



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۵۳۶

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

19536

1st.Edition

2015

نقطه ابری فرآورده‌های نفتی (روش خنک
سازی با سرعت ثابت) - روش آزمون

Cloud point of petroleum products
(constant cooling rate method)-Test
method

ICS:75.160.20

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است. تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران 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 پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شوند 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 می‌دهد به تصویب رسیده باشد.

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

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین 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 به منظور 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 سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) و سایل سنچش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه 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) و سایل سنچش، 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
«نقطه ابری فرآورده‌های نفتی (روش خنک سازی با سرعت ثابت) - روش آزمون»

رئیس:

حمادی، حسین
(دکترای شیمی)

دبیر:

نجفی، زینب
(فوق لیسانس شیمی)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

جعفری نسب، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

حاتمی، امیر
(دکترای شیمی)

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

ظهوری فر، علیرضا
(فوق لیسانس شیمی)

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

کریمی چشمه‌ای، مریم
(فوق لیسانس شیمی)

گیلاسی، فهیمه
(لیسانس شیمی)

محمدجعفری، سعیده
(فوق لیسانس شیمی)

سمت و/یا نمایندگی

عضو هیئت علمی دانشگاه شهید چمران

کارشناس شرکت پرشیاپژوهش شریف

کارشناس

کارشناس شرکت ملی حفاری

کارشناس اداره کل استاندارد استان خوزستان

رئیس واحد مهندسی فرآورده‌های شرکت ملی
پخش فراورده‌های نفتی منطقه اهواز

کارشناس اداره کل استاندارد استان خوزستان

مدیر فنی شرکت پارس لیان اروند

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

کارشناس

کارشناس شرکت پترو فناوری آسه

محمودی، اکرم
(لیسانس شیمی)

کارشناس

نظری رهبری، مرجان
(فوق لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ اصول آزمون
۴	۵ وسایل
۵	۶ مواد و واکنشگرها
۵	۷ نمونه برداری
۵	۸ آماده سازی دستگاه
۶	۹ کالیبراسیون
۶	۱۰ روش انجام آزمون
۷	۱۱ دقت و انحراف
۸	۱۲ گزارش آزمون
۱۰	پیوست الف (الزامی) شرح مفصل دستگاه

پیش گفتار

استاندارد "نقطه ابری فرآورده‌های نفتی (روش خنک‌سازی با سرعت ثابت) - روش آزمون" که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت پرشیا پژوهش شریف تهیه و تدوین شده است و در سی و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های نفتی مورخ ۹۳/۱۰/۸ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن‌ماه 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 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.

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

ASTM D 5773: 2010, Standard Test Method for Cloud Point of Petroleum Products (Constant Cooling Rate Method)

مقدمه

این روش آزمون، روش جایگزین دیگری برای استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸، برای تعیین نقطه ابری فرآورده‌های نفتی با استفاده از دستگاه خودکار را شرح می‌دهد. نتایج دمایی به دست آمده این روش آزمون با استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ معادل می‌باشد. زمانی که تعیین نقطه ابری، به روش استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ نیاز داشته باشد، این روش آزمون یا هر روش دیگری را بدون به دست آوردن داده‌های مقایسه‌ای و موافقت سفارش‌دهنده جایگزین نکنید.

نقطه ابری فرآورده‌های نفتی (روش خنک‌سازی با سرعت ثابت) – روش آزمون

هشدار- در این استاندارد به تمام موارد ایمنی مرتبط با کاربرد آن اشاره نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری ایمنی، سلامتی و تعیین حدود قوانین کاربری قبل از استفاده به عهده کاربر می‌باشد.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری نقطه ابری فرآورده‌های نفتی و سوخت‌های بیودیزل شفاف در لایه‌های با ضخامت ۴۰mm با استفاده از دستگاه خودکار و با سرعت خنک‌سازی ثابت است.

این استاندارد برای گستره دما از -60°C تا $+49^{\circ}\text{C}$ ، با تفکیک‌پذیری دمای 0.1°C کاربرد دارد، اگرچه گستره دمایی برنامه آزمون مشارکتی بین آزمایشگاهی سال ۱۹۹۷ فقط گستره دما از -56°C تا $+34^{\circ}\text{C}$ را پوشش می‌دهد.

نقطه ابری فرآورده‌های نفتی و سوخت‌های بیودیزل شاخصی از کمترین دمای سودمندی آن‌ها برای کاربردهای معین است. مقدار کافی بلورهای مومی می‌تواند سبب بسته شدن فیلترهای مورد استفاده در بعضی از سیستم‌های سوختی شود.

این روش آزمون می‌تواند دمای نمونه آزمون را در جایی که بلورهای مومی به مقدار کافی تشکیل شده‌اند که به صورت ابر قابل مشاهده باشند، با تفکیک‌پذیری 0.1°C تعیین کند. این روش آزمون نتایجی به دست می‌دهد که با استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ معادل هستند.

یادآوری ۱- این نتایج بر مبنای نقطه ابری معادل با استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ است که در آن نتیجه 0.1°C ، به عدد صحیح پایین‌تر بعدی گرد شده است.

این روش آزمون نسبت به استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ نقطه ابری را در زمان کوتاه‌تری تعیین می‌کند.

یادآوری ۲- در مورد نمونه‌هایی با نقطه ابری نزدیک به دمای محیط، صرفه‌جویی در زمان قابل تحقق نیست.

این روش آزمون بیشترین مقدار از زمان عملکرد مورد نیاز برای روش استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ را حذف می‌کند.

یادآوری ۳- در موارد معین با دمای محیط بالا، ممکن است یک منبع آب خنک‌سازی برای اندازه‌گیری دمای نقاط ابری پایین مورد نیاز باشد (بند ۶-۱ را ببینید).

۲ مراجع الزامی

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

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

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹، روش‌های نمونه‌برداری دستی از مواد و فرآورده‌های نفتی

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸، فرآورده‌های نفتی - تعیین نقطه ابری شدن - روش آزمون

2-3 ASTM D 4177, Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

بیودیزل

سوختی شامل استرهای مونوآلکیل اسیدهای چرب با زنجیر بلند، مشتق شده از روغن‌های گیاهی یا چربی‌های حیوانی، تعریف شده با عنوان B100.

بیودیزل نوعاً به وسیله واکنش روغن گیاهی یا چربی حیوانی با یک الکل مانند متانول یا اتانول در حضور یک کاتالیزگر تولید می‌شود که محصول، مونواسترها و گلیسیرین است. سوخت ممکن است تا ۱۴ نوع مختلف از اسیدهای چرب را شامل باشد که به صورت شیمیایی به متیل استرهای اسید چرب تغییر یافته‌اند (FAME)^۱.

۲-۳

مخلوط بیودیزل

مخلوط سوخت بیودیزل با سوخت دیزلی بر پایه نفت با BXX معرفی می‌شود، که در آن XX درصد حجمی بیودیزل است.

۳-۳

نقطه ابری

در فرآورده‌های نفتی و سوخت‌های بیودیزل، دمای آزمون مایعی است که در آن کوچک‌ترین خوشه قابل مشاهده از بلورهای هیدروکربن برای اولین بار با سرد شدن تحت شرایط مجاز تشکیل می‌شود. نقطه ابری زمانی اتفاق می‌افتد که دمای آزمون به اندازه کافی پایین باشد تا سبب رسوب بلورهای هیدروکربن شود. در یک مایع همگن، ابر همیشه در ابتدا در جایی از آزمون مشاهده می‌شود که دمای آزمون کمترین است. نقطه ابری دمایی است که بلورها، صرف‌نظر از محل تشکیل بلورها در آزمون و قبل از گسترش بلورینگی برای اولین بار تشکیل می‌شوند. بلورهای هیدروکربنی که در دماهای پایین‌تر رسوب می‌کنند، نوعاً، هیدروکربن‌های راست زنجیر هستند که معمولاً بلورهای مومی نامیده می‌شوند ولی محدود به این‌ها نیستند. هدف از تعیین نقطه ابری، اندازه‌گیری بلورهای مومی در آزمون است، هر چند که مقادیر ناچیزی آب و ترکیبات معدنی نیز ممکن است وجود داشته باشد. هدف از اندازه‌گیری نقطه ابری گرفتن دمایی است که

1-Fatty acid methyl esters

سوخت مایع در آزمون از سیستم تک فاز مایع به سیستم دو فاز شامل جامد و مایع شروع به تغییر می‌کند. این آزمون برای پایش انتقال فاز اجزای ناچیزی مانند آب کاربرد ندارد.

۴-۳

نقطه ابری خودکار

دمای آزمون زمان پیدایش ابر که تحت شرایط این روش آزمون اندازه‌گیری می‌شود. در این روش آزمون نقطه ابری به وسیله یک ابزار خودکار با استفاده از یک وسیله نوری برای آشکارسازی تشکیل بلور تعیین می‌شود. دستگاه و شرایط با دستگاه و شرایط روش استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ متفاوت است؛ اگرچه بر طبق بررسی بین آزمایشگاهی، نتایج اندازه‌گیری شده با روش استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ معادل است.

۵-۳

روش خنک‌سازی با سرعت ثابت

در روش‌های آزمون نقطه ابری، سرعت خنک‌سازی تعیین شده مورد استفاده در روش آزمون، ظرف آزمون و سیستم نوری برای آشکارسازی تشکیل بلور استفاده می‌شود. سرعت خنک‌سازی تعیین شده در بند ۴، ظرف آزمون و سیستم نوری برای آشکارسازی تشکیل بلور در پیوست الف شرح داده شده است.

۶-۳

ابزار پلتیر^۱

یک ابزار ترموالکتریک حالت جامد، که با مواد نیمه‌رسانای غیرمشابه ساخته شده و چیدمان آن به گونه‌ای است که بسته به جهت جریان الکتریکی به کار رفته در ابزار، حرارت را به آزمون انتقال دهد یا از آن خارج کند.

۷-۳

نقطه ابری معادل استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸

دمای آزمون به صورت عدد صحیح، با گرد کردن نتایج این روش آزمون به عدد صحیح پایین‌تر بعدی محاسبه می‌شود. این روش آزمون نتایجی با تفکیک‌پذیری 0.1°C به دست می‌دهد. توصیه می‌شود کاربر نتایج را با قالب مشابه روش استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ تهیه کند، پس از آن این محاسبه قابل انجام خواهد بود. بعضی دستگاه‌ها می‌توانند این محاسبه را به صورت خودکار انجام دهند.

۴ اصول آزمون

یک آزمون تعیین شده (بند ۱۰-۵)، در حالی که به صورت مداوم با یک منبع نور روشن می‌شود با ابزار پلتیر (پیوست الف) با سرعت ثابت $(1.5 \pm 0.1)^{\circ}\text{C}/\text{min}$ خنک می‌شود (پیوست الف، بند الف-۱-۴). آزمون به طور پیوسته به وسیله یک آرایه منظم از آشکارسازهای نوری (پیوست الف، شکل الف-۱) جهت اولین پیدایش ابر

1-Peltier device

بلورهای مومی پایش می‌شود. برای اطمینان از شناسایی هر بلور هیدروکربن فاز جامد که ممکن است تشکیل شود آشکارسازها باید به تعداد کافی باشند. دمایی که پیدایش ابر بلورهای مومی برای اولین بار در آزمون آشکار می‌شود، با تفکیک‌پذیری 0.1°C ثبت می‌شود. زمانی که دمای ثبت شده به دمای صحیح پایین‌تر بعدی گرد شد، به عنوان نقطه ابری معادل با استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ در این روش آزمون استاندارد معرفی می‌شود.

۵ وسایل

۱-۵ **دستگاه خودکار**، دستگاه نقطه ابری خودکار شرح داده شده در این آزمون شامل یک اتاقک آزمون کنترل شده به وسیله یک ریزپردازنده که قادر به کنترل گرمایش و سرمایش آزمون می‌باشد، دستگاه به صورت خودکار اولین پیدایش ابر بلورهای مومی و ثبت دمای آزمون را انجام می‌دهد که به تفصیل در پیوست الف شرح داده شده است.

۲-۵ دستگاه باید مجهز به یک فنجان آزمون، آرایه منظم آشکارساز نوری، منبع نور، نمایشگر دیجیتالی، ابزار پلتیر و ابزار اندازه‌گیری دمای آزمون باشد.

۳-۵ ابزار پلتیر باید قابلیت گرمایش و سرمایش آزمون را با سرعت ثابت $(0.1 \pm 0.5)^{\circ}\text{C}/\text{min}$ داشته باشد.

۴-۵ ابزار اندازه‌گیری دما در فنجان آزمون باید قابلیت اندازه‌گیری دمای آزمون از 40°C تا 70°C با تفکیک‌پذیری 0.1°C را داشته باشد.

۵-۵ دستگاه باید مجهز به لوازمی باشد که در صورت نیاز اجازه گردش یک محیط خنک‌سازی مایع، برای برطرف کردن گرمای تولید شده توسط ابزار پلتیر و سایر اجزای الکترونیکی را بدهد.

یادآوری- بعضی از دستگاه‌ها برای استفاده از هوای پیرامون به عنوان محیط خنک‌سازی طراحی شده‌اند. در چنین مواردی یک پروانه توکار برای فراهم شدن گردش هوا در دسترس است و به لوازم شرح داده شده برای یک محیط خنک‌سازی مایع نیازی نیست. وظیفه محیط خنک‌سازی برطرف کردن گرما از اجزای الکترونیکی است. انتخاب محیط خنک‌سازی هیچ اثری بر نتایج آزمون ندارد.

۶-۵ دستگاه باید مجهز به لوازمی باشد که اجازه گردش گاز تخلیه برای پاک‌سازی اتاقک آزمون دربرگیرنده فنجان آزمون از هر گونه رطوبت اتمسفری را بدهد.

۷-۵ **ابزار توزیع با حجم دقیق**، با قابلیت توزیع (0.1 ± 0.15) ml از نمونه.

۸-۵ **میله تمیزکننده با سر پنبه‌ای^۱**، تمیزکننده با میله کاغذی یا پلاستیکی و سر پنبه‌ای برای تمیز کردن فنجان نمونه استفاده می‌شود.

هشدار- استفاده از تمیزکننده با میله چوبی ممکن است به سطح آینه‌ای فنجان آزمون آسیب برساند.

1 -Cotton swabs

۶ مواد و / یا واکنشگرها

۱-۶ محیط خنک‌سازی، هوا، آب لوله‌کشی، یا هر محیط تبادل گرمای مایع، برای برطرف کردن گرمای تولید شده توسط ابزار پلتیر و سایر اجزای الکترونیکی دستگاه کافی است. برای رسیدن آزمونه به سرمایش تا -40°C ، گردش محیط خنک‌سازی در دمای $+25^{\circ}\text{C}$ یا پایین‌تر در دستگاه فراهم شود. برای دستگاهی که به هوا به عنوان محیط خنک‌سازی اتکا دارد، تا رسیدن سرمایش نمونه به -40°C ، دمای هوای پیرامون باید پایین‌تر از $+30^{\circ}\text{C}$ باشد.

۲-۶ گاز تخلیه، یک گاز مانند هوا، نیتروژن، هلیوم، آرگون با نقطه شبنم پایین‌تر از کمترین دمای عملیاتی آنالیزور.

هشدار- گاز تحت فشار بالا فشرده شده و گاز بی‌اثر هنگام استنشاق می‌تواند خفه‌کننده باشد.

۷ نمونه‌برداری

۱-۷ یک نمونه مطابق با روش استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ یا استاندارد ASTM D4177 بردارید.

۲-۷ نمونه‌های مواد با گرانروی بالا پیش از آزمون، مجاز است تا رسیدن به سیالیت مطلوب گرم شوند. هر چند هیچ نمونه‌ای نباید بیش از مقدار مورد نیاز گرم شود.

۳-۷ نمونه نباید بالای 70°C گرم شود. وقتی نمونه بالای 70°C گرم شده باشد، پیش از صاف کردن یا وارد کردن آن به دستگاه اجازه دهید که نمونه تا زیر 70°C خنک شود.

۴-۷ زمانی که در نمونه رطوبت وجود دارد، رطوبت را با روشی مانند صاف کردن به وسیله کاغذ صافی بدون پرز حذف کنید، تا نفت به طور کامل شفاف شود، اما صاف کردن در دمایی حداقل 14°C بالای نقطه ابری مورد انتظار انجام شود.

یادآوری- توجه شود که رطوبت در نمونه به صورت یک فاز جداگانه، یا بخاری در سراسر تمام نمونه است. معمولاً، مقدار ناچیز کدری، تداخلی با آشکارسازی ابر مومی نخواهد داشت.

۸ آماده‌سازی دستگاه

۱-۸ وسیله را مطابق با دستورالعمل‌های سازنده، برای کار آماده کنید.

۲-۸ در صورت نیاز اتصالات محیط خنک‌سازی مایع را آماده کنید (یادآوری بند ۵ را ببینید) و مطمئن شوید که نشت نمی‌دهند.

۳-۸ اتصالات گاز تخلیه را آماده کنید و مطمئن شوید که نشت نمی‌دهند.

۴-۸ در صورت نیاز محیط خنک‌سازی مایع را به جریان اندازید (یادآوری بند ۵ را ببینید).

۵-۸ گاز تخلیه را به جریان اندازید.

۸-۶ سوچ برق اصلی آنالیزور را روشن کنید. بعد از این که حالت خودکار عیب‌یابی توالی شروع کامل شد، وسیله پیام آماده به کار را نشان می‌دهد.

۹ کالیبراسیون

۹-۱ اطمینان یابید که تمام دستورالعمل‌های سازنده برای کالیبره کردن، بررسی و بهره‌برداری دستگاه دنبال شده است.

۹-۲ یک نمونه با توافق طرفین بر روی نقطه ابری برای بازبینی کارایی دستگاه مورد استفاده قرار بگیرد.

۱۰ روش انجام آزمون

۱۰-۱ فنجان آزمون را برای اطمینان از تمیزی و خشک بودن بررسی کنید. در غیر این صورت آن را تمیز و خشک کنید (بند ۱۰-۳ را ببینید).

۱۰-۲ ml (0.1 ± 0.15) از آزمون را به فنجان آزمون انتقال دهید. پی‌پت، سرنگ یا ابزارهای جابه‌جایی با دقت مثبت برای استفاده در انتقال آزمون مناسب هستند.

۱۰-۳ درون فنجان را از آزمون تمیز کنید. فنجان باید به گونه‌ای تمیز شده باشد که هیچ قطره قابل مشاهده‌ای از آزمون در آن باقی نمانده باشد. مواد جاذب غیرساینده مانند گوش پاک‌کن برای استفاده در تمیزکاری فنجان نمونه مناسب هستند. حلال‌های تمیزکاری قادر به پاک کردن آزمون و سازگار با اجزای دستگاه نیز می‌توانند مورد استفاده قرار بگیرند. نفتا، هگزان، هپتان و تولوئن به عنوان حلال‌های تمیزکاری مناسب هستند.

۱۰-۴ بندهای ۱۰-۲ و ۱۰-۳ را تکرار کنید.

۱۰-۵ ml (0.1 ± 0.15) از آزمون را با دقت درون فنجان آزمون اندازه‌گیری کنید.

۱۰-۶ درپوش اتاقک آزمون را ببندید و قفل کنید.

۱۰-۷ اگر نقطه ابری مورد انتظار کمتر از 14°C زیر دمای پیرامون آزمون باشد از فهرست دستگاه گزینه پیش‌گرمایش را انتخاب کنید. دمای پیرامون آزمون روی صفحه جلویی دستگاه نمایش داده می‌شود. با این انتخاب دستگاه به صورت خودکار آزمون را تا دمای شروع 50°C قبل از خنک‌سازی، گرم می‌کند. اگر گزینه پیش‌گرمایش از فهرست انتخاب نشود، دستگاه بدون هیچ گرمایش ابتدایی، آزمون را از دمای پیرامون، سرد خواهد کرد. اگر نقطه ابری موردانتظار بیش از 35°C باشد، یک دمای شروع بالاتر مطابق با دستورالعمل‌های سازنده انتخاب کنید. بالاترین دمای شروعی که می‌توان برنامه‌ریزی کرد 70°C است.

۱۰-۸ کار با دستگاه را بر طبق دستورالعمل‌های سازنده شروع کنید. دستگاه به محیط خنک‌سازی مایع، در صورت نیاز (یادآوری بند ۵) و گاز تخلیه اجازه جاری شدن را می‌دهد.

هشدار - اگر هر یک از جریان‌ها به طور صحیح برقرار نشود، دستگاه علامت‌های هشدار مقتضی را نمایش خواهد داد. برای روش‌های آزمون اصلاح شده به دستور کار سازنده مراجعه کنید.

۹-۱۰ اگر آزمون‌ه ماندند بند ۷-۱۰ بود، آن را گرم کنید. سپس در حالی که آشکارسازهای نوری به طور پیوسته برای پیدایش ابر بلورهای مومی نمونه را پایش می‌کنند، نمونه توسط ابزار پلتیر سرد شود. به محض این‌که نقطه ابری آشکار شد، اندازه‌گیری به صورت خودکار پایان می‌یابد.

۱۰-۱۰ زمانی که اندازه‌گیری کامل شد، مقدار نقطه ابری خودکار برای این روش آزمون استاندارد بر روی صفحه جلوی دستگاه نمایش داده خواهد شد.

۱۱-۱۰ برای دسترسی به فنجان آزمون و تمیز کردن آزمون از فنجان درپوش اتاقک آزمون را باز کنید (بند ۱۰-۳ را ببینید).

۱۱ دقت و انحراف

۱-۱۱ دقت، دقت این روش آزمون تعیین شده به وسیله بررسی آماری نتایج بین‌آزمایشگاهی در ادامه آمده است:

۱-۱-۱۱ تکرارپذیری، تفاوت بین نتایج آزمون متوالی، به دست آمده توسط یک آزمونگر با استفاده از یک دستگاه تحت شرایط عملیاتی ثابت بر روی مواد آزمون یکسان، در یک دوره طولانی و بهره‌برداری معمولی و صحیح از این روش آزمون، فقط در یک مورد از بیست مورد از $1/3^{\circ}\text{C}$ تجاوز کرده است.

۲-۱-۱۱ تجدیدپذیری، تفاوت بین دو نتیجه آزمون منفرد و مستقل، به دست آمده به وسیله آزمونگرهای متفاوت در آزمایشگاه‌های مختلف بر روی مواد آزمون یکسان، در یک دوره طولانی و بهره‌برداری معمولی و صحیح از این روش آزمون، فقط در یک مورد از بیست مورد از $2/5^{\circ}\text{C}$ تجاوز کرده است.

۳-۱-۱۱ گزارش‌های دقت از برنامه آزمون مشارکتی بین‌آزمایشگاهی سال ۱۹۹۷ به دست آمده است. آزمایشگاه‌های مشارکت‌کننده، یازده مجموعه نمونه را به عنوان نمونه‌های تکراری کور، شامل سوخت‌های حاصل از تقطیر گوناگون و روغن‌های روان‌کننده و با گستره نقطه ابری بین 34°C تا 56°C را آنالیز کردند. ده آزمایشگاه با دستگاه خودکار و هشت آزمایشگاه با روش آزمون دستی استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ مشارکت کردند. آمارهای دقت بر اساس تفکیک‌پذیری $0/1^{\circ}\text{C}$ ارائه شده به وسیله دستگاه خودکار گردآوری و محاسبه شده‌اند. اطلاعات نوع نمونه‌ها و نقطه ابری متوسط آن‌ها در گزارش پژوهشی آمده است.

۲-۱۱ انحراف، نظر به این‌که ماده مرجع قابل قبول مناسبی برای تعیین انحراف، برای این روش آزمون وجود ندارد، انحراف تعیین نشده است.

۳-۱۱ انحراف نسبی، نتایج برنامه بین‌آزمایشگاهی برای انحراف نسبی روش آزمون استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ بررسی شد. یک انحراف نسبی جزئی معادل $0/03^{\circ}\text{C}$ - مشاهده شد.

۴-۱۱ دقت سوخت‌های بیودیزل، دقت این روش آزمون، تعیین شده به وسیله بررسی آماری نتایج آزمون بین‌آزمایشگاهی در ادامه آمده است:

۱۱-۴-۱ تکرارپذیری برای مخلوط‌های بیودیزل در دیزل، تفاوت بین نتایج آزمون متوالی، به دست آمده توسط یک آزمونگر، با استفاده از یک دستگاه تحت شرایط عملیاتی ثابت بر روی مواد آزمون یکسان، در یک دوره طولانی و بهره‌برداری معمولی و صحیح از این روش آزمون، فقط در یک مورد از بیست مورد از 0.7°C تجاوز کرده است.

۱۱-۴-۲ تجدیدپذیری برای مخلوط‌های بیودیزل در دیزل، تفاوت بین دو نتیجه آزمون منفرد و مستقل، به دست آمده به وسیله آزمونگرهای متفاوت در آزمایشگاه‌های مختلف بر روی مواد آزمون یکسان، در یک دوره طولانی و بهره‌برداری معمولی و صحیح از این روش آزمون، فقط در یک مورد از بیست مورد از 0.9°C تجاوز کرده است.

یادآوری- دقت نمونه‌های مخلوط بیودیزل در دیزل شامل نقاط ابری حدود 2°C تا 10°C می‌باشد.

۱۱-۴-۳ گزارش‌های دقت از برنامه آزمون مشارکتی بین‌آزمایشگاهی سال ۲۰۰۱ به دست آمد. آزمایشگاه‌های مشارکت‌کننده، یازده مجموعه نمونه شامل دو سوخت تقطیر شده نفتی، دیزل و نفت سفید^۱، با سوخت‌های بیودیزل گوناگون با گستره دما از 10°C تا -45°C ، را آنالیز کردند. چهارده آزمایشگاه با ماشین‌های خودکار و ده آزمایشگاه با روش آزمون دستی استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ مشارکت کردند. اطلاعات مربوط به نمونه‌ها و نقطه متوسط ابری آن‌ها در گزارش پژوهشی آمده است.

یادآوری ۱- یکی از نتایج بررسی بین‌آزمایشگاهی، انتخاب انواع نمونه به کار رفته در این بررسی بود که در ایجاد اشکال در تعیین گزارش دقت سهم دارند. نفت سفید یک گونه سوخت به قدر کافی متفاوت از بیودیزل است که سبب تفکیک جزئی فازها با خنک‌سازی در مخلوط‌های B20 می‌شود. همچنین، نمونه نفت سفید ویژه به کار رفته غیر معمولی بود، که بررسی بیشتر را پیچیده کرد. بنابراین داده‌های مخلوط‌های نفت سفید در بیودیزل در گزارش دقت استفاده نشده است. علاوه بر این، سوخت دیزل به کار رفته در درخواست کتبی ماده‌ای با نقطه ابری بالا بود. به علت نقطه ابری ماده دیزل پایه، این گستره دما در گزارش دقت محدود شده است.

یادآوری ۲- بررسی بین‌آزمایشگاهی بیشتر نقطه ابری، با گستره وسیع‌تر سوخت‌های بیودیزل پایه با ذخایر مخلوط تقطیر شده گوناگون انجام خواهد شد.

۱۱-۵ انحراف سوخت‌های بیودیزل، نظر به این که ماده مرجع قابل قبول مناسبی برای تعیین انحراف، برای این روش آزمون وجود ندارد، انحراف تعیین نشده است.

۱۱-۶ انحراف نسبی، آنالیز آماری برنامه آزمون بین‌آزمایشگاهی برای انحراف نسبی نسبت به روش استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ برای مخلوط بیودیزل در نمونه‌های دیزل تعیین شده است.

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

۱۲-۱ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی؛

- ۲-۱۲ هر گونه جزییات ضروری برای شناسایی کامل نمونه؛
- ۳-۱۲ نتایج آزمون؛
- ۴-۱۲ پس از تعیین عدد، دمای ثبت شده در بند ۱۰-۱۰ را به عدد صحیح پایین تر بعدی گرد کنید و به عنوان پاسخ روش استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ هم ارز با نقطه ابری با این روش آزمون استاندارد گزارش دهید؛
- ۵-۱۲ هر گونه مورد غیر معمول مشاهده شده در حین اندازه گیری؛
- ۶-۱۲ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به طور اختیاری در نظر گرفته می شود؛
- ۷-۱۲ تاریخ انجام آزمون؛
- ۸-۱۲ نام و امضای آزمون گر.

پیوست الف

(الزامی)

شرح مفصل دستگاه

الف-۱ اتاقک آزمون، شامل آشکارسازهای نوری، عدسی، منبع نور، فنجان آزمون، حسگر دما، ابزار پلتیر و چاهک حرارتی است که با ترتیبی که در شکل الف-۱ نشان داده شده است، قرار گرفته‌اند. درپوش اتاقک آزمون می‌تواند برای پاک‌سازی فنجان آزمون و ورود آزمون جدید باز شود. به محض این‌که درپوش بسته و قفل شود، اتاقک در برابر هوا غیر قابل نفوذ می‌شود. یک واشر برای درزبندی سطوح مات بین درپوش و باقی‌مانده اتاقک به کار می‌رود. هوای به دام افتاده در اتاقک بسته شده به وسیله گاز خشک تخلیه می‌شود. ورودی و خروجی گاز خشک در شکل الف-۱ نمایش داده شده است. دیواره اتاقک آزمون برای به حداقل رسیدن بازتابش نور، از اجزای پلاستیکی و فلز به رنگ سیاه ساخته شده است.

الف-۱-۱ فنجان آزمون، شامل دیواره پلاستیکی سیاه و ته فلزی بسیار صیقلی. سطح صیقلی ته فنجان به عنوان سطح بازتابنده نور به کار می‌رود. انتقال حرارت به آزمون و خارج کردن حرارت از آن از ته فلزی فنجان توسط ابزار پلتیر کنترل می‌شود.

الف-۱-۲ حسگر دما، با قابلیت قرائت دما تا 0.1°C ، که به طور پایدار در ته فنجان، در کمتر از 0.1 mm زیر سطح بالایی از ته فنجان جای داده شده است. این حسگر دما که از پلاتین تک رشته ساخته شده، اندازه‌گیری درست دمای آزمون را میسر می‌سازد.

الف-۱-۳ ابزار پلتیر، با قابلیت کنترل دمای آزمون در یک گستره وسیع. تغییرات گستره به مدل مجموعه‌های دستگاه بستگی دارد. در مدت خنک‌سازی آزمون، گرما از بالای ابزار پلتیر به ته انتقال می‌یابد. نظر به این‌که بالای ابزار پلتیر در تماس حرارتی با ته فنجان آزمون است، آزمون خنک خواهد شد. ته ابزار پلتیر در تماس حرارتی با چاهک حرارتی است، جایی که گرما توسط محیط خنک‌سازی کاهش می‌یابد. در مدت گرم کردن آزمون فرایند معکوس روی خواهد داد.

الف-۱-۴ منبع نور، برای فراهم کردن پرتو نور با طول موج $(660 \pm 10)\text{ nm}$. منبع نور به‌گونه‌ای جاسازی می‌شود که پرتو لازم با زاویه تند به آزمون برخورد کند. نور از ته صیقل داده شده فنجان آزمون بازتابش می‌شود. زمانی که آزمون یک مایع همگن باشد، پرتو نور بازتابش به درپوش اتاقک که سیاه رنگ است، برخورد می‌کند. سپس نور بازتابش توسط سطح سیاه جذب می‌شود. زمانی که بلورهای مومی در آزمون ظاهر می‌شوند، پرتو بازتابش توسط مرز فازهای جامد-مایع پراکنده می‌شود. بخش مهمی از نور پراکنده شده به عدسی برخورد می‌کند. (شکل الف-۲)

الف-۱-۵ آشکارسازهای نوری، برای پایش وضوح آزمون در بالای عدسی جاسازی می‌شوند. فاصله بین آشکارسازهای نوری و عدسی به‌گونه‌ای تعدیل می‌شود که تصویر آزمون روی سطح حساس به نور

آشکارسازهای نوری نمایش داده شود. برای پوشش ناحیه تصویر آشکارسازهای نوری به تعداد کافی به کار می‌رود.

الف-۲ رابط بیرونی دستگاه، شامل تعدادی نمایشگر و دکمه، همان‌گونه که در شکل الف-۳ نشان داده شده است. (طرح صحیح نمایشگرها و دکمه‌ها می‌تواند بسته به مدل مجموعه‌ها تفاوت داشته باشد).

الف-۲-۱ نمایشگر پیام، اطلاعاتی از وضعیت دستگاه ارائه می‌دهد. زمانی که دستگاه غیرفعال باشد و عیبی در آن یافت نشود، نمایشگر پیام "آماده به کار" را نشان می‌دهد. در پایان آزمون، نتیجه نمایش داده می‌شود. اگر نقصی در هر یک از اجزای اصلی دستگاه آشکار شود، نمایشگر پیام تشخیصی نشان می‌دهد. توضیح مفصل پیام‌های تشخیصی در کتاب راهنمای خدمات سازنده در دسترس است.

الف-۲-۲ نمایشگر دمای نمونه، دمای به روز شده نمونه را به دست می‌دهد، ثبت شده تا 0.1°C ، هر ۲ ثانیه.

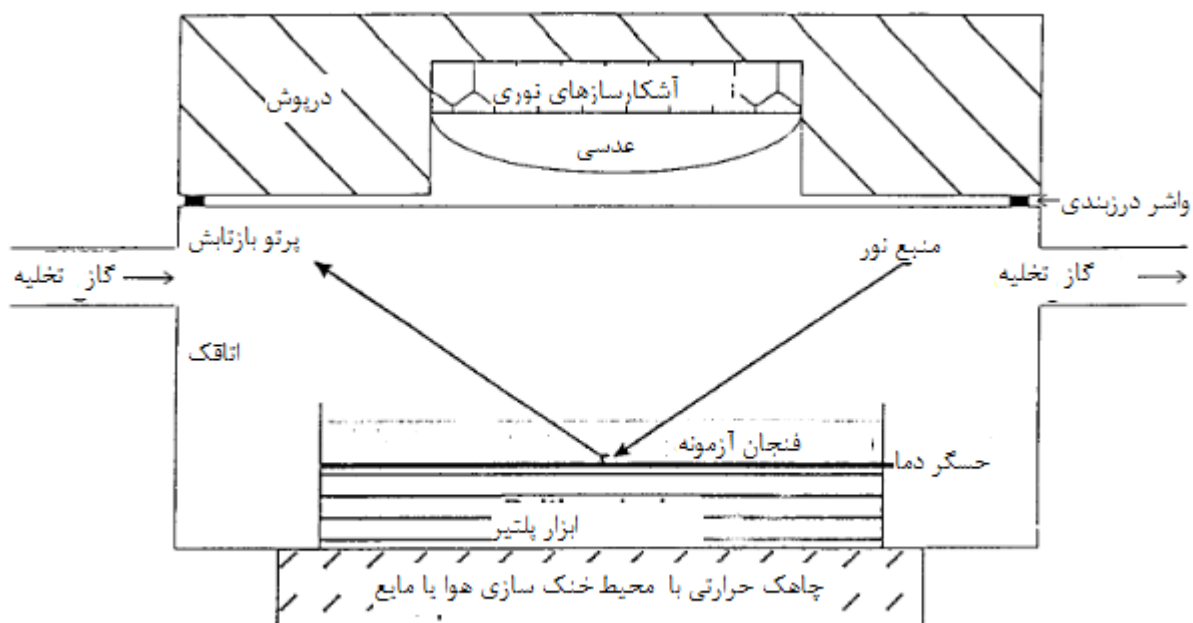
الف-۲-۳ نمایشگر علامت نور، تراز به روز شده نور پراکنده دریافت شده توسط آشکارسازهای نوری را هر ۲ ثانیه به دست می‌دهد. این اطلاعات توسط کارکنان خدمات فرایند رفع عیب استفاده می‌شود.

الف-۲-۴ فهرست دکمه‌ها، اجازه تعیین نیاز به پیش‌گرمایش را به آزمونگر می‌دهد.

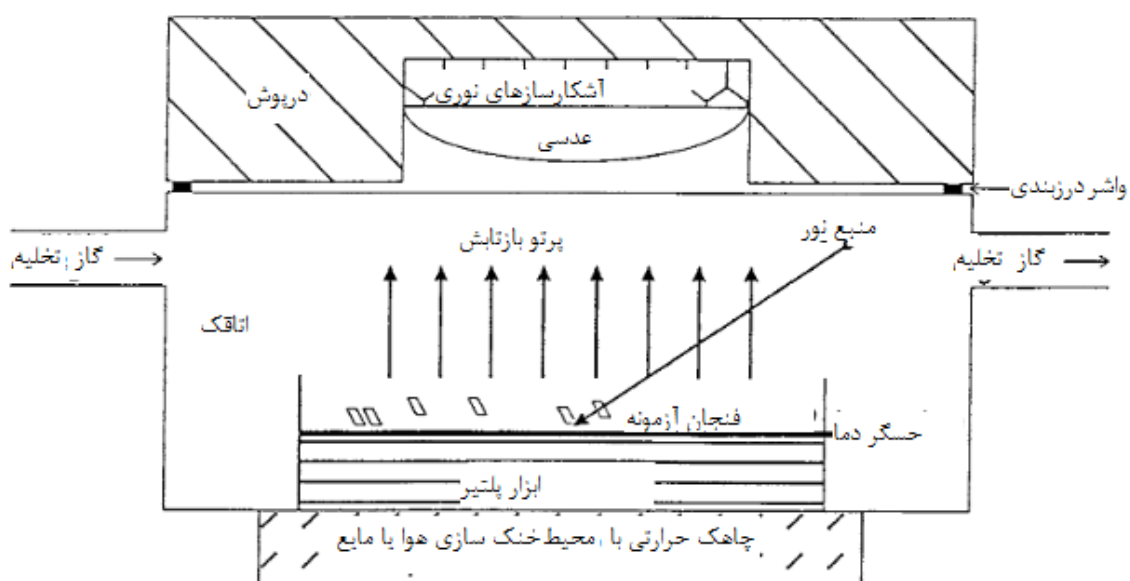
الف-۲-۵ دکمه شروع، همین که آزمون درون اتاقک آزمون قرار داده شد به آزمونگر اجازه شروع توالی اندازه‌گیری را می‌دهد.

الف-۲-۶ دکمه تنظیم مجدد، به آزمونگر اجازه متوقف کردن توالی اندازه‌گیری را می‌دهد. با فشار این دکمه، دستگاه بلافاصله توالی اندازه‌گیری را متوقف و نمونه را تا حدود 20°C گرم خواهد کرد.

یادآوری- شرح کامل دستگاه، نحوه نصب، دستور شروع به کار و دستور نگهداری دستگاه در کتاب راهنمای سازنده که همراه هر وسیله موجود است؛ آمده است.



شکل الف - ۱- الگویی از اتاقک آزمون



شکل الف-۲- آشکار سازی تشکیل بلور



شکل الف-۳- ظاهر دستگاه