح داده شده در پیوست ت اصلاح کنید.

۲۱- لوله مبرد و لوله جانبی بالن را از نظر وجود رسوبات جامد یا موسمی شکل بررسی کنید. در صورت وجود این موارد، آزمون را پس از انجام تنظیم های شرح داده شده در زیرنویس جدول ۵، تکرار کنید.

۱۱ محاسبات

۱-۱۱ درصد بازیافتی کل، مجموع درصد بازیافتی (بند ۱۰-۱۸) و درصد باقیمانده (بند ۱۰-۱۹) می باشد. درصد بازیافتی کل را از عدد ۱۰۰، کم کنید تا درصد تلف شده را به دست آورید.

۲-۱۱ فشار اتمسفر خوانده شده از قسمت فروفتگی ستون جیوه فشارسنج را تصحیح نکنید. همچنین فشار را نسبت به مقداری که باید در سطح دریا باشد، تنظیم نکنید.

یادآوری- فشار خوانده شده نباید نسبت به دما و جاذبه استاندارد تصحیح گردد. حتی بدون انجام این تصحیح ها، دماهای خوانده شده تصحیح شده برای همان نمونه بین آزمایشگاه های دو مکان مختلف جهان به طور معمول کمتر از ۰/۱°C در ۱۰۰°C اختلاف خواهد داشت. تقریباً همه داده های به دست آمده قبلی که نسبت به دمای استاندارد و جاذبه استاندارد تصحیح نشده اند، در فشار اتمسفر گزارش گردیده اند.

۳-۱۱ دماهای خوانده شده را نسبت به فشار $101/3\text{ kPa}$ تصحیح کنید. برای همه دماهای خوانده شده، تصحیح را با استفاده از معادله «سیدنی یانگ» طبق معادله ۲ یا با استفاده از جدول ۶ انجام دهید.

$$C_c = 0.0009(101/3 - P_k)(273 + t_c) \quad (2)$$

که در آن:

t_c دمای خوانده شده (°C)

C_c تصحیح هایی که باید به دماهای خوانده شده به صورت جبری اضافه شوند.

P_k فشار خوانده شده در زمان و محل آزمون (kPa)

پس از انجام تصحیح و گردنمودن نتایج با تقریب $1/1^{\circ}\text{C}$ یا $0/5^{\circ}\text{C}$ (متناسب با دستگاه مورد استفاده)، دماهای تصحیح شده دماسنجد را در همه محاسبات و گزارشات بعدی به کار ببرید.

یادآوری- زمانی که در تعاریف، ویژگی های فرآورده یا توافق های بین طرفین چنین تصحیحی مورد نیاز نباشد یا تصحیح باید نسبت به فشار پایه دیگری انجام شود، دماهای خوانده شده نسبت به $101/3\text{ kPa}$ تصحیح نمی شوند.

جدول ۶- تصحیح تقریبی دماسنج خوانده شده

تصحیح ^a در ۱/۳kPa اختلاف فشار	دامنه دما
°C	°C
۰,۳۵	۱۰ - ۳۰
۰,۳۸	۳۰ - ۵۰
۰,۴۰	۵۰ - ۷۰
۰,۴۲	۷۰ - ۹۰
۰,۴۵	۹۰ - ۱۱۰
۰,۴۷	۱۱۰ - ۱۳۰
۰,۵۰	۱۳۰ - ۱۵۰
۰,۵۲	۱۵۰ - ۱۷۰
۰,۵۴	۱۷۰ - ۱۹۰
۰,۵۷	۱۹۰ - ۲۱۰
۰,۵۹	۲۱۰ - ۲۳۰
۰,۶۲	۲۳۰ - ۲۵۰
۰,۶۴	۲۵۰ - ۲۷۰
۰,۶۶	۲۷۰ - ۲۹۰
۰,۶۹	۲۹۰ - ۳۱۰
۰,۷۱	۳۱۰ - ۳۳۰
۰,۷۴	۳۳۰ - ۳۵۰
۰,۷۶	۳۵۰ - ۳۷۰
۰,۷۸	۳۷۰ - ۳۹۰
۰,۸۱	۳۹۰ - ۴۱۰

^a این مقادیر باید زمانی که فشار اتمسفر کمتر از ۱۰ ۱/۳ kPa باشد، به دما افزوده و در صورتی که بیش از ۱۰ ۱/۳ kPa باشد، از دما کم شود.

۴-۱۱ زمانی که دماهای خوانده شده نسبت به فشار ۱۰ ۱/۳ kPa تصحیح می شوند، تلف شده واقعی را نسبت به این فشار تصحیح کنید. تلف شده تصحیح شده (L_c) از معادله ۳ محاسبه می شود و یا می تواند از جداول ۱ یا ۲ به دست آید.^۱

$$L_c = \frac{1}{\Delta} + \frac{(L - 0,5)}{1 + \frac{(10,1/3 - P_k)}{A/100}} \quad (3)$$

۱- معادله ۳ از داده های جدول ت ۳ و معادلات ۵ و ۶ ذکر شده در ASTMD86:1995 و ویرایش های قبلی به دست آمده اند. احتمال دارد که معادله ۳، معادله تجربی اولیه ای باشد که جدول و معادله موجود در استاندارد فوق و ویرایش های قبلی، از آن گرفته شده اند.

که در آن:

L تلف شده مشاهده شده

L_c تلف شده تصویح شده

kPa فشار بر حسب P_k

۱-۴-۱۱ درصد بازیافتی تصویح شده مربوطه را طبق معادله زیر محاسبه کنید.

$$R_c = R + (L - L_c) \quad (4)$$

که در آن:

L درصد تلف شده یا تلف شده مشاهده شده

L_c تلف شده تصویح شده

R درصد بازیافتی

R_c درصد بازیافتی تصویح شده

۱-۵ به منظور به دست آوردن درصد تبخیر شده در دمای خوانده شده معین، درصد تلف شده را به هر یک از درصد های بازیافت شده مشاهده شده در دمای خوانده شده معین بیفزایید و این نتایج را به عنوان درصد تبخیر شده طبق معادله زیر گزارش کنید:

$$P_e = P_r + L \quad (5)$$

که در آن:

L تلف شده مشاهده شده

P_e درصد تبخیر شده

P_r درصد بازیافت شده

۱-۶ به منظور به دست آوردن دمای مربوط به تبخیر شده معین، اگر هیچ داده ای در مورد دمای یادداشت شده در ۰/۱ درصد حجمی تبخیر شده در دسترس نباشد، یکی از دو روش زیر را به کار برد و در گزارش مشخص کنید که روش ترسیمی یا محاسباتی به کار رفته است.

۱-۶-۱ روش محاسباتی

به منظور به دست آوردن درصد بازیافت شده مربوطه، تلف شده مشاهده شده را از درصد تبخیر شده معین کم کنید. دمای موردنظر را طبق معادله زیر محاسبه کنید.

$$T = T_L + \frac{(T_H - T_L)(P_r - P_{rL})}{(P_{rH} - P_{rL})} \quad (6)$$

که در آن:

P_r درصد بازیافت شده مربوط به درصد تبخیر شده معین

P_{rH} درصد بازیافت شده نزدیک و بیش از

P_{rL} درصد بازیافت شده نزدیک و کمتر از

T دمای خوانده شده در درصد تبخیر شده معین

T_H دمای خوانده شده یادداشت شده در P_{rH}

T_L دمای خوانده شده یادداشت شده در P_{rL}

در محدوده ای که نمودارهای تقطیر غیرخطی هستند، مقادیر حاصل از روش محاسباتی تحت تأثیر قرار می گیرند. فواصل بین نقاط به دست آمده متوالی در هر مرحله از آزمون نمی تواند بیش از فواصل نشان داده شده در بند ۱۰-۱۸ باشد. در هیچ مورد نباید محاسبه ای برآسas بروانیابی انجام شود.

۲-۶-۱۱ روش ترسیمی

با استفاده از کاغذ نمودار با تقسیم بندی یکسان، دماهای خوانده شده تصحیح شده نسبت به فشار اتمسفر (در صورت لزوم بند ۳-۱۱ را ببینید) را به ازای درصد بازیافت شده معین آن رسم کنید. نقطه جوش اولیه را در صفر درصد بازیافت شده رسم کنید. منحنی صاف را با اتصال نقاط رسم کنید. به منظور به دست آوردن درصد بازیافت شده برای هر درصد تبخیر شده معین، تلفشده تقطیر را کم کنید و از نمودار دمای مربوط به این درصد بازیافت شده را به دست آورید. مقادیر حاصل از روش های درون یابی ترسیمی به دقت رسم منحنی بستگی دارند.

یادآوری - در پیوست چ روش های محاسباتی با استفاده از مثال های عددی شرح داده شده اند.

۳-۶-۱۱ در بیشتر دستگاه های خودکار، داده های دما - حجم در فواصل $1/10$ درصد حجم یا کمتر جمع آوری و در حافظه ذخیره می شوند. به منظور گزارش دمای خوانده شده در یک درصد تبخیر شده معین، نیازی به استفاده از هیچ یک از روش های شرح داده شده در بند های ۱-۶-۱۱ و ۲-۶-۱۱ نمی باشد. دمای موردنظر را به طور مستقیم از داده های اولیه، به گونه ای به دست آورید که نزدیک ترین مقدار به درصد تبخیر شده معین و در فاصله $1/10$ درصد حجمی آن باشد.

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد (پیوست خ را برای مثال هایی از گزارش ها ببینید):

۱-۱۲ فشار اتمسفر با تقریب $1/1\text{kPa}$

۲-۱۲ همه حجم های خوانده شده بر حسب درصد

۳-۱۲ ۱ روش دستی

حجم های خوانده شده را با تقریب $1/5$ و همه دماهای خوانده شده را با تقریب $1/5^{\circ}\text{C}$ گزارش کنید.

۲-۳-۱۲ روش خودکار

حجم های خوانده شده را با تقریب $1/1$ و همه دماهای خوانده شده را با تقریب $1/1^{\circ}\text{C}$ گزارش کنید.

۴-۱۲ داده‌های زیر پس از تصحیح دماهای خوانده شده نسبت به فشار اتمسفر، نیازی به محاسبه بیشتری قبل از گزارش ندارند:

نقطه جوش اولیه، نقطه خشک شدن، نقطه پایانی(نقطه جوش نهایی)، نقطه شکست مولکولی و همه جفت مقادیر متقابل مربوط به درصد بازیافت شده و دماهای خوانده شده.

۱-۴-۱۲ اگر دماهای خوانده شده نسبت به فشار اتمسفر تصحیح نشده‌اند، در گزارش ذکر کنید.

۵-۱۲ زمانی که دماهای خوانده شده نسبت به فشار $101/3 \text{ kPa}$ تصحیح نشده‌اند، درصد باقی‌مانده و درصد تلف شده را طبق آنچه به ترتیب در بندهای ۱۹-۱۰ و ۱۱-۱۰ مشاهده شده، گزارش کنید.

۶-۱۲ در محاسبه درصد تبخیر شده، از تلف شده تصحیح شده استفاده نکنید.

۷-۱۲ در موقعی که نمونه بنزین یا هر فراورده دیگر طبقه‌بندی شده در گروه ۱ یا فراورده‌هایی با درصد تلف شده بیش از ۲۰ درصد وجود دارد، توصیه می‌گردد گزارش را بر مبنای روابط بین دماهای خوانده شده و درصد تبخیر شده قرار دهید. در غیر این صورت گزارش می‌تواند بر مبنای روابط بین دماهای خوانده شده و درصد تبخیر شده یا درصد بازیافت شده انجام شود. در هر گزارش باید به طور واضح معین شود که چه مبنای به کار برده شده است.

۷-۱۲ در روش دستی اگر نتایج بر حسب درصد تبخیر شده نسبت به دمای خوانده شده بیان شده است، در گزارش ذکر کنید که از روش محاسباتی یا ترسیمی (بند ۶-۱۱) استفاده شده است.

۸-۱۲ در صورت استفاده از عامل خشک‌کننده (طبق بندهای ۷-۵-۷ و ۷-۵-۳) در گزارش این مورد را ذکر کنید.

۹-۱۲ شکل ث ۱ نمونه‌ای از یک گزارش جدولی می‌باشد که درصد بازیافت شده را نسبت به دماهای خوانده شده مربوطه و دماهای خوانده شده تصحیح شده و همچنین درصد تلف شده، تلف شده تصحیح شده و درصد تبخیر شده را نسبت به دماهای خوانده شده تصحیح شده نشان می‌دهد.

۱۳ دقت^۱ و اریبی^۲

۱-۱۳ دقت

دقت این روش آزمون با استفاده از روش آماری و نتایج آزمون بین‌آزمایشگاهی مطابق زیر است:

۱- توضیحات دقت طبق روش ASTM D6300 از ۲۵۰۰ برنامه آزمون مشارکتی بین‌آزمایشگاهی به دست آمده است. در این برنامه ۱۶ آزمایشگاه، ۳۳ سری نمونه شامل بنزین‌های با ویژگی مشخص (برخی شامل تا ۱۰ درصد اتانول)، دیزل با ویژگی مشخص با بیو دیزل B5 و B20، روغن حرارتی با ویژگی مشخص، سوخت‌های توربین هوایی، سوخت جت، سوخت‌های دریایی، حلال‌های معدنی و تولوئن را آزمون نمودند. دامنه دمایی پوشش داده شده 23°C تا 365°C بود. اطلاعات براساس نوع نمونه‌ها و میانگین نقاط جوش آن‌ها در گزارش تحقیق موجود می‌باشند. دقت برای یک نمونه بنزین با فشار بخار بالا که تلف شده زیادی را نشان داد و یک نمونه سوخت توربین هوایی غلیظ شده با بنزین (که معمول نمی‌باشد)، تعیین نگردید.

یادآوری ۱- دقت و اربی مطابق با عدد گروه، از روش زیر به دست آمده‌اند. نمونه گروه‌های ۱ و ۲ و ۳ با عنوان NOT4 و نمونه‌های گروه ۴ با عنوان GRP4 طبقه‌بندی می‌شوند.

یادآوری ۲- دقت، از داده‌های حاصل از دستگاه خودکار این آزمون به دست آمده است. نمونه‌ای از مثال‌های دقت برای دستگاه دستی می‌تواند از اطلاعات موجود در پیوست ت (طبق بند ت-۱۰) محاسبه شود.

یادآوری ۳- اطلاعات دقت در صد تبخیرشده یا در صد بازیافت شده در دمای معین در پیوست ت ذکر شده است.

یادآوری ۴- برای برطرف کردن نگرانی آزمایشگاه‌هایی که قادر به دستیابی به دقت مربوط به دمای ۵۰ در صد تبخیرشده نیستند، یک مطالعه بین آزمایشگاهی جدید طراحی می‌شود.

۱-۱-۱۳ تکرارپذیری

اختلاف بین نتایج به دست آمده از آزمون متوالی توسط یک آزمایشگر در آزمون‌های مکرر با همان وسایل، شرایط ثابت روی مواد یکسان در شرایط معمولی و کاربرد صحیح این روش آزمون فقط در یک مورد از ۲۰ مورد می‌تواند از مقادیر تعیین شده در زیر بیشتر شود.

برای جداول تکرارپذیری محاسبه شده، به پیوست الف رجوع کنید.

$$\begin{aligned} \text{دامنه معتبر: } & 70^{\circ}\text{C} \text{ تا } 20^{\circ}\text{C} & r = 0,0295(E + 51,19) & : \text{IBP} \\ \text{دامنه معتبر: } & 95^{\circ}\text{C} \text{ تا } 35^{\circ}\text{C} & r = 1,32 & : \text{E10} \\ \text{دامنه معتبر: } & 220^{\circ}\text{C} \text{ تا } 65^{\circ}\text{C} & r = 0,74 & : \text{E50} \\ \text{دامنه معتبر: } & 245^{\circ}\text{C} \text{ تا } 110^{\circ}\text{C} & r = 0,00755(E + 59,77) & : \text{E90} \\ & \text{دامنه معتبر: } 260^{\circ}\text{C} \text{ تا } 135^{\circ}\text{C} & r = 2,33 & : \text{FBP} \end{aligned}$$

برای جداول تکرارپذیری محاسبه شده، به پیوست الف رجوع کنید.

$$\begin{aligned} \text{دامنه معتبر: } & 220^{\circ}\text{C} \text{ تا } 145^{\circ}\text{C} & r = 0,018T & : \text{IBP} \\ \text{دامنه معتبر: } & 265^{\circ}\text{C} \text{ تا } 160^{\circ}\text{C} & r = 0,0094T & : \text{T10} \\ \text{دامنه معتبر: } & 295^{\circ}\text{C} \text{ تا } 170^{\circ}\text{C} & r = 0,94 & : \text{T50} \\ \text{دامنه معتبر: } & 340^{\circ}\text{C} \text{ تا } 180^{\circ}\text{C} & r = 0,0041T & : \text{T90} \\ \text{دامنه معتبر: } & 340^{\circ}\text{C} \text{ تا } 260^{\circ}\text{C} & r = 0,01515(T - 140) & : \text{T95} \\ \text{دامنه معتبر: } & 365^{\circ}\text{C} \text{ تا } 195^{\circ}\text{C} & r = 2,2 & : \text{FBP} \end{aligned}$$

که در آن:

E: دمای تبخیرشده در دامنه معتبر شرح داده شده

T: دمای بازیافت شده در دامنه معتبر شرح داده شده

یادآوری- در مورد انواع نفتا، حلال‌ها و مواد مشابه دیگر که در صد بازیافت شده گزارش می‌گردد و در صد تلف شده معمولاً کمتر از یک درصد است، دماهای مربوط به در صد بازیافت شده می‌تواند معادل دماهای مربوط به در صد تبخیرشده در نظر گرفته شود و دقت می‌تواند طبق NOT4 محاسبه گردد.

۲-۱-۱۳ تجدیدپذیری

اختلاف بین دو نتیجه آزمون مستقل و جداگانه به دست آمده توسط آزمایشگرهای متفاوت در آزمایشگاه‌های مختلف روی مواد یکسان، شرایط معمولی و کاربرد صحیح این روش آزمون، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد می‌تواند از مقادیر تعیینشده در زیر بیشتر شود.

برای جداول تجدیدپذیری محاسبه شده، به پیوست الف رجوع کنید.

دامنه معتبر: 20°C تا 70°C	$R = 0,0595(E + 51,19)$: IBP
دامنه معتبر: 35°C تا 95°C	$R = 3,20$: E10
دامنه معتبر: 65°C تا 220°C	$R = 1,88$: E50
دامنه معتبر: 110°C تا 245°C	$R = 0,019(E + 59,77)$: E90
دامنه معتبر: 135°C تا 260°C	$R = 6,78$: FBP

برای جداول تجدیدپذیری محاسبه شده، به پیوست الف رجوع کنید

دامنه معتبر: 145°C تا 220°C	$R = 0,055T$: IBP
دامنه معتبر: 160°C تا 265°C	$R = 0,022T$: T10
دامنه معتبر: 170°C تا 295°	$R = 2,97$: T50
دامنه معتبر: 180°C تا 340°C	$R = 0,015T$: T90
دامنه معتبر: 260°C تا 340°C	$R = 0,0423(T - 140)$: T95
دامنه معتبر: 195°C تا 365°C	$R = 7,1$: FBP

که در آن:

E دمای تبخیرشده در دامنه معتبر شرح داده شده

T دمای بازیافتشده در دامنه معتبر شرح داده شده

یادآوری - در مورد انواع نفتا، حلال‌ها و دیگر مواد مشابه که درصد بازیافتشده گزارش می‌گردد و درصد تلفشده معمولاً کمتر از یک درصد است، دماهای مربوطبه درصد بازیافتشده می‌تواند معادل دماهای مربوطبه درصد تبخیرشده درنظر گرفته شود و دقت طبق NOT4 محاسبه گردد.

۲-۱۳ اریبی

۱-۱۳ اریبی - چون ماده مرجع مناسب و قابل قبولی برای تعیین اریبی روش کار این روش آزمون وجود ندارد، اریبی تعیین نشده است.

۲-۱۳ اریبی نسبی بین دستگاه‌های دستی و خودکار

یک مطالعه بین آزمایشگاهی انجامشده^۱ با استفاده از دستگاه‌های دستی و خودکار، نشان داد که مدرک آماری برای ارائه اریبی بین نتایج حاصل از دستگاه دستی و خودکار وجود ندارد.

یادآوری - برای اطلاع از کاربرد و استفاده بالن‌های بوروسیلیکات و کوارتز به بند ب-۱ در پیوست ب رجوع کنید.

پیوست الف

(الزمائی)

جداول دقت برای تکرار پذیری (r) و تجدید پذیری (R)

جدول الف ۱- مقادیر تکرار پذیری و تجدید پذیری

۳,۲۰	۱,۳۳	۵۵
۳,۲۰	۱,۳۳	۶۰
۳,۲۰	۱,۳۳	۶۵
۳,۲۰	۱,۳۳	۷۰
۳,۲۰	۱,۳۳	۷۵
۳,۲۰	۱,۳۳	۸۰
۳,۲۰	۱,۳۳	۸۵
۳,۲۰	۱,۳۳	۹۰
۳,۲۰	۱,۳۳	۹۵
T10- GRP4		بازیافت شده ۱۰ درصد
-R روش خودکار	-R روش خودکار	(°C) دما
۳,۵۲	۱,۵۰	۱۶۰
۳,۶۳	۱,۵۵	۱۶۵
۳,۷۴	۱,۶۰	۱۷۰
۳,۸۵	۱,۶۵	۱۷۵
۳,۹۶	۱,۶۹	۱۸۰
۴,۰۷	۱,۷۴	۱۸۵
۴,۱۸	۱,۷۹	۱۹۰
۴,۲۹	۱,۸۳	۱۹۵
۴,۴۰	۱,۸۸	۲۰۰
۴,۵۱	۱,۹۳	۲۰۵
۴,۶۲	۱,۹۷	۲۱۰
۴,۷۳	۲,۰۲	۲۱۵
۴,۸۴	۲,۰۷	۲۲۰
۴,۹۵	۲,۱۲	۲۲۵
۵,۰۶	۲,۱۶	۲۳۰
۵,۱۷	۲,۲۱	۲۳۵
۵,۲۸	۲,۲۶	۲۴۰
۵,۳۹	۲,۳۰	۲۴۵
۵,۵۰	۲,۳۵	۲۵۰
۵,۶۱	۲,۴۰	۲۵۵
۵,۷۲	۲,۴۴	۲۶۰
۵,۸۳	۲,۴۹	۲۶۵
E50- NOT4		تبخیر شده ۵۰ درصد
-R روش خودکار	-R روش خودکار	(°C) دما
۱,۸۸	۰,۷۴	۶۵ - ۲۲۰

IBP- NOT4		تبخیر شده
-R روش خودکار	-R روش خودکار	(°C) دما
۴,۲۴	۲,۱۰	۲۰
۴,۵۳	۲,۲۵	۲۵
۴,۸۳	۲,۴۰	۳۰
۵,۱۳	۲,۵۴	۳۵
۵,۴۳	۲,۶۹	۴۰
۵,۷۲	۲,۸۴	۴۵
۶,۰۲	۲,۹۹	۵۰
۶,۳۲	۳,۱۳	۵۵
۶,۶۲	۳,۲۸	۶۰
۶,۹۱	۳,۴۳	۶۵
۷,۲۱	۳,۵۸	۷۰
IBP- GRP4		IBP بازیافت شده
-R روش خودکار	-R روش خودکار	(°C) دما
۷,۹۸	۲,۶۱	۱۴۵
۸,۲۵	۲,۷۰	۱۵۰
۸,۵۳	۲,۷۹	۱۵۵
۸,۸۰	۲,۸۸	۱۶۰
۹,۰۸	۲,۹۷	۱۶۵
۹,۳۵	۳,۰۶	۱۷۰
۹,۶۳	۳,۱۵	۱۷۵
۹,۹۰	۳,۲۴	۱۸۰
۱۰,۱۸	۳,۳۳	۱۸۵
۱۰,۴۵	۳,۴۲	۱۹۰
۱۰,۷۳	۳,۵۱	۱۹۵
۱۱,۰۰	۳,۶۰	۲۰۰
۱۱,۲۸	۳,۶۹	۲۰۵
۱۱,۵۵	۳,۷۸	۲۱۰
۱۱,۸۳	۳,۸۷	۲۱۵
۱۲,۱۰	۳,۹۶	۲۲۰
E10- NOT4		تبخیر شده ۱۰ درصد
-R روش خودکار	-R روش خودکار	(°C) دما
۳,۲۰	۱,۳۳	۳۵
۳,۲۰	۱,۳۳	۴۰
۳,۲۰	۱,۳۳	۴۵
۳,۲۰	۱,۳۳	۵۰

۳,۶۰	۰,۹۸	۲۴۰
۳,۶۸	۱,۰۰	۲۴۵
۳,۷۵	۱,۰۳	۲۵۰
۳,۸۳	۱,۰۵	۲۵۵
۳,۹۰	۱,۰۷	۲۶۰
۳,۹۸	۱,۰۹	۲۶۵
۴,۰۵	۱,۱۱	۲۷۰
۴,۱۳	۱,۱۳	۲۷۵
۴,۲۰	۱,۱۵	۲۸۰
۴,۲۸	۱,۱۷	۲۸۵
۴,۳۵	۱,۱۹	۲۹۰
۴,۴۳	۱,۲۱	۲۹۵
۴,۵۰	۱,۲۳	۳۰۰
۴,۵۸	۱,۲۵	۳۰۵
۴,۶۵	۱,۲۷	۳۱۰
۴,۷۳	۱,۲۹	۳۱۵
۴,۸۰	۱,۳۱	۳۲۰
۴,۸۸	۱,۳۳	۳۲۵
۴,۹۵	۱,۳۵	۳۳۰
۵,۰۳	۱,۳۷	۳۳۵
۵,۱۰	۱,۳۹	۳۴۰
بازیافت شده ۹۵ دلار		دیزل T95- GRP4
-R روشن خودکار	-T روشن خودکار	(°C) دما
۵,۰۸	۱,۸۲	۲۶۰
۵,۲۹	۱,۸۹	۲۶۵
۵,۴۰	۱,۹۷	۲۷۰
۵,۷۱	۲,۰۵	۲۷۵
۵,۹۲	۲,۱۲	۲۸۰
۶,۱۳	۲,۲۰	۲۸۵
۶,۳۵	۲,۲۷	۲۹۰
۶,۵۶	۲,۳۵	۲۹۵
۶,۷۷	۲,۴۲	۳۰۰
۶,۹۸	۲,۵۰	۳۰۵
۷,۱۹	۲,۵۸	۳۱۰
۷,۴۰	۲,۶۵	۳۱۵
۷,۶۱	۲,۷۳	۳۲۰
۷,۸۳	۲,۸۰	۳۲۵
۸,۰۴	۲,۸۸	۳۳۰
۸,۲۵	۲,۹۵	۳۳۵
۸,۴۶	۳,۰۳	۳۴۰
FBP- NOT4		تبخیر شده FBP
-R روشن خودکار	-T روشن خودکار	(°C) دما
۶,۷۸	۳,۳۳	۱۳۵ - ۲۶۰
FBP- GRP4		بازیافت شده FBP
-R روشن خودکار	-T روشن خودکار	(°C) دما
۷,۱	۲,۲	۱۹۵ - ۳۶۵

T50- GRP4		بازیافت شده ۹۵ دلار
-R روشن خودکار	-T روشن خودکار	(°C) دما
۲,۹۷	۰,۹۴	۱۷۰ - ۲۹۵
E90- NOT4		تبخیر شده ۹۰ دلار
-R روشن خودکار	-T روشن خودکار	(°C) دما
۳,۲۳	۱,۲۸	۱۱۰
۳,۳۲	۱,۳۲	۱۱۵
۳,۴۲	۱,۳۶	۱۲۰
۳,۵۱	۱,۴۰	۱۲۵
۳,۶۱	۱,۴۳	۱۳۰
۳,۷۰	۱,۴۷	۱۳۵
۳,۸۰	۱,۵۱	۱۴۰
۳,۸۹	۱,۵۵	۱۴۵
۳,۹۹	۱,۵۸	۱۵۰
۴,۰۸	۱,۶۲	۱۵۵
۴,۱۸	۱,۶۶	۱۶۰
۴,۲۷	۱,۷۰	۱۶۵
۴,۷۴	۷۳۱	۱۷۰
۴,۴۶	۱,۷۷	۱۷۵
۴,۵۶	۱,۸۱	۱۸۰
۴,۶۵	۱,۸۵	۱۸۵
۴,۷۵	۱,۸۹	۱۹۰
۴,۸۴	۱,۹۲	۱۹۵
۴,۹۴	۱,۹۶	۲۰۰
۵,۰۳	۲,۰۰	۲۰۵
۵,۱۳	۲,۰۴	۲۱۰
۵,۲۲	۲,۰۷	۲۱۵
۵,۳۲	۲,۱۱	۲۲۰
۵,۴۱	۲,۱۵	۲۲۵
۵,۵۱	۲,۱۹	۲۳۰
۵,۶۰	۲,۲۳	۲۳۵
۵,۷۰	۲,۲۶	۲۴۰
۵,۷۹	۲,۳۰	۲۴۵
T90- GRP4		بازیافت شده ۹۰ دلار
-R روشن خودکار	-T روشن خودکار	(°C) دما
۲,۷۰	۰,۷۴	۱۸۰
۲,۷۸	۰,۷۶	۱۸۵
۲,۸۵	۰,۷۸	۱۹۰
۲,۹۳	۰,۸۰	۱۹۵
۳,۰۰	۰,۸۲	۲۰۰
۳,۰۸	۰,۸۴	۲۰۵
۳,۱۵	۰,۸۶	۲۱۰
۳,۲۳	۰,۸۸	۲۱۵
۳,۳۰	۰,۹۰	۲۲۰
۳,۳۸	۰,۹۲	۲۲۵
۳,۴۵	۰,۹۴	۲۳۰
۳,۵۳	۰,۹۶	۲۳۵

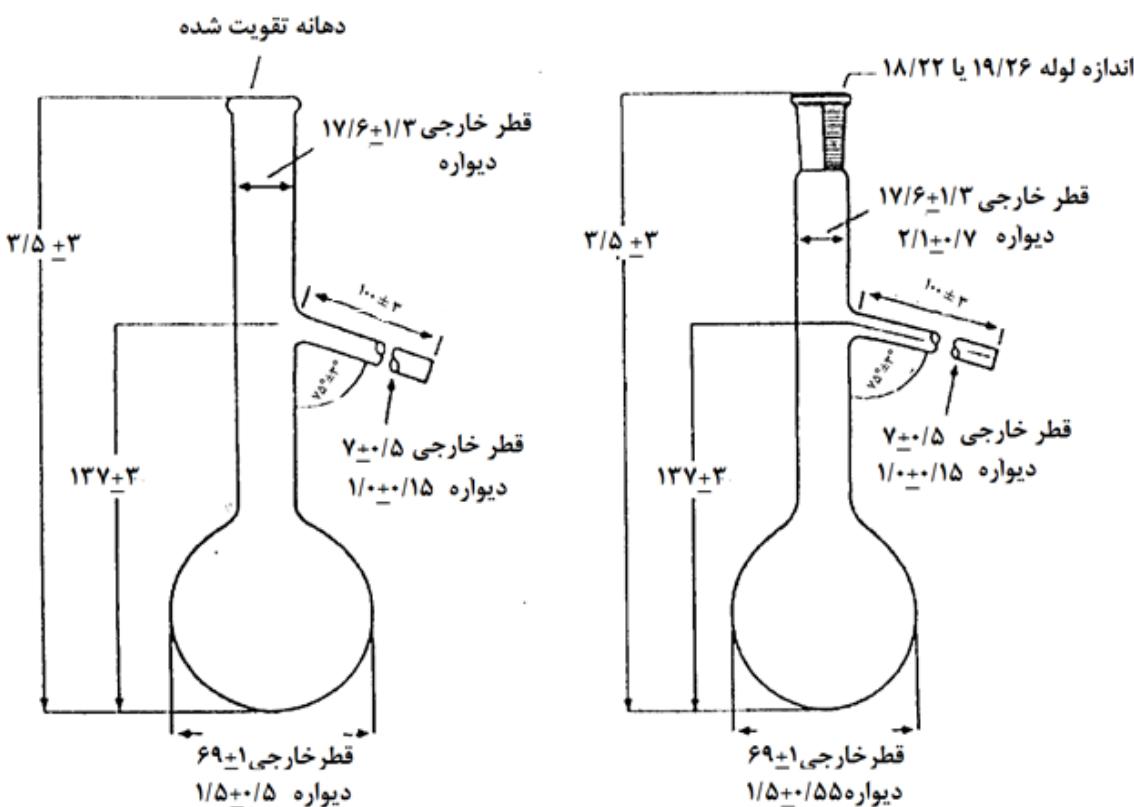
پیوست ب
(الزامی)
شرح جزئیات دستگاه

ب-۱ بالنهای تقطیر

بالن‌ها باید از شیشه مقاوم در برابر حرارت با ابعاد و رواداری‌های^۱ نشان داده شده در شکل ب ۱ و ب ۲ ساخته شده باشند. بالنهای ساخته شده از شیشه بوروسیلیکات باید منطبق با الزامات ASTM E1405 و بالنهای ساخته شده از کوارتز باید حداقل حاوی بیش از ۹۹/۹ درصد سیلیسیم اکساید باشند. بالن‌ها می‌توانند با دهانه سنبادهای نیز ساخته شوند.

یادآوری ب-۱- چون پاسخ حرارتی شیشه بوروسیلیکات و کوارتز می‌توانند متفاوت باشند، تنظیمات مناسبی را در مورد اولین و آخرین تنظیم حرارتی برای به دست آوردن حدود زمانی ذکر شده در روش در نظر بگیرید.

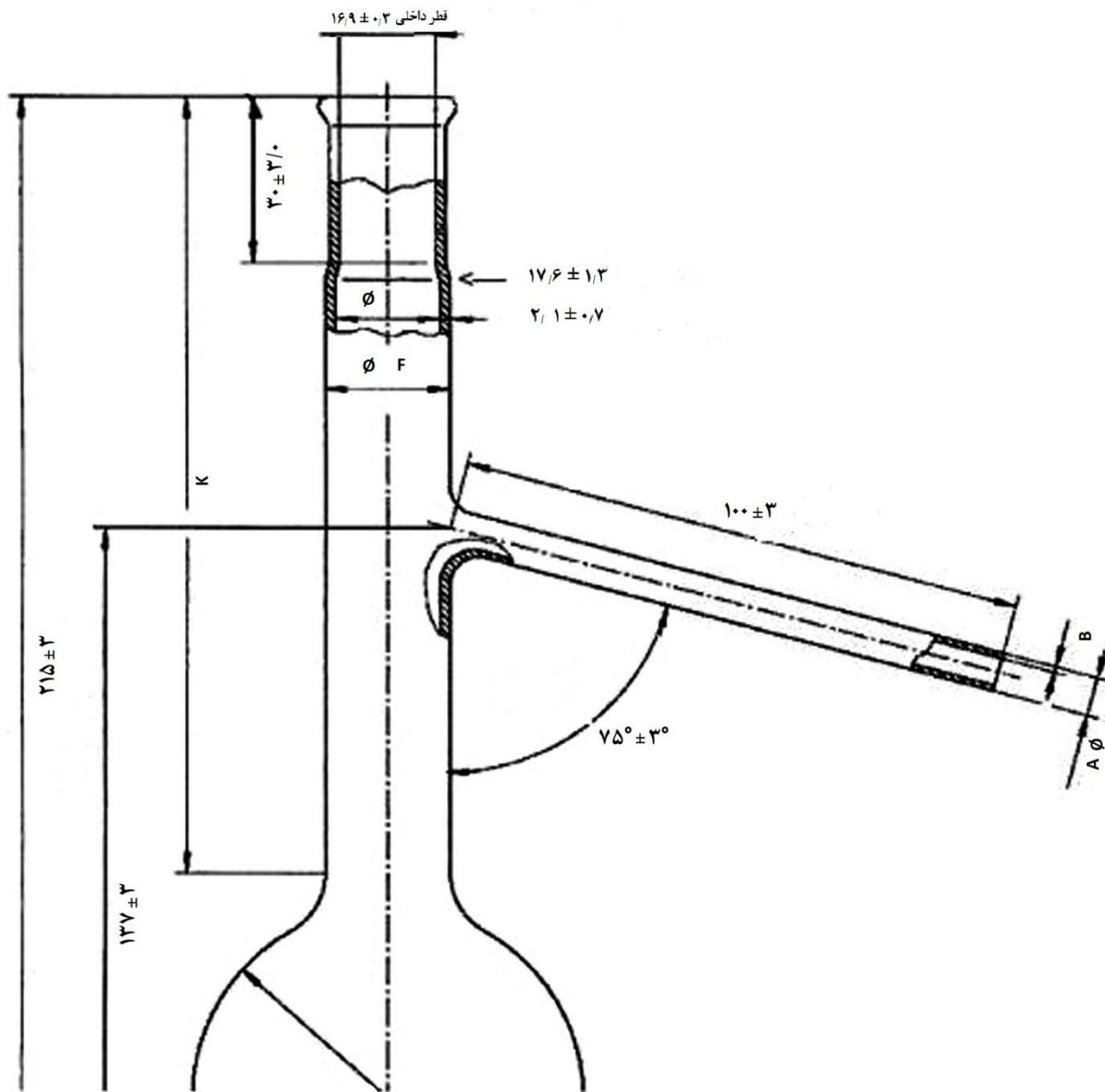
یادآوری ب-۲- در آزمون‌هایی که تعیین نقطه خشک شدن موردنظر است، بالنهای ویژه‌ای با ته و دیواره، با ضخامت یکسان مطلوب می‌باشند.



شکل ب-۱- بالن ۱۲۵ ml و بالن ۱۲۵ ml با دهانه سنبادهای

1- Tolerances

ابعاد بر حسب میلی متر می باشند.



شکل ب ۲ - جزئیات قسمت بالایی گردن بالن

ب-۱- داده های درون آزمایشگاهی و بین آزمایشگاهی درمورد بنزین موتور، نفت سفید، سوخت توربین هواپیما، نفت کوره و سوخت دیزل مورد ارزیابی^۱ قرار گرفت تا نشان دهد برخی تصحیح ها می توانند توافق بین نتایج حاصل از بالن های کوارتز و بوروسیلیکات را بهبود دهند. مقدار تصحیح می تواند تجربی در نظر گرفته شود که چندان قابل اهمیت نیست. احتمال نیاز به تصحیح، درمورد IBP و FBP مربوط به بنزین موتور و سوخت های تقطیری بیشتر است. بهینه سازی پارامترهای این روش برای بنزین موتور و سوخت های

۱- این ارزیابی توسط Practice D6708 انجام شده است.

تقطیری می‌تواند با استفاده از بالن بوروسیلیکات به جای بالن کوارتز تفاوت بین IBP و FBP را کاهش دهد. انحراف می‌تواند به طور قابل تصویری برای مواد و دمای‌های مطالعه‌نشده در این برنامه محدود، رخ دهد.

ب-۱-۱-۱ برای سوخت بنزین در دامنه دمایی 25°C تا 220°C :

کوارتز 100.54°C - بوروسیلیکات 100.73°C

برای نفت سفید، سوخت توربین هواپیما، نفت کوره و سوخت دیزل در دامنه دمایی 140°C تا 350°C :
کوارتز 100.40°C + بوروسیلیکات

ب-۲ مبرد و حمام مبرد

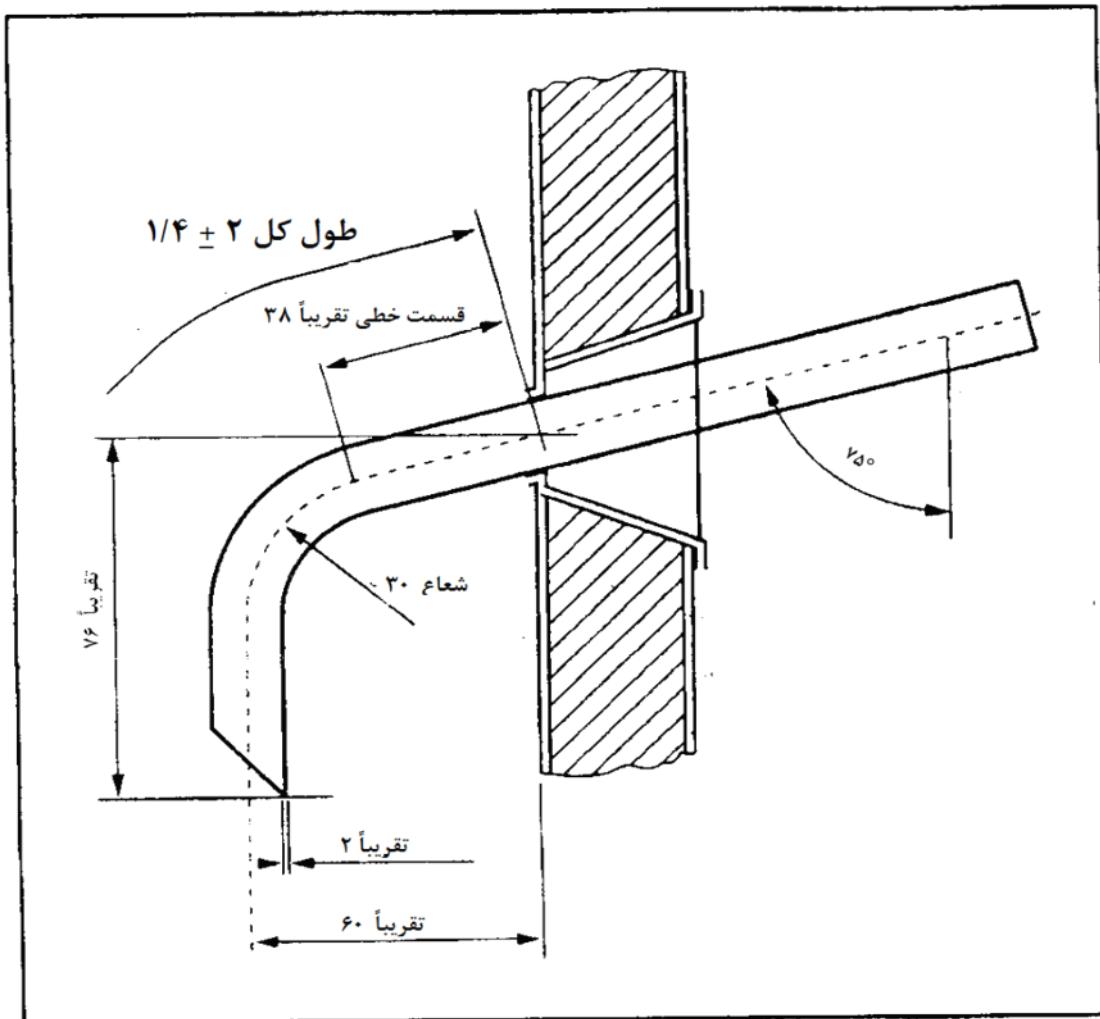
نمونه‌ای از انواع مبرد و حمام‌های مبرد در شکل‌های ۱ و ۲ نشان داده شده‌اند.

ب-۲-۱ مبرد باید از لوله فلزی یک پارچه و مقاوم در برابر خوردگی به طول $560 \pm 5\text{mm}$ و قطر خارجی 14mm و ضخامت دیواره 0.8mm تا 0.9mm ساخته شود.

یادآوری - برنج یا فولاد ضد زنگ برای این منظور ماده مناسبی می‌باشد.

ب-۲-۲ مبرد باید به گونه‌ای تنظیم شود که طول آن در تماس با محیط خنک‌کننده، $393 \pm 3\text{mm}$ از انتهای بالای آن و $114 \pm 3\text{mm}$ از انتهای پایینی آن خارج از حمام خنک‌کننده باشد. قسمت انتهای بالایی لوله باید با زاویه $75^\circ \pm 3^\circ$ نسبت به سطح عمودی تنظیم شود. بخشی از لوله که داخل حمام مبرد قرار گرفته است باید به طور مستقیم یا خمیده با انحنای صاف و یکنواخت مناسب باشد. شیب متوسط نسبت به سطح افقی، جز 10cm که دارای شیب خارج از محدوده $15^\circ \pm 1^\circ$ است، باید $15^\circ \pm 3^\circ$ باشد. قسمت انتهایی لوله مبرد باید به طول 76mm به سمت پایین خمیده شود و انتهای پایینی زاویه تندی داشته باشد. به منظور جریان یافتن محصول تقطیر از دیواره استوانه دریافت‌کننده، از قطره‌گیر خمیده‌ای که به محل خروج لوله متصل می‌شود، استفاده کنید. حالت دیگر این است که قسمت پایینی لوله مبرد به طور جزئی به سمت پشت خمیده شود تا از تماس با دیواره استوانه دریافت‌کننده در نقطه‌ای به فاصله 25mm تا 32mm زیر قسمت بالایی استوانه دریافت‌کننده اطمینان حاصل شود. شکل ب-۳ طرح مناسب قرار گرفتن انتهای پایینی لوله مبرد را نشان می‌دهد.

ابعاد بر حسب میلی‌متر می‌باشند.



شکل ب-۳- انتهای پایینی لوله مبرد

ب-۲-۳ حجم و شکل حمام به مایع سردکننده مورد استفاده بستگی دارد. حمام باید ظرفیت سرمایش کافی برای حفظ دمای لازم برای عملکرد موردنظر مبرد را داشته باشد. یک حمام مبرد واحد ممکن است برای چندین لوله مبرد استفاده شود.

ب-۳ حفاظ فلزی یا حصار بالن (فقط برای دستگاه دستی)

ب-۳-۱ حفاظ مشعل گازی (شکل ۱)

هدف استفاده از این حفاظ، محافظت آزمایشگر و همچنین دسترسی آسان به مشعل و بالن تقطیر در طول آزمون است. یک حفاظ متداول به ارتفاع 480 mm ، طول 280 mm و عرض 200 mm از صفحه فلزی با

ضخامت ۸mm (اندازه ۲۲) ساخته شده است. حفاظ باید حداقل دارای یک دریچه برای مشاهده نقطه خشک شدن در پایان تقطیر باشد.

ب-۳-۲ حفاظ گرم کن الکتریکی (شکل ۲)

یک حفاظ متدالو به ارتفاع ۴۴۰ mm و عرض ۲۰۰ mm از صفحه فلزی با ضخامت تقریبی ۸mm (اندازه ۲۲) ساخته شده است و دارای دریچه‌ای در قسمت جلو می‌باشد. حفاظ باید حداقل دارای یک دریچه برای مشاهده نقطه خشک شدن در پایان تقطیر باشد.

ب-۴ منبع حرارت

ب-۴-۱ مشعل گازی (شکل ۱)

مشعل باید قادر به آوردن اولین قطره با شروع سرما در طول زمان مشخص شده و در طول تقطیر با سرعت معین باشد. بهمنظور کنترل کامل حرارت، یک شیر کنترل حساس دستی و تنظیم‌کننده فشار گاز باید پیش‌بینی گردد.

ب-۴-۲ گرم کن الکتریکی (شکل ۲)

گرم کن باید قادر به حفظ گرمای ملایم باشد.

یادآوری - گرم کن‌های قابل تنظیم از صفر تا ۱۰۰۰ وات برای این منظور مناسب هستند.

ب-۵ نگهدارنده بالن

ب-۵-۱ نوع ۱

از یک نگهدارنده بالن نوع ۱ با مشعل گازی استفاده کنید (شکل ۱). این نگهدارنده شامل یک حلقه نگهدارنده معمولی آزمایشگاهی دارای قطر ۱۰۰ mm یا بیشتر است که روی یک پایه داخل حفاظ و یا یک سکوی قابل تنظیم از قسمت خارجی حفاظ نگهداشته می‌شود. در روی این حلقه یا سکو یک صفحه سخت، ساخته شده از سرامیک یا دیگر مواد مقاوم در برابر حرارت با ضخامت ۳mm تا ۶mm با سوراخ مرکزی به قطر ۷۶mm تا ۱۰۰mm که ابعاد بیرونی آن کمی کوچک‌تر از ابعاد داخلی حفاظ می‌باشد، نصب می‌گردد.

ب-۵-۲ نوع ۲

از یک نگهدارنده بالن نوع ۲ با گرم کن الکتریکی استفاده کنید (به عنوان مثال شکل ۲). مجموعه شامل یک سیستم قابل تنظیم است که با پیش‌بینی برای قراردادن یک صفحه نگهدارنده بالن (بند ب-۶ را ببینید)، بالای گرم کن الکتریکی نصب شده است. کل مجموعه از خارج حفاظ، قابل تنظیم است.

ب-۶ صفحه نگه دارنده بالن

صفحه نگهدارنده بالن باید از سرامیک با دیگر مواد مقاوم در برابر حرارت با ضخامت ۳mm تا ۶mm ساخته شود. صفحات نگهدارنده بالن براساس اندازه سوراخ مرکزی و ابعادی که در جدول ۳ نشان داده شده است، به

انواع «الف»، «ب» یا «پ» طبقه‌بندی می‌شوند. صفحه نگهدارنده بالن باید دارای ابعاد مناسب برای تضمین انتقال حرارت به بالن، فقط از دهانه مرکزی و به حداقل رساندن گرمای انتقالی به بالن به غیر از دهانه مرکزی باشد.

هشدار- در ساخت صفحه نگهدارنده بالن نباید از مواد حاوی پنبه نسوز^۱ استفاده شود.

ب-۷ به منظور قرارگرفتن بالن تقطیر، صفحه نگهدارنده بالن می‌تواند به طور جزئی در جهات مختلف در سطح افقی حرکت کند تا گرمای مستقیم فقط از میان دهانه این صفحه به بالن برسد. موقعیت بالن معمولاً با تنظیم طول لوله جانبی متصل به مبرد میزان می‌گردد.

ب-۸ به منظور حرکت عمودی مجموعه نگهدارنده بالن باید تدابیری صورت گیرد تا صفحه نگهدارنده بالن در طول تقطیر در تماس مستقیم با ته بالن تقطیر باشد. به منظور نصب و جابجایی آسان بالن تقطیر در دستگاه، مجموعه به سمت پایین حرکت داده می‌شود.

ب-۹ استوانه‌های دریافت‌کننده

ظرفیت استوانه دریافت‌کننده باید به گونه‌ای باشد که بتواند $(100 \pm 10) \text{ ml}$ را اندازه‌گیری و جمع‌آوری کند. پایه نیز باید به شکلی باشد که استوانه دریافت‌کننده در زمان خالی قرارگرفتن بر روی سطح شیبدار با زاویه 13° نسبت به سطح افق، واژگون نشود.

ب-۱۰ روش دستی

استوانه باید با فواصل 1 ml مدرج باشد و درجه‌بندی حداقل از 5 ml شروع شود و دارای درجه‌بندی تا خط نشانه 100 ml باشد. جزئیات ساختار و رواداری‌های استوانه مدرج در شکل ب ۴ نشان داده شده است.

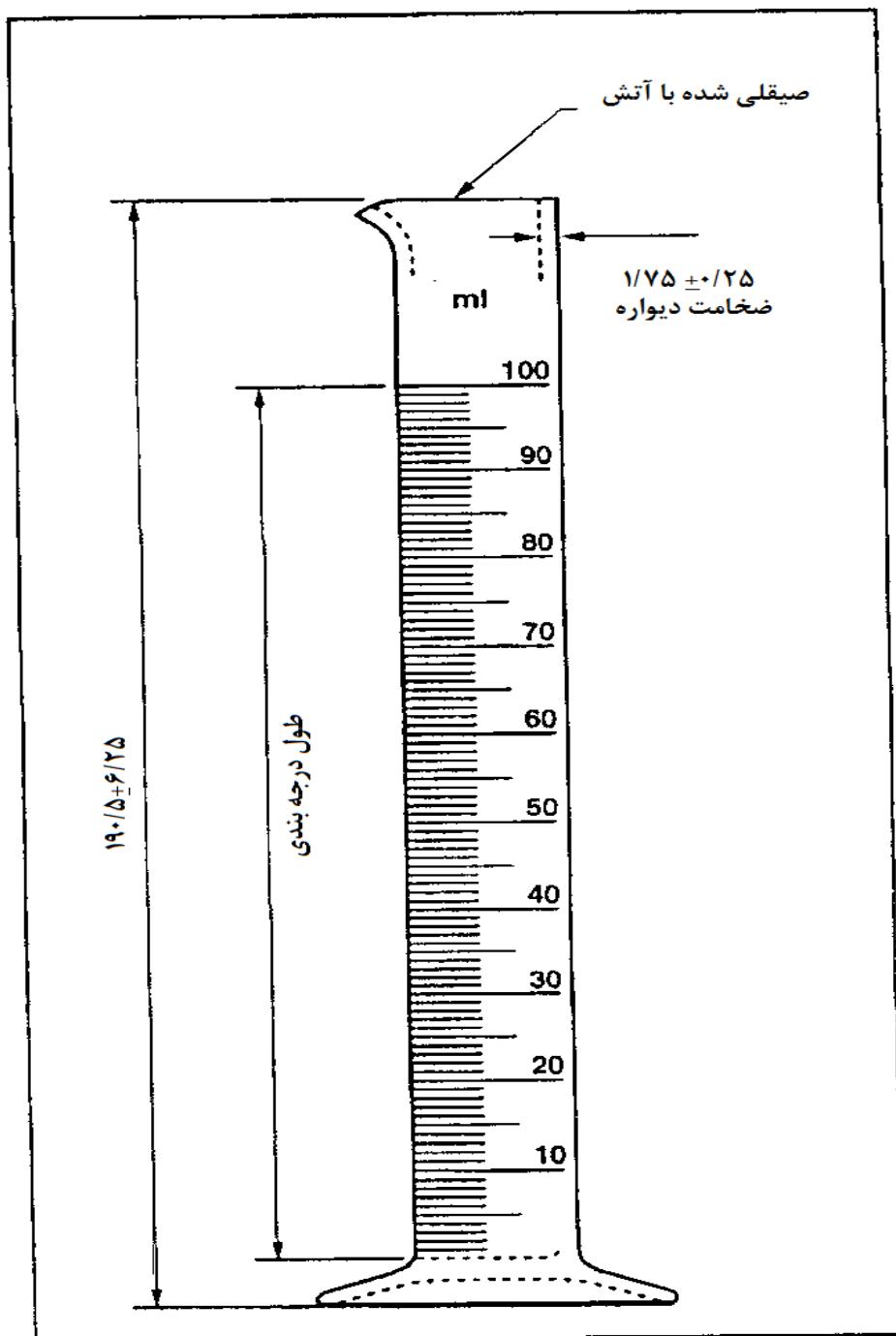
ب-۱۱ روش خودکار

استوانه باید با ویژگی‌های فیزیکی شرح داده شده در شکل ب ۴ (جز درجه‌بندی های مجاز زیرخط نشانه 100 ml) مطابقت داشته باشد، به شرطی که مزاحم عملکرد سطح یاب نشود. استوانه‌های دریافت‌کننده مورد استفاده در دستگاه‌های خودکار نیز، ممکن است دارای یک پایه فلزی باشند.

ب-۱۲ در صورت نیاز، استوانه دریافت‌کننده در زمان تقطیر باید تا بالای خط درجه‌بندی 100 ml در حمام سرد کنی نظیر بشر بلند از جنس شیشه یا پلاستیک شفاف حاوی مایع سرد غوطه‌ور گردد. به صورت دیگر استوانه دریافت‌کننده می‌تواند در یک حمام با چرخش هوا و دمای ثابت قرار گیرد.

ب-۱۳ استوانه اندازه‌گیری باقی مانده تقطیر در بالن

استوانه مدرج باید دارای ظرفیت 5 ml یا 10 ml با درجه بندی های جزئی $0 / 1 \text{ ml}$ باشد و درجه‌بندی از 1 ml شروع شود. بالای استوانه می‌تواند قیفی‌شکل باشد. دیگر خواص باید مطابق ویژگی‌های ASTM D1272 باشد.



یادآوری - درجه بندی های 1ml - حداقل 5ml تا 100ml

شکل ب ۴ - استوانه مدرج 100ml

پیوست پ

(الزامی)

تعیین اختلاف زمان تأخیر بین سیستم الکترونیکی اندازه‌گیری دما و دماسنجد جیوه‌ای

پ-۱ زمان پاسخ یک وسیله الکترونیکی اندازه‌گیری دما به طور ذاتی سریع‌تر از یک دماسنجد جیوه‌ای است. مجموعه وسیله اندازه‌گیری دما که به طور معمول استفاده می‌گردد شامل حسگر و پوشش آن یا یک سیستم الکترونیکی و نرمافزار مربوطه یا هر دو می‌باشد و به گونه‌ای طراحی می‌شود که سیستم اندازه‌گیری دما، تأخیر دمایی مشابه دماسنجد جیوه‌ای را دارا باشد.

پ-۲ به منظور تعیین اختلاف زمان تأخیر بین این سیستم اندازه‌گیری دما و دماسنجد جیوه‌ای، نمونه‌ای نظری بنزین، نفت سفید، سوخت جت یا سوخت دیزلی سبک را با استفاده از سیستم الکترونیکی اندازه‌گیری دما طبق روش‌های شرح داده شده در این روش، مورد آزمون قرار دهید. در بیشتر موارد، تقطیر استاندارد با استفاده از دستگاه خودکار انجام می‌شود.

پ-۳-۱ ترکیب خالص تک جزئی، فراورده‌های دارای دامنه جوش بسیار محدود یا مخلوط سنتزی شامل کمتر از شش جزء را برای این آزمون به کار نبرید.

پ-۳-۲ بهترین نتایج با یک نمونه نوعی از نمونه‌های ورودی به آزمایشگاه به دست می‌آید. به صورت دیگر از مخلوطی استفاده کنید که دامنه جوش آن از پنج درصد تا ۹۵ درصد، حداقل 100°C باشد.

پ-۴ وسیله الکترونیکی اندازه‌گیری دما را بر اساس دامنه جوش نمونه با یک دماسنجد جیوه‌ای با محدوده دمای پایین یا بالا تعویض کنید.

پ-۵ تقطیر را با استفاده از این دماسنجد به روش دستی تکرار کنید و دما را در درصدهای بازیافت شده متفاوت (طبق بند ۱۰-۱۴) یادداشت کنید.

پ-۶ مقادیر تکرارپذیری مشاهده شده شبیه $\frac{\Delta T}{\Delta V}$ را برای نتایج مختلف در آزمون محاسبه کنید.

پ-۷ داده‌های آزمون حاصل از دو وسیله اندازه‌گیری دما را مقایسه کنید. اختلاف در هر نقطه باید برابر یا کمتر از تکرارپذیری روش در آن نقطه باشد. در غیراین صورت وسیله اندازه‌گیری دما را تعویض و یا سیستم الکترونیکی را تنظیم کنید و یا هر دو عمل را انجام دهید.

پیوست ت (الزامی)

روش تعیین درصد تبخیر شده یا بازیافت شده در یک دمای معین خوانده شده

ت-۱ بسیاری از ویژگی‌ها، نیازمند درصدهای تبخیر شده یا بازیافت شده خاص در دماهای خوانده شده معین به صورت حداکثر یا حداقل دما و یا حدود دمایی خاص می‌باشند. روش‌های تعیین این مقادیر، اغلب با استفاده از عبارات E_{xxx} یا R_{xxx} معرفی می‌گردند که در آن، xxx دمای موردنظر است.

یادآوری- استانداردهای تنظیمی مبنی بر تأیید فرمولاسیون مجدد بنزین^۱ با روش مدل مخلوط نیاز به تعیین E_{200} و E_{300} دارد که به صورت درصد تبخیر شده سوخت به ترتیب در $93/3^{\circ}\text{C}$ و $148/9^{\circ}\text{C}$ تعریف شده‌اند. (E_{158} درصد تبخیر شده در دمای نقطه حریص 70°C نیز در توصیف مشخصات فراریت سوخت به کار می‌رود. دیگر دماهای نمونه، R_{200} برای نفت سفید، R_{250} و R_{350} برای نفت گاز می‌باشند که R_{200} ، R_{250} و R_{350} به ترتیب درصد بازیافت شده در دماهای 200°C ، 250°C و 350°C می‌باشند).

ت-۲ فشار اتمسفر را تعیین و دماهای موردنظر خوانده شده را با استفاده از معادلات ۳، ۴ و ۵ در دمای $xxx^{\circ}\text{C}$ تصحیح کنید.

ت-۲-۱ روش دستی
تصحیح را تا تقریب 5°C انجام دهید.

ت-۲-۲ روش خودکار
تصحیح را تا تقریب 1°C انجام دهید.

ت-۳ پس از تصحیح فشار، دمای مورد انتظار را تا رسیدن به $xxx^{\circ}\text{C}$ تعیین کنید. به منظور دستیابی به مقدار مورد انتظار، اگر فشار اتمسفر بیش از $101/3\text{kPa}$ است مقدار خالص تصحیح محاسبه شده را به دمای موردنظر اضافه و اگر فشار اتمسفر کمتر از $101/3\text{kPa}$ می‌باشد، این مقدار را کم کنید.

ت-۴ نقطه حریص را طبق بند ۱۰ با در نظر گرفتن بندهای ت-۵ و ت-۶ انجام دهید.

ت-۵ نقطه حریص دستی

ت-۵-۱ در ناحیه بین 10°C و 10°C بالاتر از دمای مورد انتظار و موردنظر که در بند ت-۳ تعیین شده است، دمای خوانده شده را در فواصل یک درصد حجمی یادداشت کنید.

ت-۵-۲ اگر هدف از تقطیر منحصراً تعیین مقدار E_{xxx} یا R_{xxx} می‌باشد، پس از جمع آوری حداقل ۲ml دیگر از محصول تقطیر، آزمون را متوقف کنید. در غیر این صورت تقطیر را طبق بند ۱۰ ادامه دهید و تلفشده مشاهده شده را طبق بند ۱۱ تعیین کنید.

ت-۵-۱ اگر هدف از تقطیر، تعیین مقدار E_{xxx} می‌باشد و تقطیر پس از جمع آوری حدود ۲ml از محصول تقطیر بیش از دمای موردنظر، پایان یافته بود، اجازه دهید محصول تقطیر به داخل دریافت‌کننده مدرج تخلیه شود. بگذارید تا محتويات بالن تا کمتر از حدوداً 40°C سرد شود و سپس محتويات آن را به داخل دریافت‌کننده مدرج تخلیه کنید. حجم محصول موجود در دریافت‌کننده مدرج را با تقریب 0.5 ml در فواصل زمانی ۲/۰ دقیقه، تا برابری دو مشاهده متوالی یادداشت کنید.

ت-۵-۲ مقدار بازیافت شده در دریافت‌کننده مدرج، درصد بازیافتی می‌باشد. مقدار تلفشده مشاهده شده را با کسر درصد بازیافتی از عدد $100/0$ تعیین کنید.

ت-۶ تقطیر خودکار

ت-۶-۱ در ناحیه دمایی 10°C پایین تر و 10°C بالاتر از دمای موردنظر و موردنظر که در بند ت-۳ تعیین گردیده است، داده‌های حجم-دما را در فواصل $1/0$ درصد حجمی یا کمتر جمع آوری کنید.

ت-۶-۲ تقطیر را طبق بند ۱۰ ادامه دهید و درصد تلفشده را طبق بند ۱۱ تعیین کنید.

ت-۷ محاسبات

ت-۷-۱ روش دستی

اگر درصد حجم بازیافت شده درست در دمای محاسبه شده در بند ت-۳ در دسترس نباشد، درصد بازیافت شده را با استفاده از درون‌یابی بین دو نقطه مجاور تعیین کنید. این عمل به صورت خطی طبق بند ۱-۶-۱۱ یا ترسیمی طبق بند ۱۱-۶-۲ مجاز است. درصد بازیافت شده برابر با R_{xxx} می‌باشد.

ت-۷-۲ روش خودکار

حجم مشاهده شده را تا $1/0$ درصد حجمی مربوط به نزدیک‌ترین دما به دمای خوانده شده مورد انتظار گزارش کنید. این مقدار درصد بازیافت شده یا R_{xxx} است.

ت-۷-۳ روش‌های دستی و خودکار

به منظور تعیین مقدار E_{xxx} ، تلفشده مشاهده شده را به درصد بازیافت شده (R_{xxx}) همان‌گونه که در بند ت-۱-۷ یا ت-۷-۲ تعیین و در معادله ۵ شرح داده شده است، بیفزایید.

ت-۷-۴ همان‌گونه که در بند ۱۲-۶ شرح داده شده است، از تلفشده تصحیح شده استفاده نکنید.

ت-۸ دقت^۱

جدول ت ۱، معادلات ترکیبی برای درصد حجم تبخیر شده بنزین و جدول ت ۲ دقت درصد حجم بازیافت شده برای دیزل را نشان می دهد. دقت فقط برای دامنه دمایی بیان شده، معتبر است. ارزیابی دقت برای نقاط دمایی خارج از دامنه ذکر شده می تواند از روش های بند ت ۱۰ و جداول دقت در پیوست الف محاسبه شود.

جدول ت ۱- دقت درصد تبخیر شده در یک دمای معین - بنزین(معادله ترکیبی)

دامنه معتبر $C_{E180-E70}$ (دستگاه خودکار)		
تجددی پذیری	تکرار پذیری	روش خودکار
^a ۰/۰۲۰۰ (۱۵۰-X)	^a ۰/۰۰۸۳۶ (۱۵۰-X)	
X ^a : درصد تبخیر شده در دمای معین		

جدول ت ۲- دقت درصد بازیافت شده در یک دمای معین(دیزل)(R_{XXX})

دامنه معتبر $R_{300} - R_{200}$ (دستگاه خودکار)		
$R_{200}C, R_{250}C, R_{300}C$		روش خودکار
تجددی پذیری	تکرار پذیری	
۲/۶۶	۱/۰۷	

ت-۹ تعیین آماری دقت درصد حجم تبخیر شده یا بازیافت شده در دمای معین برای دستگاه دستی به طور مستقیم در یک برنامه بین آزمایشگاهی اندازه گیری نشده است و می تواند نشان دهد که دقت درصد حجم تبخیر شده یا بازیافت شده در دمای معین، معادل دقت اندازه گیری دما در نقطه جدا شده با سرعت تغییر دما در درصد حجم تبخیر شده یا بازیافت شده است. مقادیر با شبیب بیشتر، دارای دقت کمتری هستند.

ت-۱۰-۱ شبیب یا سرعت تغییر دمای خوانده شده (S_C) را طبق بند ت ۱-۱۰ و معادله ت ۱ و با استفاده از مقادیر دمایی که در پرانترز، دمای موردنظر را در بردارند محاسبه کنید.

ت-۱۰-۱ شبیب یا سرعت تغییر دما

ت-۱۰-۱-۱ برای تعیین دقت یک نتیجه، معمولاً نیاز به تعیین شبیب یا سرعت تغییر دما در آن نقطه خاص می باشد. این مقدار متغیر، دلالت می کند که S_C معادل تغییر دما بر حسب $^{\circ}C$ در درصد بازیافت شده یا تبخیر شده است.

ت-۱۰-۱-۲ دقت EP و IBP نیازی به محاسبه شبیب ندارند.

۱- تعیین آماری دقت درصد حجم تبخیر شده یا بازیافت شده در دمای معین برای دستگاه خودکار طبق Practice D6300 از ۲۰۰۵ برنامه بین آزمایشگاهی به دست آمد.

ت-۱۰-۳ به استثناء موارد ذکر شده در بند ت-۱۰-۲، شیب در هر نقطه، در طول تقطیر با استفاده از معادلات زیر و مقادیر نشان داده شده در جدول ت ۳ محاسبه می شود:

$$S_C = \frac{(T_U - T_L)}{(V_U - V_L)} \quad (ت ۱)$$

که در آن:

S_C شیب (درصد حجم / $^{\circ}\text{C}$)

T_U دمای بالاتر ($^{\circ}\text{C}$)

T_L دمای پایین تر ($^{\circ}\text{C}$)

V_U درصد حجم بازیافت شده یا تبخیر شده مربوط به T_U

V_L درصد حجم بازیافت شده یا تبخیر شده مربوط به T_L

V_{EP} درصد حجم بازیافت شده یا تبخیر شده مربوط به نقطه پایانی

ت-۱۰-۴ در صورتی که نقطه پایانی تقطیر قبل از نقطه ۹۵ درصد رخ دهد، شیب در نقطه پایانی طبق معادله زیر محاسبه می شود:

$$S_C = \frac{(T_{EP} - T_{HR})}{(V_{EP} - V_{HR})} \quad (ت ۲)$$

که در آن:

T_{HR} یا T_{EP} دما بر حسب $^{\circ}\text{C}$ در درصد حجم بازیافت شده که با اندیس نشان داده می شود

V_{HR} یا V_{EP} درصد حجم بازیافت شده

اندیس EP نقطه پایانی

اندیس HR بیشترین درصد خوانده شده، ۸۰ درصد یا ۹۰ درصد، قبل از نقطه پایانی

ت-۱۰-۵ برای نقاط بین ۱۰ تا ۸۵ درصد بازیافت شده که در جدول ت ۳ نشان داده نشده اند، شیب طبق معادله زیر محاسبه می شود:

$$S_C = +/\pm 5(T_{(V+10)} - T_{(V-10)}) \quad (ت ۳)$$

جدول ت ۳- نقاط داده برای تعیین شیب، S_C

EP	۹۵	۹۰	۸۰	۷۰	۶۰	۵۰	۴۰	۳۰	۲۰	۱۰	۵	IBP	شیب در درصد
۹۵	۹۰	۸۰	۷۰	۶۰	۵۰	۴۰	۳۰	۲۰	۱۰	۰	۰	۰	در درصد T_L
V_{EP}	۹۵	۹۰	۹۰	۸۰	۷۰	۶۰	۵۰	۴۰	۳۰	۲۰	۱۰	۵	در درصد T_U
$V_{EP} - 95$	۵	۱۰	۲۰	۲۰	۲۰	۲۰	۲۰	۲۰	۲۰	۲۰	۱۰	۵	$V_U - V_L$

ت-۱۰-۶ تکرار پذیری (r) یا تجدید پذیری (R) را از شیب S_C و داده های جداول ت ۴ و ت ۵ محاسبه کنید.

جدول ت ۴- تکرارپذیری و تجدیدپذیری گروه ۱

روش دستی ^a تجددپذیری	روش دستی ^a تکرارپذیری	نقطه تبخیر شده در صد
°C	°C	
۵۶	۳۳	IBP
۲/۱ + ۱/۷۴S _C	۱/۹ + ۰/۸۶S _C	۵
۲/۰ + ۱/۷۴S _C	۱/۲ + ۰/۸۶S _C	۱۰
۲/۰ + ۱/۷۴S _C	۱/۲ + ۰/۸۶S _C	۲۰
۲/۰ + ۱/۷۴S _C	۱/۲ + ۰/۸۶S _C	۳۰ - ۷۰
۲/۰ + ۱/۷۴S _C	۱/۲ + ۰/۸۶S _C	۸۰
۰/۸ + ۱/۷۴S _C	۱/۲ + ۰/۸۶S _C	۹۰
۱/۱ + ۱/۷۴S _C	۱/۲ + ۰/۸۶S _C	۹۵
۷/۲	۳/۹	FBP

^a میانگین شبی (یا سرعت تغییر) محاسبه شده طبق بند ت ۱-۱۰ می باشد. داده های دقت موجود در جدول ت ۴ از مطالعه PR بر روی دستگاه های دستی و خودکار توسط آزمایشگاه های امریکای شمالی و IP به دست آمده است.

جدول ت ۵- تکرارپذیری و تجدیدپذیری گروه های ۲، ۳ و ۴(روش دستی)

تجددپذیری ^a	تکرارپذیری ^a	
°C	°C	
۲/۸ + ۰/۹۳S _C	۱/۰ + ۰/۳۵S _C	IBP
۱/۸ + ۱/۳۳S _C	۱/۰ + ۰/۴۱S _C	(۵ - ۹۵) در صد
۳/۱ + ۰/۴۲S _C	۰/۷ + ۰/۳۶S _C	FBP
۱/۵ + ۱/۷۸/S _C	۰/۷ + ۰/۹۲/S _C	در صد حجم در دمای خوانده شده

^a میانگین شبی (یا سرعت تغییر) محاسبه شده طبق بند ت ۱-۱۰ می باشد. جدول ت ۵ از اطلاعات شکل های ۶ و ۷ در پهدمت ASTM D86:1997 است.

ت ۱۰- ۳ تکرارپذیری یا تجدیدپذیری یا هر دو را از حجم تبخیر شده یا بازیافت شده در دمای معین با استفاده از معادلات زیر محاسبه کنید:

(۴)

$$r_{\text{حجم در صد}} = \frac{r}{S_C}$$

$$R_{\text{حجم در صد}} = \frac{R}{S_C} \quad (5)$$

که در آن:

درصد حجم r تکرارپذیری درصد حجم تبخیر شده یا بازیافت شده

درصد حجم R تکرارپذیری درصد حجم تبخیر شده یا بازیافت شده

r تکرارپذیری دما در دمای مربوط به درصد نقطه اشباع مشاهده شده

R تجدیدپذیری دما در دمای مربوط به درصد نقطه اشباع مشاهده شده

S_C سرعت تغییر دمای خوانده شده بر حسب $^{\circ}\text{C}$ در درصد حجم تبخیر شده یا بازیافت شده

ت-۱۰-۴- مثال هایی در مورد چگونگی محاسبه تکرارپذیری و تجدیدپذیری در پیوست ج نشان داده شده اند.

پیوست ث

(اطلاعاتی)

مثال‌هایی از محاسبات برای گزارش داده‌ها

جدول ث-۱- مثالی از گزارش آزمون

روش محاسباتی / ترسیمی		فشار اتمسفر		هویت نمونه:
دماهی تبخیر شده °C	درصد تبخیر شده	تصحیح شده ۱۰۱,۳ kPa °C	مشاهده شده ۹۸,۶ kPa °C	تاریخ آزمون:
۲۶/۷	۵	۲۶/۲	۲۵/۵	IBP
۳۴/۱	۱۰	۳۳/۷	۳۳/۰	۵
۴۰/۷	۱۵	۴۰/۳	۳۹/۵	۱۰
۴۷/۳	۲۰	۴۶/۸	۴۶/۰	۱۵
۶۵/۷	۳۰	۵۵/۳	۵۴/۵	۲۰
۸۴/۹	۴۰	۷۴/۸	۷۴/۰	۳۰
۱۰۱/۹	۵۰	۹۳/۹	۹۳/۰	۴۰
۱۱۶/۹	۶۰	۱۰۸/۹	۱۰۸/۰	۵۰
۱۳۴/۱	۷۰	۱۲۴/۰	۱۲۳/۰	۶۰
۱۵۶/۰	۸۰	۱۴۳/۰	۱۴۲/۰	۷۰
۱۶۸/۴	۸۵	۱۶۷/۶	۱۶۶/۵	۸۰
۱۸۲/۸	۹۰	۱۸۱/۶	۱۸۰/۵	۸۵
۲۰۲/۴	۹۵	۲۰۱/۶	۲۰۰/۴	۹۰
		۲۱۶/۲	۲۱۵/۰	EP
		۹۵/۳	۹۴/۲	درصد بازیافتی
		۱/۱	۱/۱	درصد باقی‌مانده
		۳/۶	۴/۷	درصد تلف شده

ث-۱ داده‌های مشاهده شده تقطیر که به منظور محاسبه مثال‌های زیر مورد استفاده قرار می‌گیرند، در دو ستون اول جدول ث ۱ نشان داده شده‌اند.

ث-۱-۱ دمای خوانده شده نسبت به فشار $101/3\text{kPa}$ (مطابق بند ۱۱-۳) طبق معادله زیر تصحیح می‌شوند:

(۱ث)

$$T_c = \frac{273 + t_c}{(1 + 1/3 - 98/6)} \quad (1\text{ث})$$

ث-۱-۲ تلف شده نسبت به فشار $101/3\text{kPa}$ (مطابق بند ۱۱-۴) طبق معادله زیر تصحیح می‌شود. داده‌های مورد استفاده در مثال‌ها از شکل ث ۱ گرفته شده‌اند.

$$\frac{4/7 - 0/5}{1 + \frac{(1 - 1/3 - 98/6)}{1/3}} = 3/6 \quad (2\text{ث})$$

ث-۱-۳ بازیافتی نسبت به فشار $101/3\text{kPa}$ (مطابق بند ۱۱-۴-۱) طبق زیر تصحیح می‌شود:

(۳ث)

$$95/3 = \frac{4/7 - 3/6}{4/7 + 3/6} \quad (3\text{ث})$$

ث-۲ دمای خوانده شده در درصد تبخیر شده معین

ث-۲-۱ دمای خوانده شده در ۱۰ درصد تبخیر شده ($4/7$ درصد بازیافت شده) (مطابق بند ۱۱-۶-۱) طبق زیر محاسبه می‌شود:

$$T_{1.0-E} = 33/7 + \frac{(40/3 - 33/7)(5/3 - 5)}{(10 - 5)} = 34/1^\circ C \quad (4\text{ث})$$

ث-۲-۲ دمای خوانده شده در ۵۰ درصد تبخیر شده ($45/3$ درصد بازیافت شده) (مطابق بند ۱۱-۶-۱) طبق زیر محاسبه می‌شود:

$$T_{5.0-E} = 93/9 + \frac{(10.8/9 - 93/9)(45/3 - 40)}{(50 - 40)} = 101/9^\circ C \quad (5\text{ث})$$

ث-۲-۳ دمای خوانده شده در ۹۰ درصد تبخیر شده ($85/3$ درصد بازیافت شده) (مطابق بند ۱۱-۶-۱) طبق زیر محاسبه می‌شود:

$$T_{9.0-E} = 181/6 + \frac{(201/6 - 181/6)(85/3 - 85)}{(90 - 85)} = 182/8^\circ C \quad (6\text{ث})$$

ث-۲-۴ دمای خوانده شده در ۹۰ درصد تبخیر شده ($45/3$ درصد بازیافت شده) که نسبت به فشار $101/3\text{kPa}$ تصحیح نشده است (بند ۱۱-۶-۱)، طبق زیر محاسبه می‌شود:

$$T_{9.0-E} = 180/5 + \frac{(200/4 - 180/5)(85/3 - 85)}{(90 - 85)} = 181/7^\circ C \quad (7\text{ث})$$

پیوست ج

(اطلاعاتی)

مثال‌هایی از محاسبه تکرارپذیری و تجدیدپذیری درصد حجم (بازیافت شده یا تبخیر شده) در دمای معین خوانده شده

ج-۱ برخی از ویژگی‌ها نیاز به گزارش درصد حجم تبخیر شده یا بازیافت شده در یک دمای معین دارند.
جدول ج ۱ داده‌های تقطیر مربوط به نمونه گروه ۱ با استفاده از دستگاه دستی را نشان می‌دهد.

ج-۲ محاسبه مثال

ج-۲-۱ مشخصات تقطیر یک نمونه متعلق به گروه ۱ با استفاده از دستگاه دستی در جدول ج ۱ نشان داده شده است. تجدیدپذیری درصد حجم تبخیر شده (درصد حجم بازیافت شده) در دمای $93/3^{\circ}\text{C}$ طبق معادله زیر تعیین می‌شود:

ج-۲-۱-۱ اولین شیب را در دمای مورد نظر تعیین کنید.

$$() = \frac{1}{1}(94 - 83) = 1/1S_C\% = \frac{1}{1}(T_{2.} - T_1). \quad (\text{ج ۱})$$

ج-۲-۲ با استفاده از جدول ت ۴، مقدار R (تجدد پذیری در درصد تقطیر شده مشاهده شده) را تعیین کنید.
در این حالت، درصد تقطیر شده مشاهده شده ۱۸٪ است و

$$R = 2/ + 1/74(S_C) = 2/ + 1/74(1/1) = 3/9 \quad (\text{ج ۲})$$

ج-۲-۳ با استفاده از مقدار محاسبه شده R، مقدار حجم را طبق بند ت-۱ تعیین کنید.

$$R_{\text{درصد حجم}} = \frac{R}{(S_C)} = \frac{3/9}{1/1} = 3/5 \quad (\text{ج ۳})$$

جدول ج۱- داده‌های تقطیر یک نمونه متعلق به گروه ۱ به روش تقطیر دستی

نقاطه تقطیر ml بازیافت شده،	دما °C	حجم (ml) بازیافت شده در ۹۳/۳°C
۱۸/۰	۸۴	۱۰
	۹۴	۲۰
	۱۰۳	۳۰
	۱۱۲	۴۰
نقاطه تقطیر ml تبخیر شده،	دما °C	حجم (ml) تبخیر شده در ۹۳/۳°C
۱۸/۴	۸۳	۱۰
	۹۴	۲۰
	۱۰۳	۳۰
	۱۱۱	۴۰

پیوست ح

(اطلاعاتی)

روش مقایسه خطای اثر غوطه‌وری ساقه در دماسنجهای شیشه‌ای

ح-۱ زمانی که از حسگر الکترونیکی یا حسگر دیگری بدون خطای اثر غوطه‌وری ساقه استفاده می‌شود، نتیجه این حسگر یا سیستم داده‌های مربوطه باید با نتیجه دماسنجهای شیشه‌ای مقایسه گردد. براساس اطلاعات جمع‌آوری شده توسط چهار سازنده تجهیزات این روش آزمون، معادلات میانگین برای استفاده در بندۀای ح۲ و ح۳ گزارش شده‌اند.

ح-۱-۱ معادلات نشان داده شده در بند ۲-۲ در عمل محدود و فقط برای اطلاع رسانی معین شده‌اند. علاوه بر تصحیح غوطه‌وری ساقه، حسگر الکترونیکی و سیستم داده‌های مربوطه نیز باید از نظر تأخیر زمان پاسخ مشاهده شده برای دماسنجهای شیشه‌ای مقایسه شوند.

ح-۲ زمانی که از دماسنجه با دامنه دمایی پایین استفاده می‌شود، نیازی به تصحیح دما برای ساقه در دمای کمتر از 20°C نیست. در دماهای بالاتر از این دما، تصحیح با استفاده از معادله زیر محاسبه می‌شود.

$$ASTM\lambda CT_{elr} = T_t - 0.000162 (T_t - 20^{\circ}\text{C})^2 \quad (\text{ح}1)$$

ح-۳ زمانی که از دماسنجه با دامنه دمایی بالا استفاده می‌شود، نیازی به تصحیح دما برای ساقه در دمای کمتر از 35°C نیست. در دماهای بالاتر این دما تصحیح با استفاده از معادله زیر محاسبه می‌شود.

$$ASTM\lambda CT_{ehr} = T_t - 0.000131 (T_t - 35^{\circ}\text{C})^2 \quad (\text{ح}2)$$

که در آن:

دمای مقایسه شده (T_{elr}) برای دماسنجهای دامنه دمایی پایین

دمای مقایسه شده (T_{ehr}) برای دماسنجهای دامنه دمایی بالا

دمای واقعی (T_t)

پیوست خ

(اطلاعاتی)

فرم های گزارش توصیفی

خ-۱ در شکل های خ ۱ و خ ۲ ، فرم های گزارش نشان داده شده اند.