



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۸۹۰۸

تجدیدنظر اول

۱۳۹۳

INSO

8908

1st.Revision

2015

فرآورده‌های نفتی - تقطیر در خلأ  
- روش آزمون

**Petroleum products- Distillation at  
reduced 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 موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در 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 فنی مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به‌عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

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

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد<sup>۱</sup> (ISO)، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک<sup>۲</sup> (IEC) و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی<sup>۳</sup> (OIML) است و به‌عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی<sup>۵</sup> (CAC) 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 پیش‌بینی‌شده 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 نماید. سازمان می‌تواند به‌منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی نظام‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران 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، کالیبراسیون (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 of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد  
«فرآورده‌های نفتی - تقطیر در خلأ - روش آزمون»

(تجدید نظر اول)

**رئیس:**

شهمیرزادی، خدیجه  
(کارشناسی مهندسی شیمی)

**سمت و / یا نمایندگی**

اداره کل استاندارد استان مازندران

**دبیر:**

بصری، فرشید  
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

اداره کل استاندارد استان مازندران

**اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)**

اسلامی، علیرضا  
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

شرکت رویان پلیمر آریا

حسینی، میر مسعود  
(کارشناسی ارشد پدیده‌های انتقال)

شرکت زیست گستر ساحل

حقیقت‌پژوه، حمیدرضا  
(دکتری مهندسی شیمی)

بخش فرآیند گروه صنعتی انتخاب

دهنوی، محمدعلی  
(دکتری مهندسی شیمی)

دانشگاه امام حسین (ع)

رحیمیان، محمد  
(کارشناسی شیمی - پلیمر)

انبار سوخت شرکت پخش فرآورده‌های  
نفتی مازندران - منطقه ساری

صالحی، محمد  
(کارشناسی مهندسی شیمی)

شرکت خطوط لوله و مخابرات نفت  
ایران - منطقه شمال

طالبی قادیکلای، جواد  
(دکتری شیمی کاربردی)

دانشگاه آزاد - واحد جویبار

دانشگاه صنعت نفت- واحد محمودآباد

غلامی، ابوذر  
(کارشناسی ارشد تبدیل انرژی)

اداره کل استاندارد استان مازندران

گرگانی فیروزجائی، فرج‌اله  
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

شرکت گاز استان مازندران

متاجی‌نیمور، محسن  
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

شرکت پخش فرآورده‌های نفتی استان  
مازندران- منطقه ساری

نادری، میثم  
(کارشناسی مهندسی شیمی)

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ز	پیشگفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ خلاصه‌ای از روش آزمون
۳	۵ اهمیت و کاربرد
۳	۶ وسایل
۱۳	۷ مواد و/یا واکنشگرها
۱۴	۸ نمونه‌برداری
۱۵	۹ آماده‌سازی دستگاه
۱۵	۱۰ روش آزمون
۱۷	۱۱ محاسبات و گزارش آزمون
۱۷	۱۲ دقت و اریبی
۲۳	۱۳ پیوست الف (الزامی) روش واسنجی حس‌گرهای دما
۲۵	۱۴ پیوست ب (الزامی) روش تعیین زمان پاسخ دما
۲۶	۱۵ پیوست پ (الزامی) روش واسنجی خلأ سنج‌ها
۲۹	۱۶ پیوست ت (الزامی) سیستم تنظیم فشار
۳۰	۱۷ پیوست ث (الزامی) کنترل دستگاه با ماده مرجع
۳۲	۱۸ پیوست ج (الزامی) آب‌زدایی از نمونه و فرونشاندن کف
۳۴	۱۹ پیوست چ (الزامی) روش تبدیل دماهای بخار مشاهده‌شده به دماهای معادل اتمسفری
۳۸	۲۰ پیوست ح (الزامی) مثالی برای محاسبات دقت
۳۹	۲۱ پیوست خ (الزامی) تقطیر فرآورده‌های نفتی در خلأ (دستگاه خودکار)
۴۲	۲۲ پیوست د (اطلاعاتی) روش تنظیم دستگاه اندازه‌گیری بخار
۹	۲۳ جدول ۱- ابعاد مجموعه ستون ژاکت خلأ

## ادامه فهرست مندرجات

صفحه	عنوان	
۲۱	جدول ۲- دقت	۲۴
۲۲	جدول ۳- دقت (بیو دیزل)	۲۵
۳۱	جدول ۱- دماهای تقطیر ترکیبات مرجع	۲۶
۴	شکل ۱- دستگاه تقطیر در خلأ	۲۷
۵	شکل ۲- بالن تقطیر و پوشش حرارتی	۲۸
۵	شکل ۳- بالن تقطیر ۵۰۰ ml	۲۹
۶	شکل ۴- ستون با ژاکت خلأ	۳۰
۸	شکل ۵- جزئیات زنجیر چکیدن یا اتصال ناودان به مبرد	۳۱
۱۱	شکل ۶- محل قرار گرفتن حس گر دما	۳۲
۱۱	شکل ۷- دستگاه اندازه گیری، دارای دماسنج مقاومتی پلاتینی	۳۳
۱۲	شکل ۸- دستگاه اندازه گیری، دارای دماسنج ترموکوپل	۳۴
۲۴	شکل الف ۱- حمام نقطه ذوب برای استانداردهای دما	۳۵
۲۷	شکل پ ۱- واسنجی خلأ سنجها	۳۶
۳۶	شکل چ ۱- ضریب مشخصه واتسون برای اجزا نفتی	۳۷
۳۷	شکل چ ۲- مقادیر اصلاحی نقطه جوش برای ضریب K	۳۸

## پیشگفتار

استاندارد «فرآورده‌های نفتی- تقطیر در خلأ- روش آزمون» نخستین بار در سال ۱۳۸۵ تدوین شد. این استاندارد بر اساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط سازمان ملی استاندارد ایران و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در چهل و هشتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۳/۱۲/۱۸ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن‌ماه ۱۳۷۱، به‌عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

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

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۸۹۰۸ سال ۱۳۸۵ است.

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

ASTM D1160: 13, Standard Test Method for Distillation of Petroleum Products at Reduced Pressure

## فرآورده‌های نفتی - تقطیر در خلأ - روش آزمون

**هشدار** - این استاندارد وظیفه‌ای در خصوص تعیین و یا معرفی الزامات ایمنی ندارد و مسئولیت برقراری الزامات ایمنی مقتضی و تعیین محدودیت‌های اجرایی آزمون، به عهده کاربر این استاندارد است.

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد تعیین محدوده نقاط جوش در خلأ، برای فرآورده‌های نفتی و بیو دیزل است که به‌طور جزئی یا کامل در بیشینه دمای مایع  $400^{\circ}\text{C}$  تبخیر می‌شوند. دو روش دستی و خودکار برای این آزمون ارائه شده است. در موارد اختلاف، آزمون مرجع با استفاده از روش دستی در فشاری با توافق طرفین انجام می‌شود.

### ۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود.

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن موردنظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها موردنظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، سال ۱۳۸۱: آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۷، سال ۱۳۷۹: فرآورده‌های نفتی - اندازه‌گیری چگالی، چگالی نسبی (وزن مخصوص) یا گرانش آ- پی - آی نفت خام و فرآورده‌های نفتی به‌وسیله چگالی سنج - روش آزمون

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۶۶۲، سال ۱۳۸۶: تعیین چگالی و چگالی نسبی مایعات با استفاده از چگالی سنج دیجیتال - روش آزمون

۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹، سال ۱۳۸۸: روش‌های نمونه‌برداری دستی از مواد و فرآورده‌های نفتی

2-5 ASTM D613 Test Method for Cetane Number of Diesel Fuel Oil

2-6 ASTM D1250 Guide for Use of the Petroleum Measurement Tables

2-7 ASTM D4177 Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products

2-8 ASTM D6300 Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants



## ۳ اصطلاحات و تعاریف

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

۱-۳

### دمای معادل اتمسفری<sup>۱</sup> (AET)

دمایی که از تبدیل دمای اندازه‌گیری شده، با استفاده از معادلات پیوست چ به دست می‌آید. در صورتی که تقطیر در فشار اتمسفر انجام شود و هیچ‌گونه تجزیه حرارتی رخ ندهد، دمای معادل اتمسفری، دمای مورد انتظار محصول تقطیر است.

۲-۳

### نقطه پایانی<sup>۲</sup> (EP) یا نقطه جوش نهایی<sup>۳</sup> (FBP)

بیشینه مقدار دمای بخار که در طول آزمون به دست می‌آید.

۳-۳

### نقطه جوش ابتدایی<sup>۴</sup> (IBP)

دمای اندازه‌گیری شده بخار در لحظه‌ای که اولین قطره حاصل از میعان از نوک لوله مبرد پایین می‌افتد.

۱-۳-۳ شرح: هنگامی که یک زنجیر به نوک لوله متصل شده باشد، اولین قطره شکل گرفته شده به سمت پایین زنجیر جاری می‌شود. در دستگاه خودکار، اولین قطره باید پایین‌تر از انتهای نوک لوله واقع شده باشد تا توسط دستگاه شناسایی شود.

۴-۳

### نقطه سرریز<sup>۵</sup> (SP)

بالاترین نقطه، از پایین‌ترین محل اتصال درونی ستون تقطیر و بخش چگالش، از مجموعه ستون با ژاکت خلأ است.

## ۴ خلاصه‌ای از روش آزمون

۱-۴ شرایط تقطیر نمونه می‌بایست به ترتیبی اعمال گردد که فشار، دقیقاً بین ۰٫۱۳ kPa تا ۶٫۷ kPa (۱ mmHg تا ۵۰ mm Hg) کنترل و از نظر تئوری هم تقریباً یک سینی تقطیر فراهم شود.

- 
- 1- Atmospheric Equivalent Temperature
  - 2- End Point
  - 3- Final Boiling Point
  - 4- Initial Boiling Point
  - 5- Spillover Point

داده‌ها می‌توانند از نقطه‌جوش اولیه، نقطه‌جوش نهایی و منحنی تقطیری که رابطه بین درصد حجمی تقطیرشده و دمای نقطه‌جوش معادل اتمسفری را نشان می‌دهد، حاصل شوند.

## ۵ اهمیت و کاربرد

۱-۵ این روش آزمون به‌منظور تعیین مشخصات تقطیر فرآورده‌های نفتی، بیو دیزل و برش‌های نفتی‌ای به کار می‌رود که ممکن است در صورت تقطیر در فشار اتمسفر، تجزیه گردند.

این دامنه از دمای نقطه جوش در شرایطی بدست‌آمده که برای دستیابی به حدود یک سینی برش نظری طراحی شده‌اند و می‌تواند در محاسبات مهندسی جهت طراحی تجهیزات تقطیر، برای آماده‌سازی آمیزه‌های مناسب (سوخت) جهت مصارف صنعتی، تعیین میزان همسانی و سازگاری با مقرارت تنظیم‌شده، تعیین مناسب بودن فرآورده به‌عنوان خوراک در یک فرآیند پالایش و یا به‌عنوان مبنایی برای مقاصد دیگر به کار رود.

۲-۵ محدوده جوش به‌صورت مستقیم با گرانروی، فشار بخار، ارزش گرمایی، میانگین وزن مولکولی و بسیاری از ویژگی‌های شیمیایی، فیزیکی و مکانیکی دیگر متناسب است. هر یک از این ویژگی‌ها می‌تواند عاملی تعیین‌کننده در مناسب بودن فرآورده، برای کاربرد موردنظر باشد.

۳-۵ داده‌های به‌دست‌آمده از این روش می‌تواند به‌عنوان یکی از ویژگی‌های فرآورده‌های نفتی که اغلب شامل محدودیت‌های فرآیند تقطیر است، مورد استفاده قرار گیرد.

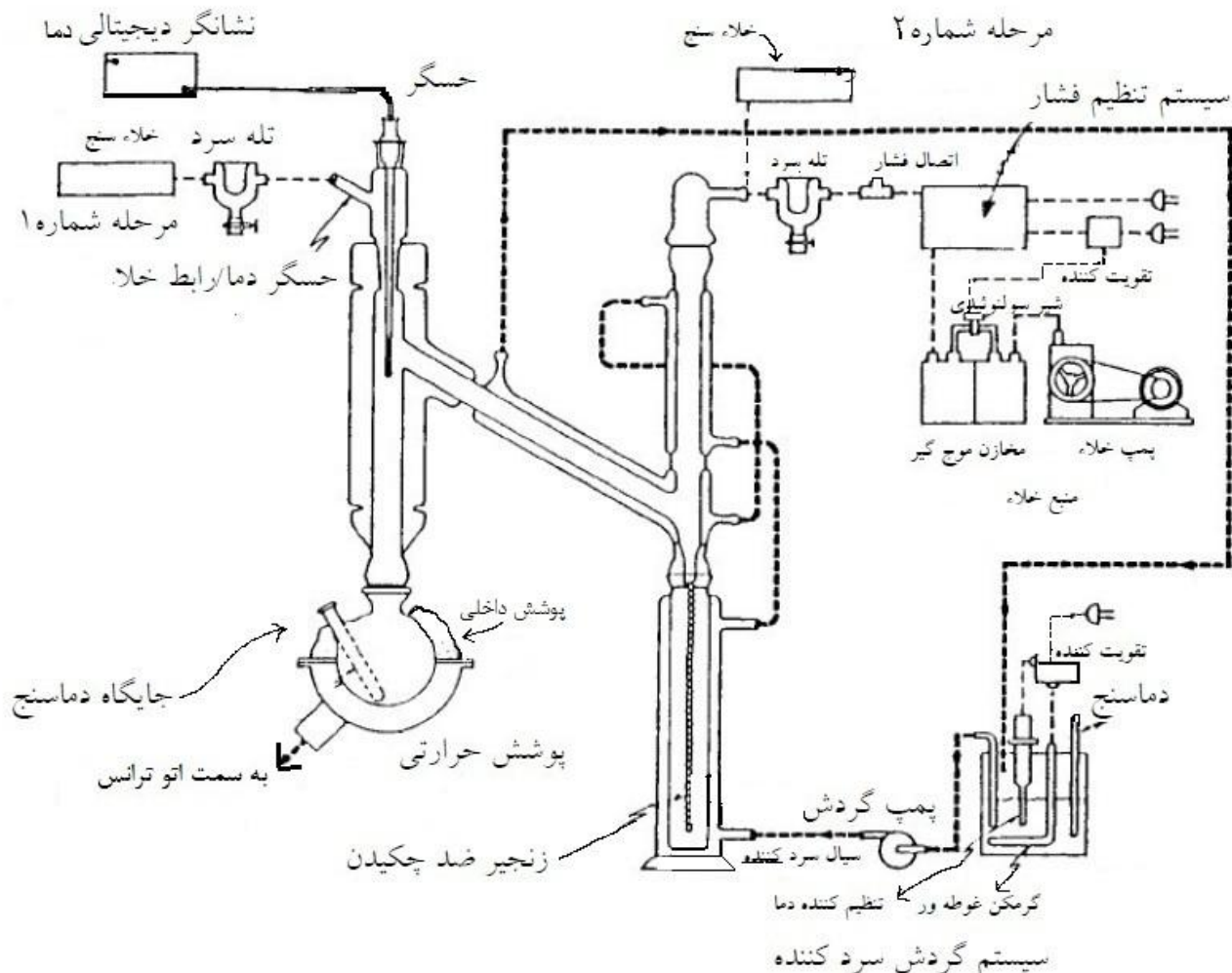
۴-۵ عملیات مهندسی به‌طور گسترده به این روش‌های آزمون وابسته است. این روش‌های وابسته به هم در عملیات مهندسی کنونی، بسیار پرکاربردند.

## ۶ وسایل

۱-۶ **دستگاه تقطیر در خلأ** - که به‌صورت شماتیک در شکل ۱ نشان داده‌شده است، شامل اجزائی است که در زیر به برخی از آن‌ها اشاره می‌گردد (به‌اضافه دیگر اجزای نه‌چندان خاصی که اهمیتی در طراحی یا کاربرد ندارند و در شکل ۱ آن‌ها را می‌بینید).

تعدادی از این اجزا برای رسیدن به نتایج رضایت‌بخش در آزمون ضروری نیستند ولی اجزای مناسب دیگری وجود دارند که به افزایش کاربرد مناسب و سهولت در عمل، کمک می‌کنند.

نسخه‌های دستی و خودکار این دستگاه‌ها باید با ویژگی‌های زیر مطابقت داشته باشند. ویژگی‌های بیش‌تر برای دستگاه خودکار در پیوست خ، ارائه‌شده است.

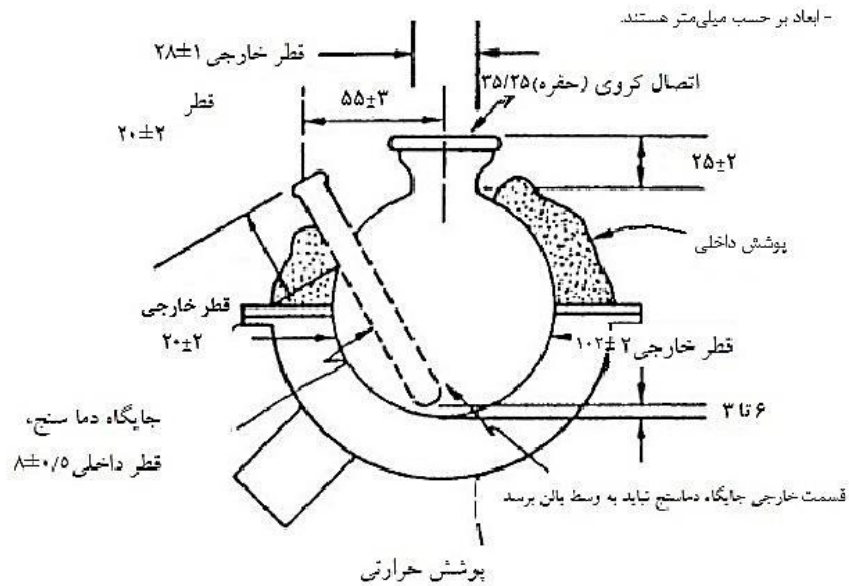


یادآوری- در صورت تمایل یا اگر طراحی مبدل نیاز به حفاظت در مقابل بخار داشته باشد (نظیر یک اندازه گیر مکلود)، می توان از یک تله سرد، پیش از مبدأ فشار، در مرحله ۲ استفاده نمود.

شکل ۱- دستگاه تقطیر در خلأ

۱-۱-۶ **بالن تقطیر**- با ظرفیت ۵۰۰ ml و جنس شیشه بوروسیلیکات یا کوارتز که با ابعاد ذکر شده در شکل ۲ و یا شکل ۳ مطابقت می کند و دارای پوششی حرارتی بوده که قسمت بالای آن عایق است.

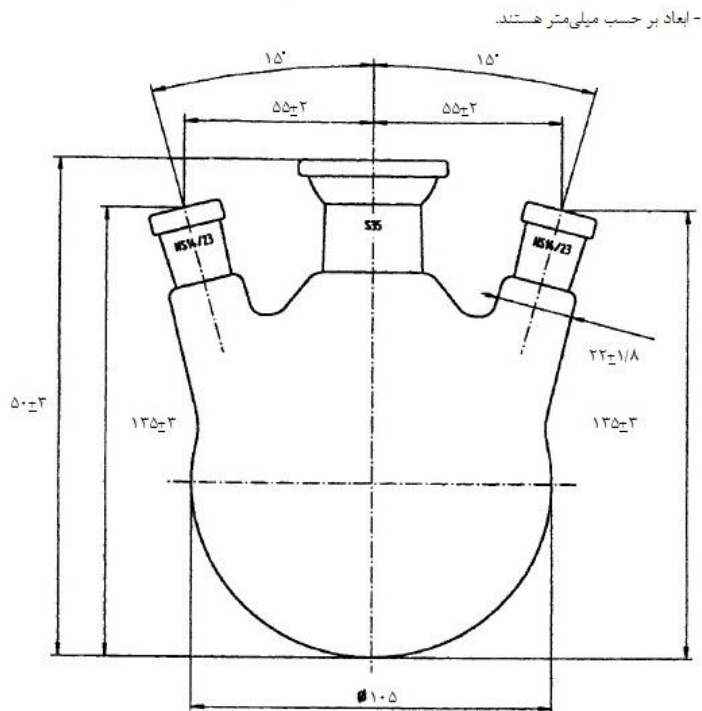
این دستگاه می تواند بسته به سازنده آن دارای ابعاد متفاوتی باشد که این تفاوت اندازه خیلی مهم در نظر گرفته نمی شوند، به جز در موقعیت انتهایی استوانک دماسنج و قطر داخلی اتصال به ستون تقطیر که نباید کم تر از قطر داخلی ستون تقطیر باشد. استفاده از استوانک دماسنج روکش دار و دهانه جانبی دوم موجود در بالن های تجاری به کار گرفته شده در این روش آزمون، می تواند جایگزین استفاده از غلاف باشد.



یادآوری ۱- برای عملیات تقطیری که در آن دما از  $400^{\circ}\text{C}$  بیش تر نمی‌شود، می‌توان جایگاه دماسنج را حذف نمود.

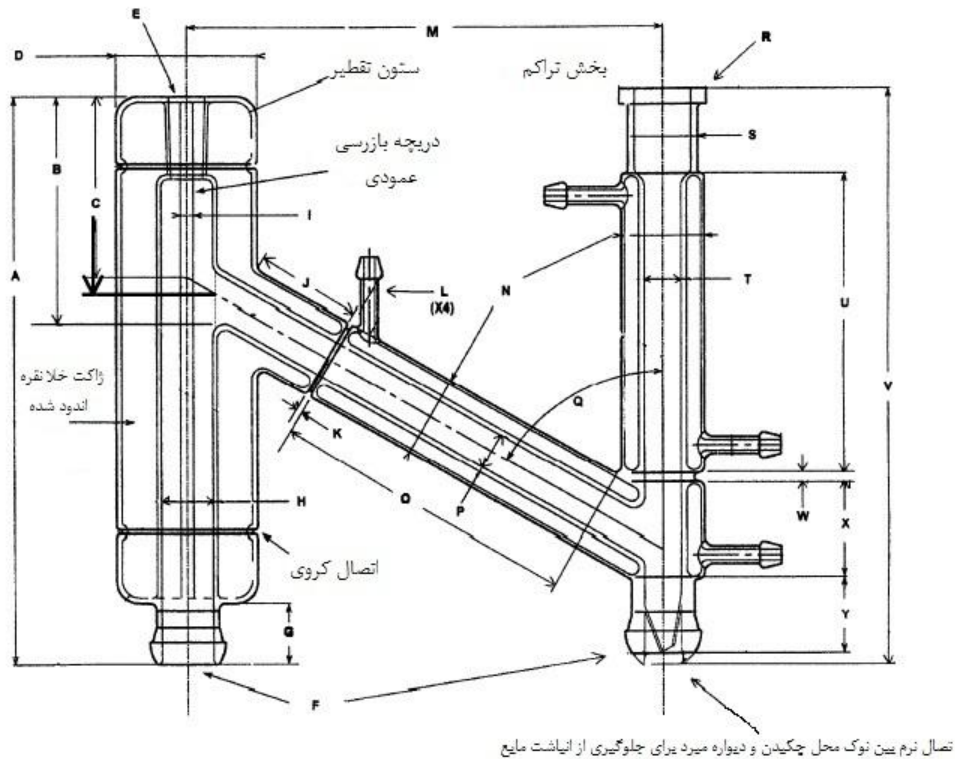
یادآوری ۲- جایگاه دماسنج را می‌توان با عایق کاری یا به‌وسیله اتصال سمباده‌ای، به‌اندازه لوله  $19/38\text{ mm}$ ، به بالن نصب نمود.

### شکل ۲- بالن تقطیر و پوشش حرارتی



### شکل ۳- بالن تقطیر ۵۰۰ ml

۲-۱-۶ مجموعه ستون با ژاکت خلأ- از جنس شیشه بوروسیلیکات که از یک کلاهک تقطیر به همراه مبرد تشکیل شده است. ابعاد این مجموعه در شکل ۴ نشان داده شده است. کلاهک باید در یک ژاکت خلأ شیشه‌ای کاملاً نقره‌اندود با خلأ دائمی کم‌تر از  $10^{-5}$  Pa ( $10^{-7}$  mm Hg) محصور شود (یادآوری شکل ۱ را ببینید). مبرد متصل شده، باید در ژاکت‌های آب محصور شود و رابطی در قسمت بالا برای اتصال به منبع خلأ داشته باشد. به منظور چکیدن محصول تقطیر باید یک زنجیر فلزی سبک از نوک مبرد تا ۵ mm پایین‌تر از خط نشانه ۱۰ mm ظرف جمع‌آوری، همان‌طور که در شکل ۵ نشان داده شده است، امتداد یابد. به جای زنجیر فلزی می‌توان از یک ناودان فلزی استفاده نمود تا محصول تقطیر را به دیواره ظرف جمع‌آوری برساند. این ناودان ممکن است، همان‌طور که در شکل ۵ نشان داده شده است، به نوک مبرد متصل شود یا در دهانه ظرف جمع‌آوری قرار گیرد.



اتصال نرم بین نوک محل چکیدن و دیواره مبرد برای جلوگیری از انباشت مایع

شکل ۴- ستون با ژاکت خلأ

**یادآوری-** هیچ روش ساده‌ای جهت تعیین خلأ داخل ژاکت، پس از درزبندی کامل آن وجود ندارد. می‌توان برای این منظور از یک سیم‌پیچ تسلا<sup>۱</sup> استفاده نمود، اما جرقه حاصل عملاً می‌تواند سوراخ‌های ریزی در نقاط ضعیف ژاکت ایجاد کند. حتی وجود کوچک‌ترین سوراخ یا ترک که به آسانی توسط چشم غیرمسلح قابل تشخیص نیست، می‌تواند خلأ داخل ژاکت را خنثی کند.

### ۳-۱-۶ دستگاه اندازه‌گیری دمای بخار

این حس گر و تعیین کننده نشانک<sup>۱</sup> همراه آن و تجهیزات پردازش (شرح در پیوست الف) برای اندازه گیری دمای بخار مورد نیاز است. سیستم باید مقادیر خوانده شده را با دقت  $0.5 \pm$  °C در محدوده  $0^\circ\text{C}$  تا  $400^\circ\text{C}$  با زمان پاسخی، کم تر از دویست ثانیه ارائه دهد (با توجه به پیوست ب). مکان قرارگیری حس گر دمای بخار، بسیار مهم است. همان طور که در شکل ۶ نشان داده شده، حس گر باید در مرکز قسمت بالایی ستون تقطیر به گونه ای قرار گیرد که از نوک آن به اندازه  $(1 \pm 3)$  mm زیر نقطه سرریز باشد (بند ۳-۱ را مشاهده کنید). دستگاه اندازه گیری دمای بخار بسته به این که در آن از دماسنج مقاومتی پلاتینی<sup>۲</sup> شیشه ای یا فلزی استفاده شده باشد و یا از یک ترموکوپل شیشه ای یا فلزی، می تواند دارای پیکربندی متفاوتی باشد. شکل ۷ و شکل ۸ موقعیت مناسب با این دو نوع تنظیمات را در رابطه با نقطه سرریز نشان می دهد. قسمت بالای سیم پیچ حلزونی، در دستگاه های دارای دماسنج مقاومتی پلاتینی شیشه ای، در بالای نوک حس گر و در دستگاه های دارای ترموکوپل، در بالای نقطه اتصال ترموکوپل و در دستگاه های دارای ژاکت فلزی، در  $(1 \pm 1)$  mm بالاتر از انتهای دستگاه قرار دارد. یک روش تنظیم در ضمیمه د، تشریح شده است. دستگاه اندازه گیری دمای بخار باید در میان یک درزگیر حلقه ای فشرده، نصب شده در بالای حس گر دمای شیشه ای / رابط خلأ قرار گیرد، یا با استفاده از یک اتصال مخروطی شکل - سمباده ای، به ستون تقطیر وصل شود. در برخی از پیکربندی های دستگاه تقطیر، رابط خلأ قرار داده شده در بالای ستون تقطیر، قابل حذف شدن است. در این موارد جایگاه دستگاه اندازه گیری دمای بخار باید بر این اساس تنظیم شود. دستگاه اندازه گیری دمای دیگر بخار نیز می تواند دارای یک ترموکوپل یا یک دماسنج مقاومتی پلاتینی باشد و هم چنین باید همانند توضیحات بالا، واسنجی شود.

#### ۴-۱-۶ ظرف جمع آوری

این ظرف از جنس شیشه بوروسیلیکات و مطابق با ابعاد نشان داده شده در شکل ۹ است. اگر ظرف جمع آوری قسمتی از یک دستگاه خودکار بوده و در محفظه ای که دمای آن کنترل می شود قرار گرفته باشد، به ژاکت نیازی نیست.

هشدار: قسمت های شیشه ای دستگاه، تحت شرایط دمایی سختی قرار دارند، بنابراین به منظور کاهش احتمال شکستن این اجزا در طول آزمون، باید فقط از تجهیزاتی که با نور قطبیده، بررسی شده و عاری از ترک هستند، استفاده کرد.

#### ۵-۱-۶ خلأ سنج

دارای قابلیت اندازه گیری فشار مطلق با دقت  $0.1 \text{ kPa}$  در محدوده کم تر از  $1 \text{ kPa}$  مطلق و در بیش از این فشار دارای دقت یک درصد، است. در صورت استفاده درست از اندازه گیر مک لود می توان این دقت را به دست آورد ولی فشارسنج جیوه ای، تنها در فشار بیش از  $1 \text{ kPa}$  و فقط زمانی که با یک کاتومتر<sup>۳</sup> مناسب (ابزاری بر مبنای یک تلسکوپ که روی یک قسمت مدرج با تقسیم بندی های جزئی قرار گرفته تا مقادیر را خیلی دقیق تعیین کند)

1- Signal

2- Platinum Resistance Thermometer (PRT) Sensor

3- Cathetometer

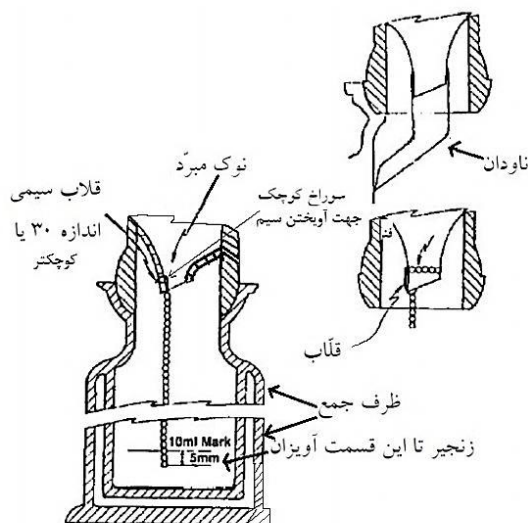
خوانده شود، این دقت را حاصل می‌کند. یک اندازه‌گیر الکترونیکی مانند باراترون<sup>۱</sup> نیز که با یک اندازه‌گیر مک‌لود واسنجی شده باشد نیز مناسب می‌باشد ولی باید متنوباً طبق پیوست پ، کنترل شود. یک روش واسنجی فشار مناسب، در شکل پ-۱ نشان داده شده است. خلأ سنج‌هایی که بر اساس آشکارسازهای سیم‌های پرحرارت، تابشی یا هدایتی کار می‌کنند، توصیه نمی‌شوند.

**یادآوری-** تجهیزات مناسب جهت اندازه‌گیری فشار سیستم در طول آزمون، یک تَنسیومتر<sup>۲</sup> یا فشارسنج الکترونیکی است که خروجی را در یک اندازه‌گیر اولیه (مانند اندازه‌گیر (Non-tilting McLeod)، قابل تبدیل کند.

۱-۵-۱-۶ هنگام نصب دستگاه، ترجیحاً خلأ سنج را به لوله جانبی حس‌گر دما/رابط خلأ ستون تقطیر و یا به لوله جانبی حس‌گر/رابط خلأ مبرد متصل کنید. طول اتصالات باید تا حد امکان کوتاه باشد و قطر داخلی آن‌ها کم‌تر از ۸ mm نباشد.

### ۶-۱-۶ دستگاه تنظیم فشار

این دستگاه قادر به ثابت نگه‌داشتن فشار با دقت  $0.1 \text{ kPa}$  برای فشارهای  $1 \text{ kPa}$  مطلق یا کم‌تر و دقت یک درصد فشار مطلق، برای فشارهای  $1 \text{ kPa}$  یا بیش‌تر است. تجهیزات مناسب برای این منظور در پیوست ت، شرح داده شده است. هنگام نصب دستگاه، سیستم تنظیم فشار را به لوله فوقانی مبرد وصل کنید. طول اتصالات باید تا حد امکان کوتاه باشد و قطر داخلی آن‌ها کم‌تر از ۸ mm نباشد.



**یادآوری ۱-** اگر سوراخ کوچکی روی نوک مبرد وجود نداشت، زنجیر را به وسیله فنر و قلاب طبق شکل آویزان کنید.

**یادآوری ۲-** زنجیر نشان‌داده شده باید به اندازه‌ای باشد که جابه‌جاشدگی مایع زیر نشان ۲۰۰ ml، بیش از ۰.۱ ml نباشد.

**شکل ۵- جزئیات زنجیر چکیدن یا اتصال ناودان به مبرد**

1- Baratron  
2- Tensiometer

جدول ۱- ابعاد مجموعه ستون ژاکت خلأ (مربوط به شکل ۴)

اجزا	نقش بحرانی	ابعاد <sup>a</sup>	توضیحات
A	خیر	$265 \pm 10$	-
B	بله	$99 \pm 4$	نقطه سرریز
C	بله	$85 \pm 3$	اندازه گیری داخلی آن‌ها دشوار است. توسط تولیدکنندگان مجموعه، استفاده می‌شود. این ابعاد درجایی است که مرکز لوله داخلی زاویه‌دار به وسیله دیواره داخلی ستون عمودی، قطع می‌شود.
D (OD)	خیر	$64,5 \pm 2$	-
E	خیر	۱۹,۳۸ یا ۱۴,۲۳	اتصال مخروطی شکل - سمباده‌ای - بخش مادگی <sup>b</sup>
F	خیر	۳۵,۲۵	اتصال کروی شکل - سمباده‌ای - بخش نری <sup>b</sup>
G	خیر	$35 \pm 10$	این منطقه به وسیله عایق قسمت بالای پوشش حرارتی پوشانیده می‌شود.
H (ID)	بله	$24,7 \pm 1,2$	استفاده از یک لوله با قطر خارجی ۲۸ mm که از این ابعاد به دست می‌آید.
I	خیر	۱۲-۲	دریچه، امکان مشاهده میزان جوش و نظافت را می‌دهد، اما هم‌چنین اجازه از دست رفتن حرارت را نیز می‌دهد.
J	خیر	$60 \pm 20$	-
K	خیر	$12 \pm 7$	-
L (OD)	خیر	۸	اتصال میانی خنک‌کننده، حد مجاز: کمینه مقدار
M	بله	$230 \pm 13$	این ابعاد، تعیین‌کننده مقدار بخار تراکم شده در هنگام پایین رفتن است و بر روی دما و نتایج بازیابی تأثیرگذار است.
N(OD)	خیر	$38 \pm 2$	-
O	بله	$140 \pm 20$	این ابعاد بر روی بازده تراکم بخار که خود بر میزان دما و نتایج بازیابی مؤثر است، تأثیرگذار می‌باشد.
P (ID)	بله	$18,7 \pm 1,1$	استفاده از لوله با قطر خارجی ۲۲ mm که از این ابعاد به دست می‌آید.
Q	بله	$60^{\circ} \pm 2^{\circ}$	-
R	خیر	غیرکاربردی	اتصال به سیستم خلأ؛ هر وسیله مناسب، مجاز است.
S	خیر	غیرکاربردی	گسترش در بالای بخش تراکم: باید کوچک‌تر یا بزرگ‌تر از قطر داخلی بخش تراکم باشد.
T (ID)	بله	$18,7 \pm 1,1$	استفاده از لوله با قطر خارجی ۲۲ mm که از این ابعاد به دست می‌آید.



ادامه جدول ۱- ابعاد مجموعه ستون ژاکت خلأ (مربوط به شکل ۴)

اجزا	نقش بحرانی <sup>ع</sup>	ابعاد <sup>ا</sup>	توضیحات
U	بله	$140 \pm 5$	این ابعاد بر روی بازده تراکم بخار که خود بر میزان دما و نتایج بازیابی مؤثر است، تأثیرگذار می‌باشد.
V	خیر	غیرکاربردی	گسترش در قسمت بالا و پایین بخش تراکم، توسط سازنده متفاوت است و هیچ تأثیری در آزمون ندارد.
W	خیر	$12 \pm 7$	-
X	بله	$50 \pm 8$	-
Y	بله	$30 \pm 7$	فاصله تا پایان محل چکیدن

**یادآوری ۱-** این ابعاد به‌عنوان راهنمایی برای تأیید ساخت مناسب این مجموعه است. ابعاد واقعی که توسط شیشه‌سازان مورداستفاده قرار می‌گیرد تا حدودی با این ابعاد متفاوت است و به دست آوردن آن‌ها بعد از ساخت مجموعه و سرهم کردن قطعات کار دشواری است. آن دسته از ابعادی که به‌عنوان ابعاد بحرانی بیان شده‌اند باید در فهرست رواداری مربوط به قطعات، آورده شوند. ابعادی که در این جدول آمده است، از دفترچه راهنمای دستگاه‌های خودکار و دستی گوناگون تولیدشده در کارخانه‌هایی که در برنامه بین آزمایشگاهی، جهت به دست آوردن صحت این روش آزمون شرکت کرده‌اند، جمع‌آوری شده است.

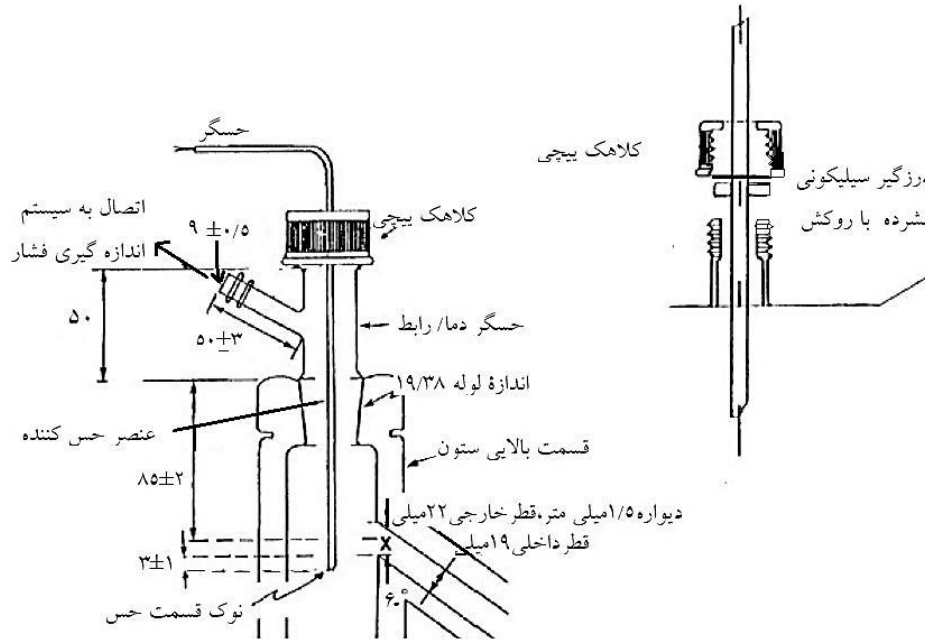
**یادآوری ۲-** از آنجایی که اعتقاد بر این است که وردایی گسترده کنونی در ابعاد، منجر به دقت بالای این روش آزمون می‌شود، با مطالعات بیش‌تر به مجموعه‌ای از ابعاد با گستره محدودتر خواهید رسید. ابعاد در نظر گرفته‌شده برای این مجموعه و اجزای دیگر دستگاه تا سال آینده قابل‌دسترس خواهد بود و با پیاده‌سازی آن انتظار می‌رود اصلاحیه اولیه این روش آزمون، بعد از پنج سال انتشار یابد.

**a-** ابعاد برحسب mm است.

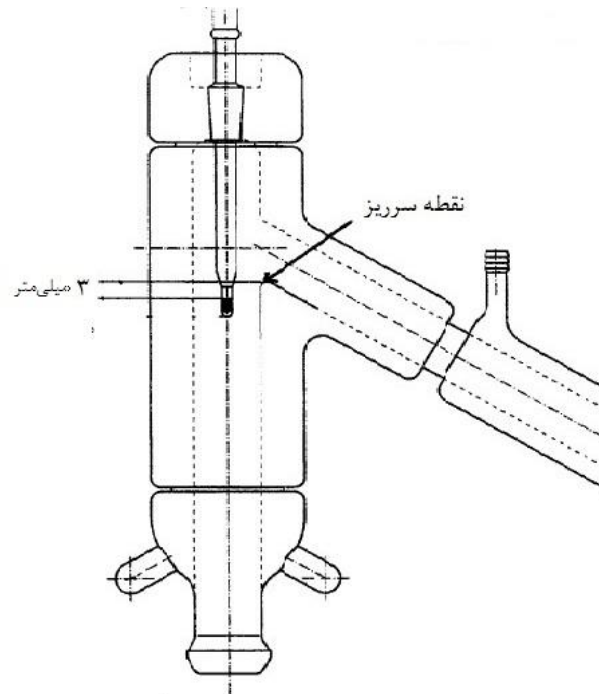
**b-** اتصالات شیشه‌ای- سنباده‌ای ساخته‌شده توسط تولیدکنندگان مختلف ممکن است دارای نسبت‌های مختلفی از قطر به طول باشد. به‌منظور استفاده از این روش آزمون، استفاده از این اتصالات در هر ابعادی مناسب بوده و در برخی از موارد، اندازه قطر آن‌ها مهم نمی‌باشد. به‌هرحال این مسئله که بخش‌های نری و مادگی هر اتصال از این مجموعه به‌گونه‌ای باشد که از اتلاف وقت و ضررهای مالی اجتناب شود، مهم است.

**c:** critical

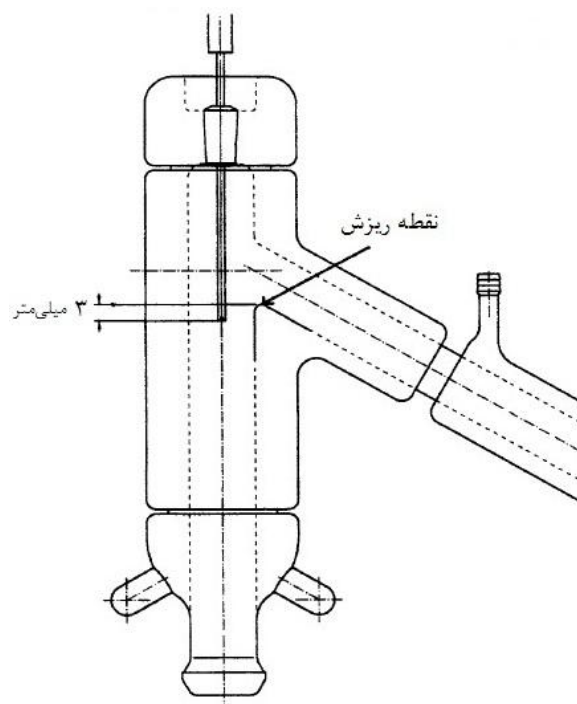
- ابعاد بر حسب میلی متر هستند.



شکل ۶- محل قرار گرفتن حس گر دما



شکل ۷- دستگاه اندازه گیری، دارای دماسنج مقاومتی پلاتینی



شکل ۸- دستگاه اندازه‌گیری، دارای دماسنج ترموکوپل

#### ۷-۱-۶ دستگاه ایجاد خلأ

این دستگاه می‌تواند شامل یک تا چند پمپ خلأ و چند مخزن موج‌گیر<sup>۱</sup> (جهت یکنواخت نگه‌داشتن خلأ سیستم) باشد که قادر به ثابت نگه‌داشتن فشار تا یک درصد بیش‌تر از محدوده تمام فشارهای عملیاتی است. یک رابط به‌منظور اتصال دستگاه ایجاد خلأ به بالای مبرد، مورد استفاده قرار می‌گیرد، (شکل ۱ را مشاهده کنید) به‌طوری‌که لوله آن دارای قطر داخلی ۸ mm یا بیش‌تر و کم‌ترین طول ممکن باشد. یک پمپ تک‌مرحله‌ای با کمینه ظرفیت ۸۵ l/min تا ۱۳۰ l/min (۳ cfm تا ۴٫۶ cfm) در ۱۰۰ kPa به‌عنوان منبع خلأ، مناسب است ولی اگر تقطیر در فشار کم‌تر از ۰٫۵ kPa انجام شود یک پمپ دومرحله‌ای با ظرفیت مشابه یا بیش‌تر از این توصیه می‌شود. مخازن موج‌گیر، با کمینه ظرفیت پنج لیتر برای کاهش نوسانات فشار توصیه می‌شوند.

#### ۸-۱-۶ تله سرد<sup>۲</sup>

۱-۸-۱-۶ تله سرد، بین نوک مبرد و منبع خلأ قرار گرفته تا اجزای سبک محصول تقطیر را که در مبرد، متراکم نشده‌اند، بازیابی کند. این تله باید با یک سردکننده که قادر به نگهداشتن دمای تله در کم‌تر از  $-40^{\circ}\text{C}$  است، سرد شود. معمولاً نیتروژن مایع برای این منظور به کار می‌رود.

۲-۸-۱-۶ تله سرد بین حس‌گر دما/رابط خلأ و خلأ سنج قرار گرفته تا اندازه‌گیر را از آلودگی ناشی از اجزا سبک محصول تقطیر، حفظ کند.

1- Surge Tank  
2- Cold Traps

هشدار: اگر نشت هوا به مقدار قابل توجهی در سیستم وجود داشته باشد و نیتروژن مایع به عنوان سردکننده به کار رود، ممکن است هوا (اکسیژن) در تله متراکم شود. در صورت وجود هیدروکربن‌ها در تله، ممکن است ضمن گرم شدن تله طبق بند ۱۰-۱۲، حریق یا انفجار رخ دهد.

#### ۹-۱-۶ دی‌اکسید کربن جامد یا هوای مایع

برای خنک کردن بالن و گرم‌کن، در پایان عمل تقطیر استفاده می‌گردد.

۱۰-۱-۶ نیتروژن فشار پایین - به منظور آزاد کردن خلأ در سیستم، لازم است.

#### ۱۱-۱-۶ صفحه محافظ یا محفظه ایمنی

در صورت بروز مشکل در دستگاه تقطیر و وقوع اتفاق ناگوار، این صفحه یا محفظه، از آزمایشگر محافظت می‌کند. استفاده از شیشه تقویت‌شده، شیشه پلکسی<sup>۱</sup> شفاف با ضخامت ۶ mm یا یک ماده شفاف با قدرت معادل توصیه می‌شود.

#### ۱۲-۱-۶ دستگاه گردشی سردکننده

این دستگاه قادر به تأمین گستره دمایی  $30^{\circ}\text{C}$  تا  $80^{\circ}\text{C}$  با رواداری  $(\pm 3)^{\circ}\text{C}$  در سیستم مبرد و ظرف جمع‌آوری است. در دستگاه‌های خودکار که ظرف جمع‌آوری در یک محفظه با دمای کنترل‌شده قرار دارد، سیستم گردشی سردکننده فقط باید قادر به تأمین برودت برای سیستم مبرد باشد.

#### ۷ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۷ نرمال تنرا دکان - با خلوص آزمایشگاهی.

۲-۷ سوخت مرجع ستان ASTM (نرمال هگزا دکان)

مطابق با مشخصات ذکرشده در استاندارد بند ۲-۵

۳-۷ گریس سیلیکونی

گریس سیلیکونی مخصوص خلأ زیاد که مشخصاً برای استفاده در انجام عملیات در خلأ زیاد، تولیدشده است.

۴-۷ روغن سیلیکونی

این روغن توسط تولیدکننده، برای استفاده طولانی‌مدت در دماهای بیش‌تر از  $350^{\circ}\text{C}$  تأییدشده است.

۵-۷ تولوئن - با درجه خلوص صنعتی

۶-۷ سیکلوهگزان - با درجه خلوص صنعتی

## ۸ نمونه برداری

۸-۱ نمونه برداری باید طبق استاندارد ملی شماره ۴۱۸۹ یا استاندارد ASTM D4177 انجام شود. فرض بر این است که یک نمونه چهار تا هشت لیتری که شاخصی از یک محموله یا واحد عملیاتی است، توسط آزمایشگاه دریافت شده و برای انجام یک سری از آزمون‌ها و تجزیه و تحلیل‌ها، مورد استفاده قرار می‌گیرد.

۸-۱-۱ کم‌ترین حجم نمونه مورد نیاز برای انجام این آزمون، ۲۰۰ ml است.

۸-۲ نمونه مورد استفاده برای این آزمون باید عاری از هرگونه رطوبت باشد. اگر احتمال وجود رطوبت (قطرات رطوبت روی دیوار ظرف، یک لایه مایع در ته ظرف، ...) در نمونه باشد، طبق روش کار ذکر شده در بند ج-۱، عمل کنید و مقدار کافی از نمونه را آب‌گیری کنید تا ۲۰۰ ml از نمونه، برای بالن تقطیر به دست آید.

۸-۳ چگالی برش روغنی، در دمای ظرف جمع‌آوری را به وسیله یک هیدرومتر<sup>۱</sup>، طبق استاندارد ملی شماره ۱۹۷ یا توسط یک چگالی سنج رقمی طبق استاندارد ملی شماره ۱۰۶۶۲ و با استفاده از محاسبات ریاضی و جداول راهنمای استاندارد ASTM D1250 و یا ترکیبی از آن‌ها به دست آورید.

۸-۴ اگر نمونه بلافاصله پس از دریافت، مورد آزمون قرار نمی‌گیرد، آن را در دمای محیط یا پایین‌تر نگه‌داری کنید. اگر نمونه در یک ظرف پلاستیکی دریافت شده، قبل از نگه‌داری، آن را به یک ظرف شیشه‌ای یا فلزی منتقل کنید.

۸-۵ نمونه، پیش از پر کردن در دستگاه، باید کاملاً مایع باشد. در صورت قابل‌رؤیت بودن بلورها، نمونه را تا دمایی حرارت دهید که بلورها حل شوند. آنگاه نمونه را با توجه به مقدار، گرانش و عوامل دیگر، به مدت پنج تا پانزده دقیقه به شدت بهم بزنید تا از یکنواختی آن اطمینان حاصل کنید.

اگر ذرات جامد در دمای بیش از ۷۰°C هنوز قابل‌رؤیت باشند، احتمالاً دارای ماهیت معدنی بوده و قابل تقطیر شدن، نمی‌باشند. این ذرات جامد را، به وسیله پالایه<sup>۲</sup> یا قیف جداکننده، از نمونه جدا کنید.

۸-۵-۱ موادی نظیر، باقی‌مانده‌های موم‌های زنجیره بلند و موم‌هایی با نقطه ذوب بالا<sup>۳</sup>، وجود دارند که در دمای ۷۰°C به‌طور کامل مایع نمی‌شوند. این ذرات جامد و نیمه جامد نباید از نمونه جدا شوند، چون بخشی از خوراک هیدروکربنی می‌باشند.

## ۹ آماده‌سازی دستگاه

۹-۱ حس‌گرهای دما و تعیین‌کننده نشانک همراه آن و ابزار پردازش اندازه‌گیری دمای بخار را طبق پیوست الف، واسنجی کنید.

1- Hydrometer

2- Filter

3- Visbroken Residues and High Melting Point Waxes

- ۲-۹ عملکرد سیستم تنظیم فشار را طبق پیوست ت، کنترل کنید.
- ۳-۹ قسمت‌های شیشه‌ای را تمیز و خشک و اتصالات را مجدداً روان‌کاری کنید. از گریس سیلیکون به مقدار لازم جهت تشکیل یک لایه یکنواخت روی سطوح شیشه-سمباده‌ای استفاده کنید. مقدار اضافی گریس می‌تواند در شروع کار باعث نشت و ایجاد کف گردد.
- ۴-۹ قطعات دستگاه را نصب و پیش از پر کردن نمونه، آزمون نشت‌یابی را طبق بند پ-۳-۲ انجام دهید.
- ۵-۹ کل دستگاه را با یکی از مواد معرفی شده در بندهای ۱-۷ و ۲-۷ طبق پیوست ت، کنترل کنید.

## ۱۰ روش آزمون

- ۱-۱۰ زمان آخرین بار واسنجی شدن حس‌گر دما را مشخص کنید. اگر زمان بیش‌تری از آنچه در پیوست الف ذکر شده، سپری شده باشد، آن را (مطابق پیوست الف) مجدداً واسنجی کنید.
- ۲-۱۰ دمای سردکننده میرد را در دست‌کم  $30^{\circ}\text{C}$  کم‌تر از پایین‌ترین دمای بخار که در طول آزمون مشاهده خواهد شد، تنظیم کنید.
- یادآوری- دمای مناسب سردکننده جهت تقطیر بسیاری از مواد، برابر با  $60^{\circ}\text{C}$  است.

- ۳-۱۰ معادل ۲۰۰ ml از نمونه را با توجه به چگالی آن (در دمای ظرف جمع‌آوری)، با دقت  $0.1\text{ g}$  توزین نمایید و درون بالن تقطیر بریزید.

- ۴-۱۰ اتصالات کروی شکل دستگاه تقطیر را با کم‌ترین مقدار موردنیاز از یک گریس مناسب، روان‌کاری کنید (یادآوری بند ۴-۱۰ را مشاهده کنید). قبل از گریس‌کاری مطمئن شوید که سطوح اتصالات تمیز هستند. بالن را به اتصال کروی تحتانی کلاهک تقطیر متصل کنید و گرم‌کن را زیر بالن قرار دهید. ژاکت فوقانی را در جای خود قرار دهید و بقیه دستگاه را نصب کنید. از گیره‌های فنری برای محکم کردن اتصالات استفاده کنید.
- یادآوری- استفاده از گریس سیلیکونی مخصوص خلأ زیاد، برای این کار توصیه می‌شود. استفاده بیش‌ازحد از این روان‌کننده در اتصالات بالن، می‌تواند سبب کف کردن نمونه در طول تقطیر شود.

- ۵-۱۰ چند قطره روغن سیلیکون را در زیر جایگاه دماسنج در بالن<sup>۱</sup> بریزید و حس‌گر دما را در درون آن قرار دهید. حس‌گر را می‌توان با استفاده از یک لایه پشم‌شیشه در بالای جایگاه آن، محکم نمود.

- ۶-۱۰ پمپ خلأ را روشن کنید و مراقب کف‌نمودن محتویات درون بالن باشید. در صورت کف‌نمودن نمونه، فشار دستگاه را به آرامی افزایش دهید تا کف فروکش کند. حرارت کمی را اعمال کنید تا گاز حل‌شده، خارج شود. به‌منظور دستیابی به توصیه‌های عمومی، برای فرونشاندن کف اضافی نمونه، بند ج-۲ را ببینید.

۷-۱۰ دستگاه را تخلیه کنید تا فشار به مقدار تعیین شده برای تقطیر برسد. (یادآوری بند ۱۰-۷ را مشاهده کنید) عدم دستیابی به این فشار یا مشاهده افزایش یکنواخت فشار در دستگاه (درحالی که پمپ از مدار خارج شده است) نشانگر وجود نشت جدی در سیستم است. با ورود نیتروژن، سیستم را به شرایط ۱ atm برسانید و همه اتصالات را مجدداً روان کاری کنید. اگر با این عمل، خلأ کامل در سیستم برقرار نشد، قسمت‌های دیگر سیستم را از لحاظ نشت بررسی کنید.

یادآوری- فشار توصیه شده ۱/۳ kPa (۱۰ mm Hg) است. برای فرآورده‌های سنگین با نقطه جوش بالای ۵۰۰°C، فشار ۰/۱۳ kPa (۱ mm Hg) یا ۰/۲۶ kPa (۲ mm Hg) به‌طور عمومی مشخص شده است.

۸-۱۰ پس از رسیدن به فشار موردنظر، گرم‌کن را روشن و بالن را تا حد امکان به سرعت گرم کنید به طوری که نمونه کف نکند. به محض آن که بخار یا مایع برگشتی در دهانه بالن مشاهده شد، سرعت گرمادهی را به گونه‌ای تنظیم کنید که محصول با سرعت یکنواخت ۶ ml/min تا ۸ ml/min بازیابی شود. (یادآوری بند ۱۰-۸ را مشاهده کنید)

یادآوری- رسیدن به سرعت بازیافت موردنظر، در ابتدای تقطیر بسیار مشکل است ولی پس از بازیافت اولین ۱۰٪ محصول تقطیر، سرعت باید تنظیم گردد.

۹-۱۰ دمای بخار، زمان و فشار را در نقطه جوش اولیه نمونه و مقادیر بازیافت شده در هر یک از درصدهای حجمی ۵، ۱۰، ۲۰، ۳۰، ۴۰، ۵۰، ۶۰، ۷۰، ۸۰، ۹۰، ۹۵ و در نقطه پایان جمع شدن نمونه، در ظرف جمع‌آوری را ثبت کنید. اگر دمای مایع به ۴۰۰°C رسید و یا پیش از مشاهده نقطه پایان، بخار به بیشینه دمای خود رسید، دمای بخار خوانده شده، در کل حجم بازیافت شده را در پایان تقطیر یادداشت کنید. زمانی که فرآورده از نظر تطابق با یک سری از مشخصات، مورد آزمون قرار می‌گیرد، همه مشاهدات خواسته شده (چه در قسمت بالا، آمده باشد یا نه) را یادداشت کنید.

یادآوری- بیشینه دمای بخار، از تقطیر کامل برش روغنی یا شروع شکست مولکولی در نمونه، حاصل می‌گردد.

۱۰-۱۰ مشاهده افزایش ناگهانی فشار (که با تشکیل بخارهای سفید و افت دمای بخار همراه است) به معنی شکست مولکولی زیاد ماده مورد آزمون است. در این صورت فوراً تقطیر را متوقف و مورد را یادداشت کنید. در صورت لزوم، تقطیر را دوباره با یک نمونه تازه در فشار پایین‌تر انجام دهید.

۱۱-۱۰ گرم‌کن بالن را ۵ cm تا ۱۰ cm پایین بیاورید و بالن و گرم‌کن را با جریان آرامی از هوا، یا ترجیحاً با جریان دی‌اکسید کربن (یادآوری بند ۱۰-۱۱ را مشاهده کنید) خنک کنید. اگر نیاز به باز نمودن دستگاه قبل از سرد شدن تا دمای کم‌تر از ۲۰۰°C است، محتویات دستگاه را تحت جریان نیتروژن خشک قرار دهید. به منظور تحت فشار قرار دادن مجدد، از دی‌اکسید کربن نیز می‌توانید استفاده کنید، مشروط به این که تله‌های نیتروژن مایع به کار نروند.

**هشدار-۱:** دمیدن هوا به محتویات دستگاه تقطیر درحالی که هنوز دارای بخارهای داغ برش روغنی است می‌تواند منجر به حریق یا انفجار شود.

**هشدار-۲:** علاوه بر رعایت توصیه‌های دیگر، تقطیر را در بیشینه دمای بخار  $350^{\circ}\text{C}$  متوقف کنید، چون استفاده طولانی از بالن تقطیر در دمای بیش از  $350^{\circ}\text{C}$  و فشار کم‌تر از ۱ kPa ممکن است منجر به تغییر شکل بالن در اثر حرارت شود. در این حالت، بالن را پس از استفاده، کنار بگذارید. می‌توانید از بالنی با جنس کوارتز استفاده کنید.

**یادآوری-** در صورت ترک خوردن بالن در طول آزمون یا طی مرحله سرد شدن، استفاده از جریان آرام کربن دی‌اکسید، برای سرد کردن بالن و جلوگیری از آتش‌سوزی ترجیح داده می‌شود.

**۱۰-۱۲** دمای تله سرد را که قبل از منبع خلأ قرار گرفته، به دمای محیط برسانید. حجمی از محصولات سبک جمع شده در تله را بازیابی کنید و آن را اندازه‌گیری و یادداشت نمایید.

**۱۰-۱۳** ظرف جمع‌آوری را جدا کرده و سپس آن را تخلیه و برای انجام چرخه پاک‌سازی، دوباره در درون دستگاه قرار دهید و یا ظرف دیگری را جایگزین آن کرده و از آن استفاده کنید. بالن را بردارید و بالن دیگری پر از یک حلال پاک‌کننده (یادآوری بند ۱۰-۱۳ را مشاهده کنید) را جایگزین آن کنید. عمل تقطیر را در فشار اتمسفری انجام داده تا دستگاه تمیز شود. پس از تمیز شدن دستگاه، بالن و ظرف جمع‌آوری را بردارید و با جریان آرام هوا یا نیتروژن، دستگاه را خشک کنید. می‌توانید از تولوئن یا سیکلوهگزان به‌عنوان حلال پاک‌کننده، استفاده نمایید.

## ۱۱ محاسبات و گزارش آزمون

**۱۱-۱** دماهای بخار مشاهده‌شده را با استفاده از معادلات ارائه‌شده در پیوست چ، به دماهای اتمسفر تبدیل کنید.

**۱۱-۲** دماهای معادل اتمسفری را برحسب نزدیک‌ترین درجه سلسیوس، مربوط به درصد حجمی مایع بازیافت شده در ظرف جمع‌آوری، گزارش کنید. هم‌چنین مشخصات نمونه، چگالی (بند ۸-۳ را مشاهده کنید)، مقدار کل مایع تقطیر و بازیافت شده در ظرف جمع‌آوری و تله سرد (قبل از منبع خلأ)، هرگونه پدیده غیرعادی، نظیر کف‌کردن یا سررفتن و اقداماتی که برای رفع مشکل انجام‌شده است را گزارش نمایید.

## ۱۲ دقت و اریبی<sup>۱</sup>

### ۱-۱۲ دقت

دقت این روش آزمون با استفاده از اطلاعات به‌دست‌آمده از یک برنامه آزمایشگاهی مشترک، شامل ۹ آزمایشگاه و انجام آزمون بر روی ۸ نمونه، در سال ۱۹۸۳ تعیین گردید. در این برنامه، یک آزمایشگاه از دستگاه تحلیل‌گر تقطیر در خلأ خودکار استفاده کرده و نتایج به‌دست‌آمده از این تجهیزات، شامل داده‌های مورد‌استفاده در این بیان دقت است. بیان دقت برای این روش آزمون به‌صورت زیر است:



۱۲-۱-۱ تکرارپذیری- اختلاف بین دو نتیجه آزمون متوالی، برحسب °C، به دست آمده توسط یک آزمونگر با استفاده از وسایل یکسان، تحت شرایط عملیاتی یکسان بر روی مواد آزمون یکسان، در طولانی مدت، با اجرای معمول و صحیح این روش آزمون، می تواند تنها در یک مورد از هر ۲۰ مورد از مقادیر مشخص شده در جدول ۲ بیش تر شود.

۱۲-۱-۲ تجدید پذیری- اختلاف بین دو نتیجه آزمون منفرد و مستقل، برحسب °C، به دست آمده به وسیله آزمونگرهای مختلف که در آزمایشگاه های متفاوت کار می کنند، بر روی مواد آزمونی یکسان، در طولانی مدت، با اجرای معمول و صحیح این روش آزمون، می تواند تنها در یک مورد از هر ۲۰ مورد از مقادیر مشخص شده در جدول ۲ بیش تر شود.

۱۲-۱-۳ سرعت تغییر دماهای معادل اتمسفری برحسب °C، نسبت به درصد حجمی مایع بازیافت شده به صورت % c/v نشان داده شده می شود. در هر نقطه بین نقاط % ۱۰ و % ۹۰ فرض می شود که این مقدار متوسط % c/v، مربوط به دو نقطه قبل و بعد از نقطه مورد نظر باشد. در هیچ حالتی فاصله این دو نقطه نباید بیش از % ۲۰ بازیافت باشد. به استثناء نقطه % ۵ که در آن فاصله نباید بیش از % ۱۰ باشد. مثال پیوست ح را ببینید.

۱۲-۲ مقادیر دقت ذکر شده در جدول ۲، از معادلات زیر به دست می آیند. به منظور محاسبه دقت مقادیر % c/v که در جدول بیان نشده اند، از این معادلات استفاده کنید.

۱۲-۲-۱ تکرارپذیری (r) را می توان با استفاده از معادله زیر محاسبه کرد:

$$r = \frac{M[s \cdot \exp(a + b \cdot \ln(1.8s))]}{1.8} \quad (1)$$

که در آن:

r: تکرارپذیری برحسب درجه سلسیوس (AET)؛

e: پایه تابع لگاریتمی طبیعی معادل تقریباً ۲٫۷۱۸۲۸۱۸۲۸؛

and a, b, M: ثابت های حاصل از بند ۱۲-۵-۱؛

S: سرعت تغییرات دما برحسب درجه سلسیوس (AET) نسبت به درصد حجمی بازیافت شده.

۱۲-۲-۲ تجدید پذیری (R) را می توان با استفاده از معادلات زیر محاسبه کرد:

$$R = \frac{M'[s \cdot \exp(a' + b' \cdot \ln(1.8s))]}{1.8} \quad (2)$$

که در آن:

R: تجدید پذیری برحسب درجه سلسیوس (AET)؛

a', b', M': ثابت های به دست آمده از بند ۱۲-۵-۲؛

S: سرعت تغییرات دما برحسب درجه سلسیوس (AET) نسبت به درصد حجمی بازیافت شده.

۱۲-۲-۳ به مثال پیوست ه، مراجعه کنید.

۳-۱۲ برای محاسبه دقت، در فشارهای ۰٫۱۳ kPa تا ۱٫۳ kPa (۱ mm Hg تا ۱۰ mm Hg) از ثابت‌های محاسبه‌شده توسط درون‌یابی خطی که در بند ۱-۵-۱۲ و ۲-۵-۱۲ آورده شده، استفاده کنید.

۴-۱۲ اریبی - هیچ ماده مرجع مناسبی برای تعیین اریبی در این روش آزمون وجود ندارد.

۵-۱۲ ثابت‌های موردنیاز برای انجام محاسبات - جدول ۲ را مشاهده کنید.

۱-۵-۱۲ ثابت‌های موردنیاز برای محاسبه تکرارپذیری (F):

۱-۱-۵-۱۲ در ۰٫۱۳ kPa (۱ mm Hg):

نقطه پایانی	حجم بازیافت شده		نقطه جوش اولیه	مقطع زمانی ثابت‌ها
	(۶۰ - ۹۵) %	(۵ - ۵۰) %		
۰٫۷۱۸	۰٫۴۳۹	۰٫۴۳۹	۲٫۳۷۲	a
۰	۰٫۲۴۱	۰٫۲۴۱	۰	b
۲٫۹	۳٫۰	۲٫۹	۲٫۹	M

۲-۱-۵-۱۲ در ۱٫۳ kPa (۱۰ mm Hg):

نقطه پایانی	حجم بازیافت شده		نقطه جوش اولیه	مقطع زمانی ثابت‌ها
	(۶۰ - ۹۵) %	(۵ - ۵۰) %		
۱٫۵۲۱	۰٫۲۴۰	۰٫۲۴۰	۲٫۲۴۶	a
۰	۰٫۳۵۰	۰٫۳۵۰	۰	b
۲٫۸	۲٫۹	۲٫۸	۲٫۸	M

۲-۵-۱۲ ثابت‌های موردنیاز برای محاسبه تجدید پذیری (R):

۱-۲-۵-۱۲ در ۰٫۱۳ kPa (۱ mm Hg):

نقطه پایانی	حجم بازیافت شده		نقطه جوش اولیه	مقطع زمانی ثابت‌ها
	(۶۰ - ۹۵) %	(۵ - ۵۰) %		
۲٫۹۳۱	۰٫۸۱۵	۱٫۳۸۸	۳٫۵۱۲	a'
۰	۰٫۶۳۹	۰٫۶۳۹	۰	b'
۳٫۰	۳٫۳	۳٫۳	۳٫۰	M'

۲-۲-۵-۱۲ در ۱٫۳ kPa (۱۰ mm Hg):

نقطه پایانی	حجم بازیافت شده		نقطه جوش اولیه	مقطع زمانی ثابت‌ها
	(۶۰ - ۹۵) %	(۵ - ۵۰) %		
۲٫۸۱۵	۱٫۱۹۰	۱٫۴۱۵	۳٫۴۲۴	a'
۰	۰٫۴۰۹	۰٫۴۰۹	۰	b'
۲٫۹	۳٫۱	۳٫۲	۲٫۹	M'

## ۱۲-۶ دقت (بیو دیزل)

دقت این روش آزمون، زمانی که برای بیو دیزل<sup>۱</sup> (FAME) به کار می‌رود، از طریق بررسی آماری نتایج آزمون بین آزمایشگاهی، به دست آمده و به صورت زیر بیان می‌شود:

**۱۲-۶-۱ تکرارپذیری** - اختلاف بین دو نتیجه آزمون متوالی به دست آمده توسط یک آزمونگر با استفاده از وسایل یکسان تحت شرایط عملیاتی یکسان بر روی مواد آزمون یکسان، در طولانی مدت، با اجرای معمول و صحیح این روش آزمون، می‌تواند تنها در یک مورد از هر ۲۰ مورد از مقادیر مشخص شده در جدول ۳ بیش تر شود.

**۱۲-۶-۲ تجدید پذیری** - اختلاف بین دو نتیجه آزمون منفرد و مستقل به دست آمده به وسیله آزمونگرهای مختلف که در آزمایشگاه‌های متفاوت کار می‌کنند، بر روی مواد آزمون یکسان، در طولانی مدت، با اجرای معمول و صحیح این روش آزمون، می‌تواند تنها در یک مورد از هر ۲۰ مورد از مقادیر مشخص شده در جدول ۳ بیش تر شود.

**یادآوری ۱** - درجه آزادی به کاررفته در این مطالعه بین آزمایشگاهی جهت تخمین مقدار تجدید پذیری، برای به دست آوردن دقت این روش آزمون (برای بیو دیزل) در نقطه جوش اولیه برابر با ۲۲ است. از آنجایی که کمینه مقدار لازم (بر اساس روش آزمون استاندارد ASTM D6300) ۳۰ می‌باشد، به دست نیامده است، کاربران باید این را در نظر بگیرند که مقدار واقعی تجدید پذیری ممکن است به مقدار قابل توجهی با این تخمین‌ها اختلاف داشته باشند.

**یادآوری ۲** - درجه آزادی به کاررفته در این مطالعه بین آزمایشگاهی جهت تخمین مقدار تجدید پذیری، برای به دست آوردن دقت این روش آزمون (برای بیو دیزل) در مقدار بازیافت  $(50-55)\%$  برابر با ۱۸ است. از آنجایی که کمینه مقدار لازم (بر اساس روش آزمون استاندارد ASTM D6300) ۳۰ می‌باشد، به دست نیامده است، کاربران باید این را در نظر بگیرند که مقدار واقعی تجدید پذیری ممکن است به مقدار قابل توجهی با این تخمین‌ها اختلاف داشته باشند.

**یادآوری ۳** - درجه آزادی به کاررفته در این مطالعه بین آزمایشگاهی جهت تخمین مقدار تجدید پذیری، برای به دست آوردن دقت این روش آزمون (برای بیو دیزل) در مقدار بازیافت  $(95-60)\%$  برابر با ۲۵ است. از آنجایی که کمینه مقدار لازم (بر اساس روش آزمون استاندارد ASTM D6300) ۳۰ می‌باشد، به دست نیامده است، کاربران باید این را در نظر بگیرند که مقدار واقعی تجدید پذیری ممکن است به مقدار قابل توجهی با این تخمین‌ها اختلاف داشته باشند.

**یادآوری ۴** - درجه آزادی به کاررفته در این مطالعه بین آزمایشگاهی جهت تخمین مقدار تجدید پذیری، برای به دست آوردن دقت این روش آزمون (برای بیو دیزل) در نقطه جوش نهایی برابر با ۱۴ است. استاندارد ASTM D6300 انتشار درجه آزادی کم‌تر از ۱۵ را برای تخمین مقدار دقت توصیه نمی‌کند، زیرا اطمینان‌پذیری این چنین تخمینی به شدت سؤال برانگیز خواهد بود.

جدول ۲- دقت

تجدید پذیری				تکرار پذیری				معیار فشار
(۱۰ mm Hg) ۱,۳ kPa		(۱ mm Hg) ۰,۱۳ kPa		(۱۰ mm Hg) ۱,۳ kPa		(۱ mm Hg) ۰,۱۳ kPa		
۴۹		۵۶		۱۵		۱۷		نقطه جوش اولیه نقطه پایانی
۲۷		۳۱		۷,۱		۳,۳		
(۶۰-۹۰)٪	(۵-۵۰)٪	(۶۰-۹۰)٪	(۵-۵۰)٪	(۶۰-۹۰)٪	(۵-۵۰)٪	(۶۰-۹۰)٪	(۵-۵۰)٪	درصد حجمی مایع بازیافت شده $\frac{C}{V}$ ٪
۵,۴	۷,۰	۳,۹	۶,۵	۲,۰	۱,۹	۲,۵	۲,۴	۰,۵
۷,۲	۹,۳	۶,۰	۱۰	۲,۵	۲,۴	۳,۰	۲,۹	۱,۰
۸,۵	۱۱	۷,۸	۱۳	۲,۹	۲,۸	۳,۳	۳,۲	۱,۵
۹,۶	۱۲	۹,۴	۱۶	۳,۲	۳,۱	۳,۵	۳,۴	۲,۰
۱۱	۱۴	۱۱	۱۸	۳,۵	۳,۳	۳,۷	۳,۶	۲,۵
۱۱	۱۵	۱۲	۲۱	۳,۷	۳,۶	۳,۹	۳,۸	۳,۰
۱۲	۱۶	۱۳	۲۳	۳,۹	۳,۸	۴,۰	۳,۹	۳,۵
۱۳	۱۶	۱۵	۲۵	۴,۱	۳,۹	۴,۲	۴,۰	۴,۰
۱۳	۱۷	۱۶	۲۷	۴,۳	۴,۱	۴,۳	۴,۱	۴,۵
۱۴	۱۸	۱۷	۲۹	۴,۴	۴,۳	۴,۴	۴,۲	۵,۰
۱۵	۱۹	۱۸	۳۰	۴,۶	۴,۴	۴,۵	۴,۳	۵,۵
۱۵	۱۹	۱۹	۳۲	۴,۷	۴,۵	۴,۶	۴,۴	۶,۰
۱۶	۲۰	۲۰	۳۴	۴,۸	۴,۷	۴,۷	۴,۵	۶,۵
۱۶	۲۱	۲۱	۳۵	۵,۰	۴,۸	۴,۸	۴,۶	۷,۰
۱۶	۲۱	۲۲	۳۷	۵,۱	۴,۹	۴,۸	۴,۷	۷,۵
۱۷	۲۲	۲۳	۳۸	۵,۲	۵,۰	۴,۹	۴,۸	۸,۰
۱۷	۲۲	۲۴	۴۰	۵,۳	۵,۱	۵,۰	۴,۸	۸,۵
۱۸	۲۳	۲۵	۴۱	۵,۴	۵,۲	۵,۱	۴,۹	۹,۰
۱۸	۲۳	۲۵	۴۳	۵,۵	۵,۳	۵,۱	۵,۰	۹,۵
۱۹	۲۴	۲۶	۴۴	۵,۶	۵,۴	۵,۲	۵,۰	۱۰,۰
۱۹	۲۴	۲۷	۴۶	۵,۷	۵,۵	۵,۲	۵,۱	۱۰,۵
۱۹	۲۵	۲۸	۴۷	۵,۸	۵,۶	۵,۳	۵,۱	۱۱,۰
۲۰	۲۵	۲۹	۴۸	۵,۹	۵,۷	۵,۴	۵,۲	۱۱,۵
۲۰	۲۶	۳۰	۵۰	۶,۰	۵,۸	۵,۴	۵,۲	۱۲,۰
۲۰	۲۶	۳۰	۵۱	۶,۱	۵,۹	۵,۵	۵,۳	۱۲,۵
۲۱	۲۷	۳۱	۵۲	۶,۲	۶,۰	۵,۵	۵,۳	۱۳,۰
۲۱	۲۷	۳۲	۵۴	۶,۳	۶,۰	۵,۶	۵,۴	۱۳,۵
۲۱	۲۷	۳۳	۵۵	۶,۳	۶,۱	۵,۶	۵,۴	۱۴,۰
۲۲	۲۸	۳۳	۵۶	۶,۴	۶,۲	۵,۷	۵,۵	۱۴,۵
۲۲	۲۸	۳۴	۵۷	۶,۵	۶,۳	۵,۷	۵,۵	۱۵,۰

یادآوری- اعداد جدول مربوط به دمای معادل اتمسفری بر حسب درجه سلسیوس هستند.

۱۲-۶-۳ این بیان دقت از یک برنامه آزمون مشترک بین آزمایشگاهی در سال ۲۰۱۲ به دست آمده است. در مجموع در این آزمایش، ۹ آزمایشگاه شرکت کرده و از دستگاه‌های مختلف خودکار موجود در این روش آزمون، از دستگاه‌های خودکار و دستی تحلیل‌گر برای آزمون ۱۱ مجموعه نمونه، تشکیل شده از ۸ درجه سوخت زیستی خاص (به دست آمده از سویا، کلزا<sup>۱</sup>، پیه<sup>۲</sup> و روغن زرد<sup>۳</sup>)، دو ترکیب مخلوط شده از بیو دیزل (به دست آمده از سویا و پیه) و یک نمونه از روغن خردل<sup>۴</sup>، استفاده شده است. گستره دمایی این عملیات تقطیر از ۲۷۴°C تا ۴۰۰°C می‌باشد. اطلاعات انواع نمونه‌ها و میانگین نقطه انجماد هر کدام از آن‌ها در گزارش پژوهشی موجود بوده و در دفتر مرکزی ASTM قابل دسترسی است.

### ۱۲-۷ اریبی (بیو دیزل)

از آنجایی که هیچ ماده مرجع معتبر و یا روش آزمایش قابل قبولی برای تعیین میزان اریبی در این روش آزمون وجود ندارد، لذا مقدار اریبی، قابل سنجش نیست.

جدول ۳- دقت (بیو دیزل) در ۱/۳ kPa (۱۰ mm Hg)

دقت برای بیو دیزل بر حسب (°C)	نقطه جوش اولیه	٪ (۵۰ - ۵)	٪ (۹۵ - ۶۰)	نقطه پایانی	گستره دمایی
تکرارپذیری (r)	۳۹	۲٫۱	۲٫۱	۲۴	۲۷۴ - ۴۰۰
تجدید پذیری (R)	۸۹	۵٫۵۵	۴٫۶۴	۶۸	۲۷۴ - ۴۰۰

- 
- 1- Canola
  - 2- Tallow
  - 3- Yellow Grease
  - 4- Mustard Oil

## پیوست الف

(الزامی)

### روش واسنجی حس‌گرهای دما

#### الف-۱ اصول کار

در این پیوست، به واسنجی اساسی حس‌گر دمای بخار با استفاده از استانداردهای دمایی اولیه اشاره می‌گردد تا از بروز مشکلات ناشی از به کار بردن مراجع دمایی ثانویه جلوگیری شود. به‌منظور واسنجی دیگر حس‌گرهای دمایی نیز می‌توان از این پیوست استفاده کرد.

**الف-۲** حس‌گرها باید در هنگام اولین استفاده و هرگاه که حس‌گر یا ابزار همراه آن مورد تعمیر قرار می‌گیرند، در محدوده کامل دمایی واسنجی شوند. حس‌گرهای مورد استفاده برای دمای بخار، باید ماهانه در یک یا چند دما کنترل گردند.

**الف-۳** حس‌گرها و ابزار همراه آن را با ثبت نقاط انجماد آب و فلزات خالص انتخاب‌شده و مخلوط‌های فلزی ذکر شده در بند ج-۶ واسنجی کنید.

#### الف-۴ دستگاه

دستگاه مناسب برای این منظور در شکل الف-۱ نشان داده شده است. برای تعیین نقطه انجماد آب نیز می‌توان از یک بالن دوئز<sup>۱</sup> که دست‌کم با ۵۰٪ یخ خردشده در آب، پر شده، استفاده نمود.

#### الف-۵ روش کار

**الف-۵-۱** برای حس‌گرهایی که محکم در جایگاه دماسنج قرار نمی‌گیرند، مقدار کافی روغن سیلیکون یا مایع بی‌اثر دیگر را در جایگاه بریزید تا تماس فیزیکی خوبی بین حس‌گر و نوک جایگاه ایجاد شود. حس‌گرهایی که به‌خوبی در تماس با نوک جایگاه دماسنج هستند، می‌توانند به همان صورت واسنجی شوند.

**الف-۵-۲** حدود ۰٫۳ ml روغن سیلیکون را در درون جایگاه دماسنج حمام نقطه ذوب بریزید و حس‌گرها را در آن قرار دهید تا واسنجی شوند. روغن باید نوک حس‌گرها را بپوشاند.

**الف-۵-۳** حمام نقطه ذوب را تا دمای ۵°C تا ۱۰°C بالاتر از نقطه ذوب فلز درون آن، گرم کنید و آن را به مدت پنج دقیقه در این دما نگه‌دارید تا مطمئن شوید همه فلز درون آن ذوب شده است.

---

1- Dewar Flask

الف-۵-۴ حرارت دادن حمام نقطه ذوب را متوقف و منحنی سرد شدن را مشاهده و رسم کنید. توصیه می‌شود، از یک ثبت‌کننده نمودار با نوار کاغذی استفاده کنید. هنگامی که منحنی سرد شدن، قسمتی مسطح با دمای ثابت را به مدت دست کم یک دقیقه نشان دهد، دمای قسمت مسطح، به‌عنوان دمای واسنجی پذیرفته می‌شود.

الف-۵-۵ در صورت نیاز، برای به دست آوردن دمای صحیح، مقادیر اصلاحی را به عدد خوانده‌شده اضافه کنید. به‌منظور درون‌یابی می‌توان یک نمودار مقادیر اصلاحی، برحسب دما را رسم نمود. در مورد دستگاه‌های خودکار، مقادیر اصلاحی، باید برای عدد خوانده‌شده اعمال شود و قابلیت تنظیم داشته باشند.

الف-۵-۶ اگر قسمت مسطح منحنی انجماد خیلی کوتاه باشد، می‌توان با اعمال گرما، در طول دوره سرد شدن، آن را افزایش داد. مراقب باشید که احتمال آلوده شدن یا بیش‌ازحد اکسید شدن حمام فلز وجود دارد. در این حالت، فلز را تعویض کنید.

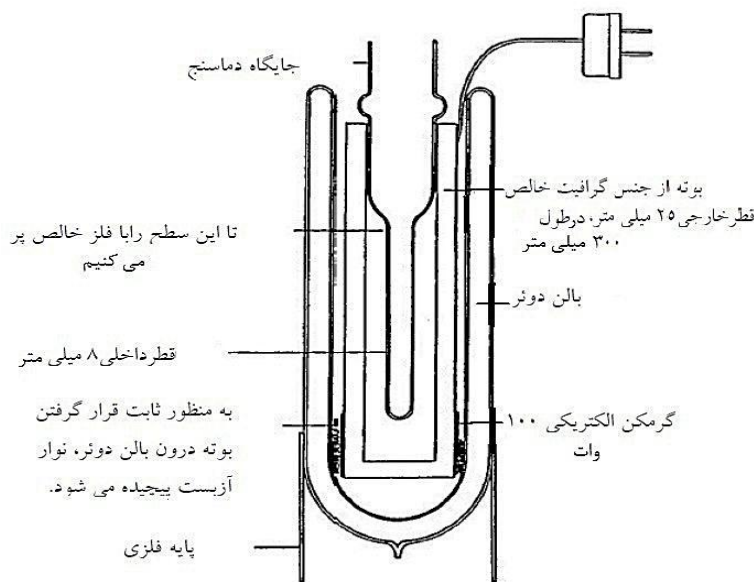
## الف-۶ مواد

الف-۶-۱ آب مقطر - با خلوص آزمایشگاهی از نوع درجه ۳، بیان شده در استاندارد ملی شماره ۱۷۲۸ و با نقطه انجماد صفر درجه سلسیوس.

الف-۶-۲ مخلوط فلزات - ۵۰ درصد وزنی قلع (Sn)، ۳۲ درصد وزنی سرب (Pb)، ۱۸ درصد وزنی کادمیم (Cd) - با نقطه انجماد  $145,0^{\circ}\text{C}$ .

الف-۶-۳ قلع - ۱۰۰ درصد با نقطه انجماد  $231,9^{\circ}\text{C}$ .

الف-۶-۴ سرب - ۱۰۰ درصد با نقطه انجماد  $327,4^{\circ}\text{C}$ .



شکل الف-۱ حمام نقطه ذوب برای استانداردهای دما

## پیوست ب

(الزامی)

### روش تعیین زمان پاسخ دما

#### ب-۱ هدف

هدف از ارائه این پیوست، تعیین زمان پاسخ دما بر مبنای سرعت سرد شدن حس گر، تحت شرایط معین است.

#### ب-۲ اهمیت و کاربرد

این روش برای اطمینان از پاسخ سریع حس گر به تغییرات دما به کار می رود، به طوری که هیچ خطای قابل توجهی در اثر تأخیر زمان پاسخگویی حس گر، در منحنی (با افزایش سریع دما) به وجود نیاید.

ب-۲-۱ این روش در شرایط فشار کمینه و هنگامی که محتوای حرارتی بخار، کمینه باشد، دارای بیشترین اهمیت است.

#### ب-۳ روش کار

ب-۳-۱ یک بشر یک لیتری، محتوی آب را روی اجاق برقی گذاشته و جایگاه دماسنج شیشه‌ای را به صورت عمودی در آب قرار دهید. دمای آب را در  $(5 \pm 90)^\circ\text{C}$  ثابت نگه دارید.

ب-۳-۲ حس گر را به وسیله مناسبی که ترجیحاً دارای صفحه بازخوانی رقمی، با قابلیت قرائت تا  $1.0^\circ\text{C}$  است متصل کنید. هم‌چنین می‌توانید حس گر را به ثبت‌کننده نمودار، دارای نوار کاغذی، با دامنه مناسب که اجازه درونیابی تا  $0.1^\circ\text{C}$  را بدهد، وصل کنید. برای سهولت در خواندن، سرعت نمودار را کمینه بر روی  $30\text{ cm/h}$  تنظیم کنید.

ب-۳-۳ حس گر را در درون منفذ موجود در مرکز یکی از طرفین جعبه مقوایی مکعبی شکلی که هر ضلع آن حدود  $30\text{ cm}$  است، وارد کنید. حس گر باید با محکم کردن محل اتصال در منفذ، در جای خود نگه‌داشته شود. دمای داخل جعبه را در صورت ثابت شدن، یادداشت کنید.

ب-۳-۴ حس گر را بیرون آورده و آن را در داخل جایگاه دماسنج، در درون بشر آب قرار دهید. پس از این که دمای حس گر به  $80^\circ\text{C}$  رسید، آن را بیرون آورده و به سرعت داخل سوراخ جعبه قرار دهید.

ب-۳-۵ فاصله زمانی موردنیاز حس گر، برای سرد شدن از  $30^\circ\text{C}$  بیش‌تر تا  $5^\circ\text{C}$  بیش‌تر از دمای یادداشت شده در بند ب-۳-۳ را با یک زمان‌سنج مشاهده و یا روی ثبت‌کننده نمودار یادداشت کنید.

ب-۳-۶ فاصله زمانی بیش از دویست ثانیه موردقبول نمی‌باشد.



## پیوست پ

(الزامی)

### روش واسنجی خلأ سنجها

#### پ-۱ اساس کار

واسنجی حس گرهای خلأ، بر مبنای کاربرد اندازه گیر مکلود صورت می گیرد که تنها اندازه گیر اولیه سودمند و مناسب برای این دامنه فشار است.

**یادآوری-** اساس ساختار اندازه گیرهای مکلود، به خوبی معین شده اند. ابعاد و رواداری یک اندازه گیر که به درستی کار می کند، طبق ویژگی های ذکر شده در بند ۶-۱-۵ برای دامنه فشار از ۰٫۱ kPa تا ۵ kPa عبارت اند از:

طول لوله موئین ml ۲۰۰ با رواداری  $\pm ۵$ ، قطر لوله موئین ml ۲٫۷ (با دقت ml ۰٫۰۰۲)، حجم حباب به علاوه حجم لوله موئین ml ۱۰٫۵ با رواداری  $\pm ۵$  (با دقت ml ۰٫۰۵).

این اندازه گیر با تنظیم سطح جیوه در بازوی فشار دستگاه تا نقطه ی روبروی انتها بسته لوله موئین، به بهترین صورت استفاده می شود. فشار سیستم با استفاده از معادله زیر محاسبه می گردد:

$$P = \frac{Kbh^2}{(v-bh)} \quad (۱)$$

که در آن:

$K$ : ۱۳۳/۳۲، ضریب تبدیل دارای بُعد برای تبدیل ml به N/m<sup>2</sup>؛

$P$ : فشار سیستم بر حسب pa؛

$b$ : حجم لوله موئین در واحد طول بر حسب ml/mm؛

$h$ : طول لوله موئین که با جیوه پر نشده بر حسب mm؛

$V$ : مجموع حجم حباب و لوله بر حسب ml.

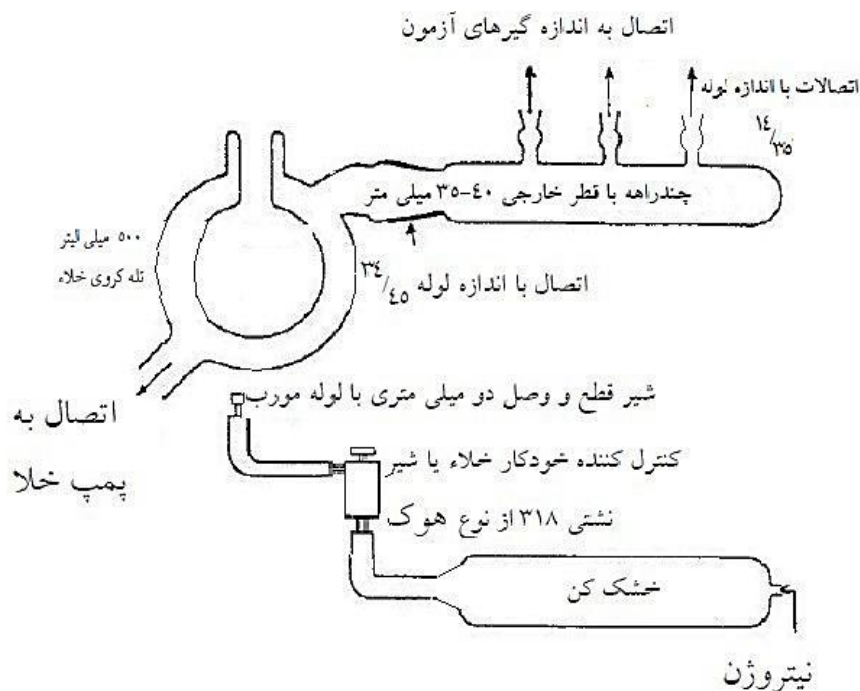
این معادله شامل عبارت تصحیح<sup>۱</sup> بوده و زمانی مورد نیاز است که فشار سیستم، بخش زیادی از طول لوله موئین است که با جیوه پر نشده باشد. یک ویژگی برای تعیین عملکرد موفق این اندازه گیر، تعیین طول لوله موئین پر نشده با جیوه، برای اندازه گیری فشار سیستم در دامنه ۱۰۰ pa تا ۲۰۰ pa (۰٫۷۵ mm Hg تا ۱٫۵ mm Hg) با دقت ۰٫۲ mm می باشد. در فشارهای ۰٫۲ Kpa تا ۲ Kpa (۱٫۵ mm Hg تا ۱۵ mm Hg)، دقت ۰٫۵ mm در این اندازه گیری کافی می باشد.

#### پ-۲ دستگاه واسنجی خلأ سنج

پیکربندی مناسب دستگاه آزمون، در شکل پ-۱ نشان داده شده است. این سیستم باید قادر به نگهداری فشار ثابت، در حدود یک درصد فشار مورد نیاز، برای فشارهای ۱ Kpa و بالاتر و در حدود ۰٫۰۱ Kpa برای فشارهای زیر ۱ Kpa باشد.

پ-۲-۱ زمانی که اندازه گیر مک لود، به عنوان اندازه گیر استاندارد استفاده می گردد، باید پیش از پر کردن مجدد با جیوه تمیز، در فشار کمتر از ۰٫۰۱ Kpa، داغ و خالی شود و از قرار گرفتن در معرض رطوبت (نظیر هوای اتمسفری) حفاظت گردد. برای احتیاط توصیه می شود از دو اندازه گیر مک لود با دامنه های فشار متفاوت استفاده شود. اگر در فشار آزمون، هر دو اندازه گیر نتایج یکسان ارائه دهند، این امر نشانه این است که سیستم، عاری از رطوبت و سایر مواد قابل میعان است.

هشدار- جیوه، ماده ای سمی است و تنفس یا بلع آن مضر یا مهلک است.



شکل پ-۱ واسنجی خلأ سنجها

### پ-۳ روش کار

پ-۳-۱ جهت انجام آزمون، یک چند راهه، طبق شکل پ-۱ تهیه کنید.

پ-۳-۲ اطمینان حاصل کنید که چند راهه آزمون، فاقد نشت باشد و بتواند فشار ثابت مورد نیاز را تأمین کند. یک آزمون مناسب برای نشت یابی، رساندن فشار به کمتر از ۰٫۱ Kpa و خارج کردن پمپ از مدار است.

اگر تغییر فشار داخل دستگاه در طول کمینه یک دقیقه از ۰٫۰۱ Kpa بیش تر نشود، دستگاه از نظر نشتی، قابل قبول است.

پ-۳-۳ به منظور انجام واسنجی، خلأ سنج‌های اولیه و سایر وسایل اندازه‌گیری را به هم متصل کرده، فشار مورد نیاز آزمون را تنظیم کنید و آزمون نهایی نشت‌یابی را طبق بند فوق انجام دهید.

پ-۳-۴ فشارهای نشان داده شده توسط همه اندازه‌گیرها را هم‌زمان، بخوانید و یادداشت کنید.

پ-۳-۵ روش فوق را در فشارهای ۰٫۱۳ Kpa، ۱٫۳ Kpa و ۶٫۷ Kpa (۱ mm Hg، ۱۰ mm Hg، ۵۰ mm Hg) تکرار کنید.

پ-۳-۶ برای هر وسیله اندازه‌گیری مورد آزمون، نمودار مقادیر اصلاحی را برحسب فشار تهیه کنید. این نمودار در صورت لزوم می‌تواند برای درون‌یابی استفاده شود.

## پیوست ت

(الزامی)

### سیستم تنظیم فشار

ت-۱ توضیحات زیر به عنوان مثالی مناسب از یک سیستم تنظیم فشار پیشنهاد می‌گردد:

یک پمپ خلأ با کارایی پایین و ظرفیت بالا را به یکی از دو مخزن موج‌گیر که هر یک دارای ظرفیت ده تا بیست لیتر بوده و به صورت سری قرار گرفته‌اند، متصل کنید. یک شیر برقی<sup>۱</sup> یا تنظیم‌کننده‌ای از نوع دیگر، در محل اتصال بین دو مخزن نصب کنید، به صورتی که مخزن اول در فشار پمپ و مخزن دوم در فشار دستگاه تقطیر نگه‌داشته شود.

ت-۱-۱ با استفاده از دستگاهی، ورود نرخ جریان ملایمی را به مخزن دوم برقرار کنید تا کنترل‌گرها در فواصل زمانی منظم، کار کنند و عملکرد یکنواختی فراهم شود.

اگرچه تجربه نشان داده است که جریان باید در کم‌ترین مقدار ممکن نگه‌داشته شود تا از خروج بخارات، از محل اتصال فشارسنج در بالای ستون، جلوگیری شود.

ت-۱-۲ خطوط اتصال از مخزن دوم دستگاه تقطیر در خلأ، باید دارای کوتاه‌ترین طول و بیش‌ترین قطر ممکن باشند. کم‌ترین مقدار قطر داخلی ۱۲ mm پیشنهاد می‌گردد.

ت-۱-۳ برای اتصال دستگاه‌های تقطیر چندتایی، می‌توان از یک پمپ بزرگ و یک مخزن موج‌گیر بزرگ دارای فشارپایین استفاده کرد. چندین مخزن کوچک‌تر که در فشارهای تقطیر مختلف کار می‌کنند را می‌توان با تنظیم‌کننده‌های جداگانه فشار، به مخزن موج‌گیر بزرگ دارای فشارپایین متصل کرد.

از چیدمان‌های دیگر، مشروط به این‌که فشار را در محدوده مشخص شده در بند ۶-۱-۷ ثابت نگه دارند، نیز می‌توان استفاده کرد.

یادآوری- اگر از شیر برقی یا تنظیم‌کننده الکتریکی دیگری استفاده می‌کنید، یک فشارپا<sup>۲</sup> مناسب، موردنیاز است که وسیله تنظیم‌کننده را فعال کند. این وسیله می‌تواند فشار سیستم را در حدود مشخص شده تا حدود ۱ Kpa نگه دارد. به جای یک فشارپا و شیر برقی جداگانه، می‌توان از یک فشارپا کارتیزین<sup>۳</sup> استفاده کرد.

---

1- Solenoid Valve

2- Manostats

3- Cartesian Manostat

## پیوست ث

(الزامی)

### کنترل دستگاه با ماده مرجع

ث-۱ مجموعه دستگاه، شامل اندازه‌گیر فشار (که قبلاً واسنجی شده) و حس‌گر دما و وسایل همراه آن را بررسی کنید تا از نصب و عملکرد صحیح آن مطمئن شوید.

طبق روش آزمون، مراحل را در فشار آزمون مربوط به یک نمونه مشخص یا در دو یا چند فشار مربوط به کنترل عمومی دستگاه، با استفاده از نرمال هگزا دکان یا نرمال تترا دکان، انجام دهید.

ث-۱-۱ اگر از نرمال هگزا دکان استفاده می‌کنید، میانگین دماهای تقطیر به دست آمده در محدوده ۱۰٪ تا ۹۰٪، باید با داده‌های مندرج در جدول ث-۱، مطابقت داشته باشد.

ث-۱-۲ برای مقادیر فشار بالاتر از ۰٫۱ Kpa که در جدول ث-۱، ذکر نشده، محدوده دماهای میانگین برای نرمال هگزا دکان نباید بیش از ۱٫۵°C از دمای T (معادله ث-۱)، انحراف داشته باشد:

$$t = \left[ \frac{1831.316}{(6.14438 - \log p)} \right] - 154.53 \quad (1)$$

که در آن:

P برحسب Kpa و t برحسب °C است.

$$t = \left[ \frac{1831.316}{(7.01944 - \log p)} \right] - 154.53 \quad (2)$$

که در آن:

P برحسب mm Hg و t برحسب °C است.

ث-۱-۳ اگر از نرمال تترا دکان استفاده می‌کنید، میانگین دماهای تقطیر به دست آمده در محدوده ۱۰٪ تا ۹۰٪، باید با داده‌های جدول ث-۱، مطابقت کند.

ث-۱-۴ برای مقادیر فشار بالاتر از ۰٫۱ Kpa که در جدول ث-۱، ذکر شده، محدوده دماهای میانگین برای نرمال تترا دکان نباید بیش از ۱٫۵°C از دمای t<sub>14</sub> معادله زیر انحراف داشته باشد.

$$t_{14} = \left[ \frac{1747.452}{(6.1471 - \log p)} \right] - 168.44 \quad (3)$$

که در آن:

P برحسب Kpa و t برحسب °C است

$$t_{14} = \left[ \frac{1747.452}{(7.02216 - \log p)} \right] - 168.44 \quad (4)$$

که در آن:

$P$  بر حسب mm Hg و  $t$  بر حسب  $^{\circ}\text{C}$  است.

جدول ث-۱- دماهای تقطیر ترکیبات مرجع

محدوده دما بر حسب $^{\circ}\text{C}$		فشار	
نرمال هگزا دکان	نرمال تترا دکان	میلی متر جیوه (mm Hg)	کیلو پاسکال (Kpa)
۱۰۴٫۳ تا ۱۰۷٫۶	۷۸٫۹ تا ۸۱٫۹	۱٫۰	۰٫۱۳
۱۳۳٫۱ تا ۱۳۶٫۴	۱۰۶٫۴ تا ۱۰۹٫۴	۵٫۰	۰٫۶۷
۱۴۷٫۵ تا ۱۵۰٫۸	۱۲۰٫۲ تا ۱۲۳٫۲	۱۰٫۰	۱٫۳۴
۱۶۳٫۳ تا ۱۶۶٫۷	۱۳۵٫۵ تا ۱۳۸٫۵	۲۰٫۰	۲٫۷
۱۸۱٫۱ تا ۱۸۴٫۴	۱۵۲٫۵ تا ۱۵۵٫۵	۴۰٫۰	۵٫۳
۱۸۷٫۲ تا ۱۹۰٫۶	۱۵۸٫۳ تا ۱۶۱٫۳	۵۰٫۰	۶٫۷

## پیوست ج

(الزامی)

### آبزدایی از نمونه و فرونشاندن کف

#### ج-۱ آبزدایی از نمونه

به منظور آبزدایی مناسب از نمونه مورد آزمون، جهت تقطیر، روش زیر پیشنهاد می‌گردد:

مقدار ۳۰۰ ml از نمونه را تا دمای  $80^{\circ}\text{C}$  گرم کنید، ده تا پانزده گرم کلسیم کلراید ذوب شده با مش ۸ تا ۱۲ را به آن بیفزایید و به مدت ده تا پانزده دقیقه به شدت به هم بزنید. اجازه دهید مخلوط (بدون هم‌زدن) سرد شود، سپس لایه روغنی را به وسیله سرریز کردن<sup>۱</sup>، جدا کنید.

#### ج-۲ فرونشاندن کف و جلوگیری از سررفتن نمونه

ج-۲-۱ تمایل نمونه به کف کردن بیش از حد یا سررفتن<sup>۲</sup>، اغلب به عنوان یک مانع جدی برای تقطیر مناسب فرآورده‌های نفتی، تحت خلأ تلقی می‌شود. در برخی موارد، علت، وجود آب یا گازهای حل شده است ولی بسیاری از نمونه‌ها حتی هنگامی که ظاهراً عاری از این آلودگی‌ها هستند، نیز کف می‌کنند. در مورد بهترین روش کاهش کف کردن بیش از حد نمونه به مقادیر قابل کنترل، نظر یکسانی وجود ندارد. روش‌های زیر فقط به عنوان مثال‌هایی موفق پیشنهاد می‌گردد:

#### ج-۲-۲ گاززدایی

در بند ۱۰-۶ روشی به منظور تقویت گاز زدایی، ارائه شده است. برای روغن داخل بالن، سرعت کم کاهش فشار یا افزایش دما یا هر دو، عوامل مهمی در دستیابی به موفقیت در این روش هستند. روش دیگر گاززدایی، پالایه کردن نمونه تحت خلأ، پیش از وزن کردن آن است.

#### ج-۲-۳ استفاده از پشم فولاد<sup>۳</sup>

حدود ده گرم لایه تا شده پشم فولاد (با درجه متوسط) را جدا کنید. تالی آن را باز و آن را به هشت تا ده رشته دراز جدا کنید. هر رشته را جداگانه به درون محتویات بالن بریزید. از محکم به هم فشردن یا تشکیل فضاهای خالی بزرگ جلوگیری کنید. نیمه بالایی بالن را با پشم فولاد پر کنید ولی اجازه ندهید هیچ رشته‌ای بیش از ۶ mm از درون دهانه بالن بیرون بیاید. به صورت دیگر می‌توانید ۰/۵ g تا ۰/۶ g پشم فولاد درجه دو را به صورت پنج توپ بپیچید، به طوری که قطر هر یک ۸ mm تا ۱۰ mm باشد، سپس به درون بالن بریزید.

---

1- Decantation  
2- Bump  
3- Steel Wool

## ج-۲-۴ سنگ جوش<sup>۱</sup>

شامل تکه‌های شکسته صفحه‌های خشک‌کن چینی یا لوله فلزی کوتاه آلاندام<sup>۲</sup> شکسته شده هستند که قبل از شروع تقطیر به درون بالن اضافه می‌شوند. دانه‌های hengar از نوع مسطح، همان‌گونه که در روش اندازه‌گیری نیتروژن کجدالال به کار می‌روند، نیز به‌همین صورت مورد استفاده قرار می‌گیرند. (یادآوری بند ج-۲-۴ را ببینید)

یادآوری- استفاده از وسایل ضد کف ممکن است بر منحنی تقطیر اثر بگذارد، بنابراین کاربرد آن‌ها تنها در مواقعی است که به‌طور قطعی لازم هستند.

## ج-۲-۵ سیالات سیلیکونی

در بسیاری موارد، افزودن یک یا دو قطره از سیال سیلیکونی (با گرانیروی  $350^{\circ}\text{CSt}$ ) به نمونه درون بالن، در فرونشاندن کف، مؤثر است. اگرچه وجود این سیالات ممکن است، در نتایج آزمون‌های تجزیه‌ای انجام‌شده بر روی محصولات حاصل از این روش آزمون، انحراف ایجاد کند، بنابراین در صورت استفاده از این سیالات، در گزارش آن را ذکر کنید.

## ج-۲-۶ آماده‌سازی بالن

برخی از آزمایشگاه‌ها، داخل بالن را قبل از استفاده برای تقطیر، جهت ایجاد سطوح جوشش فعال، آماده می‌کنند. روش مورد استفاده برای این منظور شامل مراحل زیر است:

۱۰۰ mm سدیم هیدروکسید ۳۳٪ را به مدت پانزده تا بیست دقیقه بجوشانید. سپس لایه داخلی ته بالن را با استفاده از بخارهای هیدروفلوئوریک اسید<sup>۳</sup>، خراش دهید و با تزریق کربورانوم<sup>۴</sup> خالص یا شیشه مذاب، لایه داخلی ته بالن را پوشش دهید.

---

1- Boiling Chips  
2- Alundum Thimbles  
3- Hydrofluoric Acid Fumes  
4- Carborundum



## پیوست چ

(الزامی)

### روش تبدیل دماهای بخار مشاهده شده به دماهای معادل اتمسفری (AET)

#### چ-۱ هدف

این روش برای تبدیل دمای واقعی تقطیر که در فشار کم محیط به دست آمده اند، به دمای معادل اتمسفری متناظر با نقطه جوش در فشار اتمسفری (۱۰۱٫۳ Kpa یا ۷۶۰ mmHg) که از معادلات مکسول (Maxwell) و بونل (Bonnell) به دست آمده اند، می باشد.

#### چ-۲ اهمیت و کاربرد

چ-۲-۱ داده های نهایی دماهای معادل اتمسفری، از انجام محاسبات زیر به دست می آیند.

#### چ-۳ محاسبات

چ-۳-۱ با استفاده از معادلات زیر، دمای بخار مشاهده شده را به دمای معادل اتمسفری تبدیل کنید:

$$AET = \frac{748.1A}{[1/(T+273.1)+0.3861A-0.00051606]} - 273 \quad (\text{چ-۱})$$

که در آن:

$AET$ : دمای معادل اتمسفری بر حسب °C؛

$A$ : مقدار به دست آمده از معادله چ-۲،

$T$ : دمای بخار مشاهده شده بر حسب °C.

چ-۳-۱-۱ مقدار عبارت  $A$  با استفاده از معادله چ-۲ یا چ-۳ به دست می آید:

درجایی که فشار سیستم بزرگ تر یا مساوی ۰٫۲۶۶ Kpa باشد.

$$A = \frac{5.143222 - 0.972546 \log_{10} P}{25793.329 - 95.76 \log_{10} P} \quad (\text{چ-۲})$$

که در آن:

$P$ : فشار سیستم بر حسب Kpa؛ و یا

درجایی که فشار سیستم بزرگ تر یا مساوی ۲ mm Hg باشد.

$$A = \frac{5.994295 - 0.972546 \log_{10} P}{2663.129 - 95.76 \log_{10} P} \quad (\text{چ-۳})$$

که در آن:

$P$ : فشار سیستم بر حسب mm Hg.

چ-۱-۲ اگر فشار سیستم کم تر از  $0.7266 \text{ Kpa}$  ( $2 \text{ mm Hg}$ ) باشد، مقدار عبارت  $A$  از معادله چ-۴ یا چ-۵ به دست می آید:

$$A = \frac{5.897249 - 0.987672 \log_{10} P}{2962.909 - 43.00 \log_{10} P} \quad (\text{چ-۴})$$

که در آن:

$P$ : فشار سیستم بر حسب Kpa؛ و یا

$$A = \frac{6.761559 - 0.987672 \log_{10} P}{3000.538 - 43.00 \log_{10} P} \quad (\text{چ-۵})$$

که در آن:

$P$ : فشار سیستم بر حسب mm Hg.

چ-۲-۳ این معادلات تنها برای نمونه‌هایی صدق می‌کنند که دارای ضریب  $K$ - واتسون با رواداری  $(12.0 \pm 0.2)$  باشند. ضریب  $K$ - باید به صورت مفروض، ۱۲ باشد و هرگونه تأثیرات آن نادیده گرفته شود، مگر آن که بر اساس توافق متقابل، برخلاف آن عمل شود.

چ-۳-۳ در صورت نیاز به مقادیر اصلاحی، ضریب  $K$ - را با استفاده از معادله چ-۶ به دست می آید:

$$K = \frac{\sqrt[3]{1.8(B+273.1)}}{D} \quad (\text{چ-۶})$$

که در آن:

$B$ : میانگین نقطه جوش بر حسب  $^{\circ}\text{C}$ ؛

$D$ : چگالی نسبی در  $^{\circ}\text{C}$  (۱۵/۶ / ۱۵/۶).

چ-۱-۳-۳ به صورت پیش فرض، هم نقطه میانی دمای بخار نمونه و هم نقطه میانی تقطیر نمونه به دست آمده به روش سوانگاری گازی، می تواند به عنوان میانگین نقطه جوش، استفاده شود.

چ-۲-۳-۳ برای به دست آوردن تخمینی از مقدار ضریب  $K$ - می توان از شکل چ-۱ استفاده کرد.

چ-۴-۳-۳ مقادیر اصلاحی، جهت استفاده در به دست آوردن دمای معادل اتمسفری، از معادله چ-۷ به دست می آید:

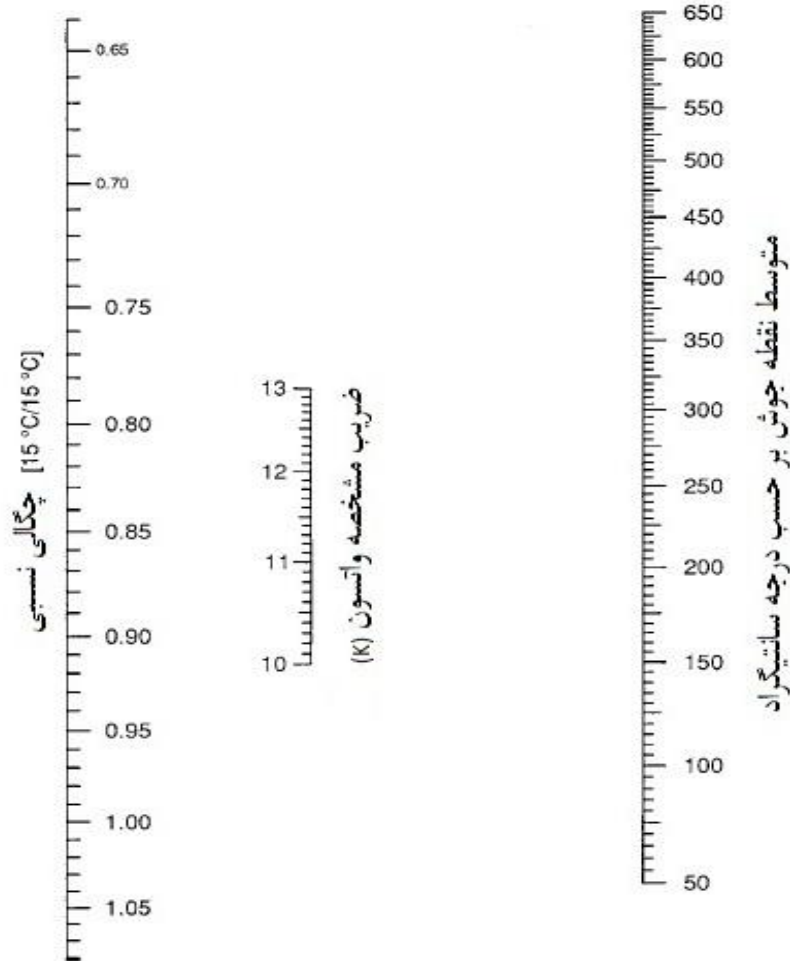
$$t = -1.4[k - 12][\log_{10} \left(\frac{p_a}{p_0}\right)] \quad (\text{چ-۷})$$

$t$ : مقدار اصلاح شده بر حسب  $^{\circ}\text{C}$ ؛

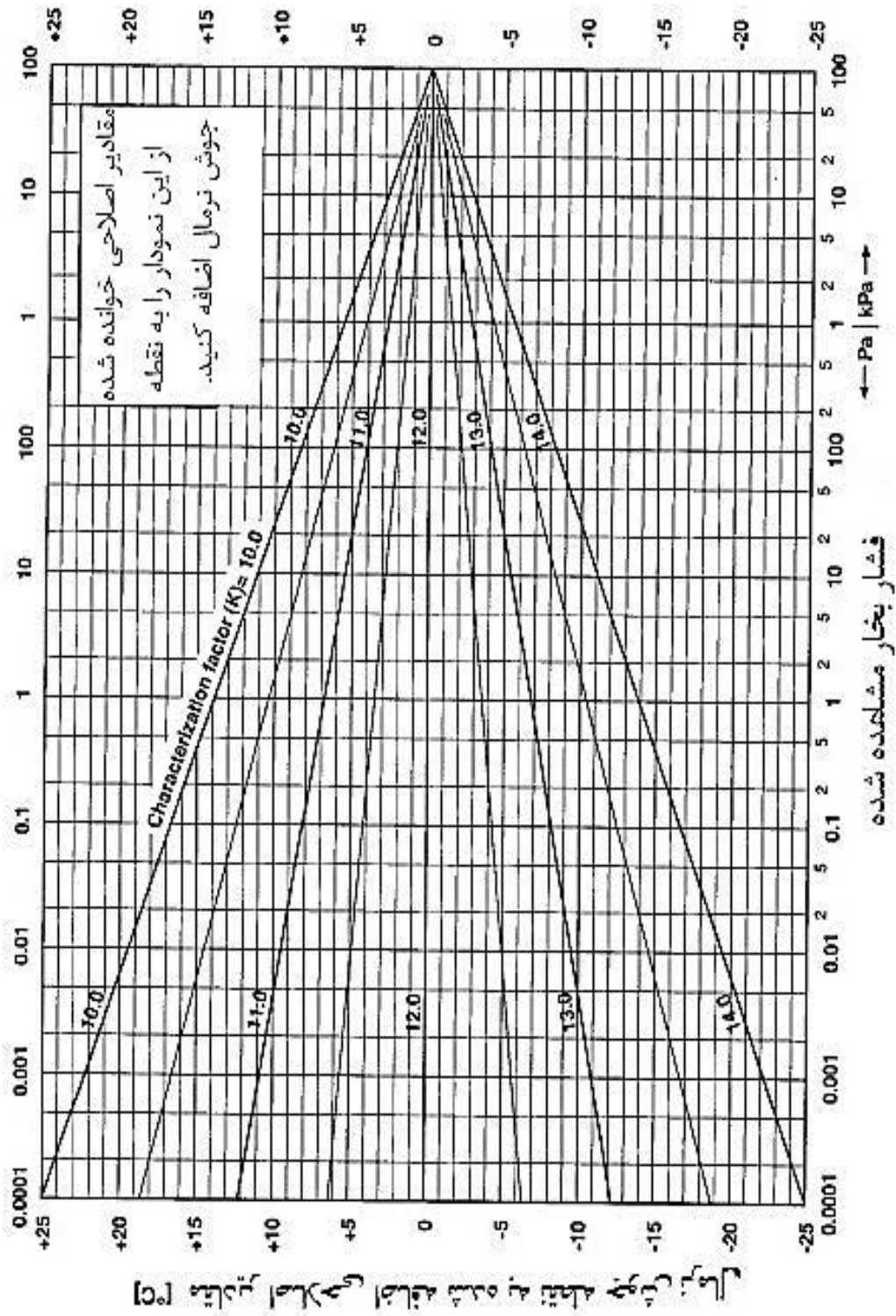
$P_a$ : فشار اتمسفری بر حسب (mm Hg) Kpa؛

$P_0$ : فشار مشاهده شده بر حسب (mm Hg) Kpa.

چ-۳-۴-۱ برای به دست آوردن تخمینی از مقادیر اصلاحی می توان از شکل چ-۲ استفاده کرد.



شکل چ ۱- ضریب مشخصه واتسون برای اجزا نفتی



شکل چ ۲- مقادیر اصلاحی نقطه جوش برای ضریب K

## پیوست ح

(الزامی)

### مثالی برای محاسبات دقت

#### ح-۱ روش کار

ح-۱-۱ برای یک درصد معین از محصول بازیابی شده تقطیر، در یک فشار معلوم (۰٫۱۳ Kpa یا ۱٫۳ Kpa)

تغییر دما بر درصد حجم بازیافت شده را محاسبه کنید  $\left\{ \frac{^{\circ}\text{C}(AET)}{V\%} \right\}$ .

ح-۱-۲ دقت مطلوب (تکرارپذیری یا تجدید پذیری) را از جدول ۲ به دست آورید. اگر حاصل  $\left\{ \frac{^{\circ}\text{C}(AET)}{V\%} \right\}$  یک عدد صحیح نیست، برای به دست آوردن دقت، از درون‌یابی خطی استفاده کنید.

ح-۲ مثال - نتیجه مطلوب: تجدید پذیری برای ۳۰٪ بازیافت در فشار ۰٫۱۳ Kpa (۱ mm Hg)، برحسب درجه سلسیوس:

AET (°C) ۴۰٪      ۴۴۳

AET (°C) ۳۰٪      ۴۲۷

AET (°C) ۲۰٪      ۴۴۳

$$\frac{^{\circ}\text{C}}{V\%} = \frac{(443 - 409)}{(40 - 20)} = 34,20 = 1,7$$

با استفاده از جدول ۲-، تجدید پذیری در ۰٫۱۳Kpa برای مقدار بازیافت ٪ (۵۰ تا ۵):

$$\frac{^{\circ}\text{C}}{V\%} = 13 \text{ از } 1,5$$

$$\frac{^{\circ}\text{C}}{V\%} = 16 \text{ از } 2,0$$

$$\text{بنابراین: } 13 + \left( \frac{0,2}{0,5} \right) (16 - 13) = 14,2 \sim 14^{\circ}\text{C}$$

## پیوست خ

(الزامی)

### تقطیر فرآورده‌های نفتی در خلأ (دستگاه خودکار)

#### خ-۱ هدف

هدف از ارائه این پیوست تعیین محدوده نقاط جوش فرآورده‌های نفتی در خلأ، با استفاده از دستگاه خودکار است، مشروط بر این‌که فرآورده‌های نفتی بتوانند به‌طور نسبی یا کامل در بیشینه دمای مایع  $400^{\circ}\text{C}$  تبخیر شوند.

#### خ-۲ اساس روش

نمونه‌ای که در دستگاه تقطیر خودکار، تقطیر می‌شود، دقیقاً از شرایط تقطیر ذکر شده که در روش دستی آمده پیروی می‌کند. داده‌های به‌دست‌آمده شامل نقطه‌جوش اولیه (IBP)، نقطه‌جوش نهایی (FBP) و منحنی تقطیر معادل اتمسفری (AET) برحسب حجم بازیافتی می‌باشند.

#### خ-۳ وسایل لازم

دستگاه خودکار باید به نحوی طراحی شده باشد که اجزای توصیف‌شده در بند ۶-۱ را در برگیرد. ممکن است قطعات دیگری نیز توسط تولیدکننده، اضافه‌شده باشد که برای به دست آوردن نتایج رضایت‌بخش ضروری نیستند ولی می‌توان برای افزایش کارایی دستگاه و سهولت عملکرد دستگاه از آن‌ها استفاده نمود.

#### خ-۳-۱ سطح یاب / سازوکار ثبت

این قسمت که برای اندازه‌گیری حجم مایع بازیافت شده در ظرف جمع‌آوری استفاده می‌شود، باید دارای قدرت تفکیک  $0.1\text{ mm}$  با دقت  $1 (\pm)\text{ mm}$  باشد.

مجموعه دستگاه باید مطابق دستورالعمل سازنده واسنجی شود.

#### خ-۳-۲ خلأ سنج

خلأ سنج باید قادر به اندازه‌گیری فشار مطلق با دقت  $10\text{ pa} \pm 0.8\text{ mm Hg} (\pm)$  در فشار  $1\text{ Kpa}$  ( $7.5\text{ mm}$ ) و پایین‌تر باشد. خلأ سنج معمولاً یک سیستم الکترونیکی اندازه‌گیری فشار است.

در محدوده فشار بیش از  $1\text{ Kpa}$  به دقت  $1\%$   $\pm$  فشار مشاهده‌شده، موردنیاز است.

اندازه‌گیرهای فشاری الکترونیکی، قادر به دستیابی به این مقدار دقت هستند ولی باید همان‌گونه که در پیوست پ، ذکر شده است، در فواصل زمانی معین به‌درستی واسنجی و بررسی مجدد شوند.

### خ-۳-۳ دستگاه تنظیم کنترل دمای محفظه ظرف جمع آوری

این دستگاه باید قادر به کنترل دمای ظرف جمع آوری بین  $32^{\circ}\text{C}$  تا  $78^{\circ}\text{C}$  باشد.

### خ-۴ نمونه و الزامات نمونه برداری

نمونه و الزامات نمونه برداری در بند ۸ توصیف شده‌اند.

### خ-۵ آماده سازی دستگاه

دستگاه را مطابق با دستورالعمل سازنده آماده کنید.

### خ-۶ روش کار

خ-۶-۱ دمای سردکننده مبرد را دست کم  $30^{\circ}\text{C}$  زیر کم‌ترین دمای بخار که در طول آزمون مشاهده می‌شود، تنظیم کنید. دمای حدود  $60^{\circ}\text{C}$  در اکثر موارد مناسب است.

خ-۶-۲ چگالی نمونه را در دمای ظرف جمع آوری، به وسیله یک هیدرومتر، طبق استاندارد ملی شماره ۱۹۷ یا توسط یک چگالی سنج رقمی طبق استاندارد ملی شماره ۱۰۶۶۲ و با استفاده از محاسبات ریاضی و جداول راهنمای استاندارد ASTM D1250 و یا ترکیبی از آن‌ها به دست آورید.

خ-۶-۳ با استفاده از چگالی نمونه، وزن معادل ۲۰۰ ml از نمونه را در دمای ظرف جمع آوری با تقریب  $0.1\text{ g}$  توزین کنید. این مقدار از روغن را داخل بالن تقطیر بریزید.

خ-۶-۴ اتصالات کروی دستگاه تقطیر را با یک گریس مناسب، روغن کاری کنید. بالن را به اتصال کروی پایینی کلاهک تقطیر، متصل کنید. گرم‌کن را زیر بالن و ژاکت بالایی را در جای خود قرار دهید و بقیه دستگاه را با استفاده از گیره‌های فنری، جهت محکم کردن اتصالات، نصب کنید.

خ-۶-۵ حس گر دما را داخل جایگاه دماسنج بالن قرار دهید.

خ-۶-۶ فشار عملیاتی را در مقدار تعیین شده برای تقطیر تنظیم کنید (یادآوری بند ۱۰-۷ را ببینید). فشار باید در مراحل کار به طور خودکار کاهش یابد تا از کف کردن نمونه جلوگیری شود.

خ-۶-۷ شدت گرمادهی اولیه را در مقدار تعیین شده، تنظیم کنید. دستگاه باید قادر به تنظیم گرمای ورودی باشد، به صورتی که محصول تقطیر با سرعت ثابت  $6\text{ ml/min}$  تا  $8\text{ ml/min}$  بازیافت شود.

خ-۶-۸ پس از این که اطمینان پیدا کردید کنترل‌های دستگاه طبق دستورالعمل‌های سازنده دستگاه تنظیم شده‌اند، تقطیر را آغاز کنید.

خ-۶-۹ دستگاه به طور خودکار نقطه جوش اولیه، نقطه جوش نهایی، درصدهای حجمی بازیافت شده با دماهای واقعی مربوط به آن‌ها و سرعت‌های تقطیر را ثبت می‌کند. دماهای واقعی ثبت شده با استفاده از نرم‌افزاری که

توسط سازنده تهیه شده به‌طور خودکار به دمای اتمسفری (AET) تبدیل می‌شوند. این تبدیل باید بر اساس معادله چ-۱ صورت بگیرد.

خ-۶-۱۰ اگر دمای مایع به  $400^{\circ}\text{C}$  برسد یا دمای بخار، پیش از این که نقطه پایانی مشاهده شود به بیشینه مقدار برسد، باید دستگاه تقطیر خاموش و تقطیر متوقف گردد. دستگاه به‌طور خودکار دمای بخار و درصد حجمی کل بازیافت شده را در زمانی که تقطیر متوقف گردیده ثبت می‌کند.

خ-۶-۱۱ پس از تکمیل عمل تقطیر، دستگاه به‌طور خودکار وارد برنامه تبرید می‌شود. پس از این که دما به زیر حد ایمن (که معمولاً  $100^{\circ}\text{C}$  است) می‌رسد، فشار در دستگاه تقطیر به تدریج تا فشار اتمسفری افزایش می‌یابد. آنگاه می‌توان بالن و ظرف جمع‌آوری را برای تمیز کردن جدا کرد. اگر لازم است که دستگاه پیش از این که محتویات آن تا زیر  $100^{\circ}\text{C}$  سرد شوند، باز شود، از گاز نیتروژن عاری از رطوبت برای رساندن فشار سیستم به فشار اتمسفری استفاده کنید.

خ-۶-۱۲ دستگاه را طبق بند ۱۰-۱۳ تمیز کنید.

خ-۶-۱۲ هرگونه ماده موجود در تله سرد را طبق بند ۱۰-۱۲ بازیافت کنید.

#### خ-۷ دقت و اریبی

خ-۷-۱ دقت این روش آزمون، با استفاده از دستگاه خودکار این روش آزمون، در دست تعیین است.

خ-۷-۲ اریبی بین روش‌های دستی و خودکار این روش آزمون، در دست تعیین است.



## پیوست د

(اطلاعاتی)

### روش تنظیم دستگاه اندازه‌گیری دمای بخار

۱-۵ ابزاری را به منظور کمک در تعیین نقطه سرریز، با استفاده از یک میله، با عرض حدودی ۳ mm و طول حدودی ۳۰۰ mm می‌سازیم. خمیدگی  $90^\circ$  را در حدود ۲۵ mm یکی از سرها ایجاد می‌کنیم. پس از آن یک لوله پلاستیکی قابل انعطاف با قطر داخلی ۲ mm را در سمت دیگر میله، با طول ۳۰ mm قرار می‌دهیم. از لوله پلاستیکی قابل انعطاف، به منظور جلوگیری از خراشیده شدن ظروف شیشه‌ای، استفاده می‌کنیم. طول خمیدگی به مقدار قطر داخلی ستون تقطیر بستگی دارد.

۲-۵ سپس این وسیله را با دقت از پایین ستون تقطیر به سمت بالا تا رسیدن به انتهای آن، حرکت می‌دهیم، به طوری که باعث ایجاد برآمدگی در بازوی متراکم‌کننده شود. نوک خمیده انتهایی ابزار می‌بایست در بالاترین نقطه از پایین‌ترین نقطه اتصال داخلی ستون تقطیر و بخش متراکم‌کننده از مجموعه ستون با ژاکت خلأ، قرار داده شود. این نقطه، نقطه سرریز است. سپس با استفاده از قلم، یک علامت بر روی طرف بیرونی شیشه ستون تقطیر که هم‌راستا با انتهای ابزار است، ایجاد می‌کنیم. این مرحله را در طرف دیگر ستون تقطیر، تکرار می‌کنیم. با استفاده از دو خط‌کش صاف، اطمینان حاصل کنید که فاصله از بالای ستون تقطیر تا هر یک از علامت‌های پایین ستون، به یک اندازه است. اگر هر دو مساوی بودند، آن را به عنوان نقطه سرریز در نظر می‌گیریم و اگر دو فاصله مساوی نبودند، مراحل شرح داده شده در بالا را تکرار می‌کنیم.

۳-۵ زمانی که نقطه سرریز مشخص شد، یک علامت در  $(3 \text{ mm} \pm 1 \text{ mm})$  دو طرف بیرونی ستون شیشه‌ای تقطیر، زیر نقاط مشخص شده، ایجاد می‌کنیم. این نقاط جایی است که نوک حس‌گر می‌بایست در مرکز آن قرار داده شود. در صورت امکان، این دو مجموعه از علائم می‌بایست به صورت دائمی بر روی شیشه وجود داشته باشند تا زمانی که شیشه، نیاز به تعمیر داشته باشد.

۴-۵ در حالی که ستون تقطیر را نگاه داشته‌اید، به طوری که بتوانید درون آن را ببینید، ترموکوپل را که در درون کلاهک مخروطی شکل قرار دارد، در پایین ستون تقطیر قرار دهید. با استفاده از اتصالات مخروطی مناسب، ترموکوپل را در مکان عملیاتی معمول (بالا یا پایین)، به طوری که نوک حس‌گر در مرکز آن قرار گیرد، با استفاده از پایین‌ترین نقاط ایجاد شده بر روی شیشه، تنظیم کنید. به محض اینکه ترموکوپل در وضعیت مناسب قرار گرفت، پیچ کلاهک را محکم کنید. سپس نقطه‌ای را که در آن ترموکوپل با پیچ شدن کلاهک، تنظیم شد را به صورت دائمی علامت بزنید. این علامت‌ها تنها برای این ستون تقطیر خاص، پیچ کلاهک مخروطی و ترموکوپل، دقیق و صحیح است و می‌تواند به منظور بررسی چیدمان مناسب دستگاه به کار برود.