



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۵۴۳

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

19543

1st.Edition

2015

اندازه‌گیری نقطه ابری فرآورده‌های نفتی به
روش خنک‌سازی مرحله‌ای با آشکارسازی
نوری

**Determination of cloud point of petroleum
products by optical detection stepped
cooling 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 حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) 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

«اندازه‌گیری نقطه ابری فرآورده‌های نفتی به روش خنک‌سازی مرحله‌ای با آشکارسازی نوری»

رئیس:

لرکی، آرش

(دکتری شیمی تجزیه)

سمت و/یا نمایندگی

هیات علمی دانشگاه علوم و فنون دریایی

خرمشهر

دبیر:

نجفی، زینب

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

احمدی، هدی

(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس سرویس‌های صنعتی و استاندارد

محصولات شرکت ملی پخش فرآورده‌های

نفتی منطقه اهواز

ارزانی، بهاره

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

اسدی، افشین

(لیسانس مهندسی شیمی)

تکنسین ارشد آزمایشگاه شیمیایی نفت

مسجد سلیمان

پوزش، سجاد

(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت نفت پاسارگاد

جولاباف، الهام

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

دایی، مینا

(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان

خوزستان

دریابر، افسانه

(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

سرپرست و مدیرفنی آزمایشگاه PET

شرکت پتروشیمی شهید تندگویان

مدیر مهندسی تولید شرکت پتروشیمی بندر
امام

قنواتی، جلال
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس

کجباف، نسیم
(فوق لیسانس شیمی)

هیات علمی جهاددانشگاهی خوزستان

سراجی، محمد مهدی
(فوق لیسانس پلیمر)

شیمیست ارشد آزمایشگاه شیمیایی نفت
مسجد سلیمان

کاوش، فرید
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

هیات علمی جهاد دانشگاهی خوزستان

گل محمدی قانع، حامد
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

کارشناس شرکت خوزستان پژوهش گستر
بردیا

مکوندی، علی
(فوق لیسانس شیمی)

تکنسین ارشد آزمایشگاه اداره شیمیایی
شرکت ملی مناطق نفتخیز جنوب

میر، اصغر
(لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

نقدی، تینا
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ه	پیش گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۲	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۴	۴ اصول آزمون
۵	۵ وسایل
۷	۶ مواد و/ یا واکنشگرها
۷	۷ نمونه برداری
۹	۸ آماده سازی وسایل
۱۰	۹ کالیبراسیون و استاندارد سازی
۱۰	۱۰ روش انجام آزمون
۱۱	۱۱ دقت و انحراف
۱۳	۱۲ گزارش آزمون

پیش‌گفتار

استاندارد " اندازه‌گیری نقطه ابری فرآورده‌های نفتی به روش خنک‌سازی مرحله‌ای با آشکارسازی نوری " که پیش‌نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط شرکت پرشیا پژوهش تهیه و تدوین شده است و در پنجاه و چهارمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۳/۱۲/۲۰ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

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

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

ASTM D 5771 : 2012, Standard Test Method for Cloud Point of Petroleum Products (Optical Detection Stepped Cooling Method)

مقدمه

این استاندارد یک روش آزمون جایگزین برای تعیین نقطه ابری شدن فرآورده‌های نفتی استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ با استفاده از یک دستگاه خودکار شرح می‌دهد. نتایج دمایی حاصل از این استاندارد معادل استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ به‌دست آمده است. هنگامی که به ویژگی‌های استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ نیاز است، این استاندارد یا هر استاندارد دیگری را بدون دستیابی به داده‌های مقایسه‌ای و توافق حاصل از وضع‌کننده الزامات استاندارد مربوطه جایگزین نکنید.

اندازه‌گیری نقطه ابری فرآورده‌های نفتی به روش خنک‌سازی مرحله‌ای با آشکارسازی

نوری

هشدار- در این استاندارد تمام موارد ایمنی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی مسئولیت برقراری شرایط ایمنی و سلامتی مناسب و تعیین قابلیت اجرای محدودیت‌ها قبل از استفاده بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری نقطه ابری فرآورده‌های نفتی و سوخت‌های بیودیزل^۱ به وسیله دستگاه خودکار با آشکارسازی نوری است.

این استاندارد برای تعیین نقطه ابری فرآورده‌های نفتی و سوخت‌های بیودیزلی که در لایه‌هایی به ضخامت ۴۰ mm شفاف هستند، کاربرد دارد.

این استاندارد در گستره دمایی °C -۶۰ تا °C +۴۹ با تفکیک °C ۰٫۱ کاربرد دارد. با این وجود گستره دمایی در برنامه آزمون مشارکتی بین آزمایشگاهی انجام شده در سال ۱۹۹۷ محدوده‌ی °C -۵۶ تا °C +۳۴ را پوشش می‌دهد.

برای فرآورده‌های نفتی و سوخت‌های بیودیزل، نقطه ابری شاخصی از پایین‌ترین دمای کاربردپذیری آن‌ها برای کاربردهای خاص می‌باشد. مقدار کافی از بلورهای مومی ممکن است صافی‌های مورد استفاده در بعضی از سیستم‌های سوخت را مسدود^۲ کند.

عملیات مخلوط کردن نفت به اندازه‌گیری دقیق نقطه ابری شدن نیاز دارد.

این استاندارد برای تعیین دمای آزمون در هر بلور مومی که به اندازه کافی تشکیل شده تا به صورت یک ابر مشاهده شود، با تفکیک °C ۰٫۱ کاربرد دارد.

این استاندارد نتایجی را ارائه می‌کند که اگر به نزدیک‌ترین عدد بعدی گرد شوند، معادل استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ می‌شود. به بند ۱۱-۲ مراجعه شود.

این استاندارد دقیق‌تر از استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ است.

یادآوری- مطابق بررسی بین آزمایشگاهی، تجدیدپذیری این استاندارد دقیق‌تر از استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ شناخته شده است.

از این استاندارد برای پایش انتقال فاز اجزای تشکیل‌دهنده ناچیز مانند آب کاربرد ندارد.

1- Biodiesel

2- Plug

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 ۵۴۳۸، آب- فرآورده‌های نفتی- تعیین نقطه ابری شدن- روش آزمون

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹، فرآورده‌های نفتی- روش‌های نمونه‌برداری

2-3 ASTM D4177, Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products

2-4 ASTM D6708, Practice for Statistical Assessment and Improvement of Expected Agreement Between Two Test Methods that Purport to Measure the Same Property of a Material

2-5 IP 219, Test Method for Cloud Point of Petroleum Products

2-6 IEC 751, Industrial Platinum Resistance Thermometer Sensors

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود.

۱-۳

بیودیزل

سوختی متشکل از استرهای منو آلکیل اسیدهای چرب با زنجیره بلند است که از روغن‌های گیاهی یا چربی‌های حیوانی به دست آمده است که به اختصار با B100 نشان داده می‌شود.

یادآوری- بیودیزل عموماً از واکنش روغن گیاهی یا حیوانی با یک الکل مثل متانول یا اتانول در حضور یک کاتالیزور برای تشکیل منو استر و گلیسرین حاصل می‌شود (منو استر اسید چرب، بیودیزل می‌باشد). این سوخت نوعاً ممکن است حداکثر ۱۴ نوع اسید چرب را شامل شود که به‌طور شیمیایی به استرهای متیل اسید چرب (FAME)^۱ تبدیل شده‌اند.

۲-۳

مخلوط بیودیزل

1- Fatty acid methyl esters

مخلوطی از سوخت بیودیزل با سوخت دیزلی پایه نفتی است که با BXX نشان داده می‌شود که در آن XX درصد حجمی بیودیزل می‌باشد.

۳-۳

نقطه ابری

در فرآورده‌های نفتی و سوخت‌های بیودیزل، دمای یک آزمون مایع است هنگامی که کوچک‌ترین خوشه^۱ قابل مشاهده از بلورهای هیدروکربن اولین بار پس از خنک‌سازی تحت شرایطی که قبلاً شرح داده شد، به وجود می‌آید.

یادآوری ۱- هنگامی که دمای آزمون به اندازه کافی پایین آید که منجر به ته‌نشین شدن بلورهای هیدروکربن شود، نقطه ابری شدن اتفاق می‌افتد. در یک مایع همگن، ابری شدن همیشه ابتدا در جایی از آزمون که دما در پایین‌ترین مقدار است، قابل مشاهده می‌باشد. نقطه ابری دمایی است که در آن بلورها، در ابتدا بدون توجه به موقعیتشان در آزمون ظاهر شده و این امر بعد از تبلور اتفاق نمی‌افتد. بلورهای هیدروکربنی که در دماهای پایین‌تر تشکیل می‌شوند معمولاً غیر از بلورهای مومی هستند و فقط شامل هیدروکربن‌های راست زنجیر نمی‌باشند.

یادآوری ۲- هدف از روش نقطه ابری، تشخیص حضور بلورهای مومی در آزمون است؛ اما ممکن است مقادیر ناچیزی آب و ترکیبات معدنی نیز وجود داشته باشد. منظور از روش نقطه ابری، به دست آوردن دمایی است که در آن مایعات موجود در آزمون شروع به تغییر از یک فاز مایع منفرد به یک سیستم دوفازی شامل جامد و مایع می‌کنند.

۴-۳

نقطه ابری شدن خودکار

دمای یک آزمون هنگامی که ظهور ابر، تحت شرایط این استاندارد تعیین می‌شود.

یادآوری- نقطه ابری در این استاندارد با استفاده از یک دستگاه خودکار که برای آشکارسازی تشکیل بلور از یک وسیله نوری بهره می‌گیرد، تعیین می‌شود. وسایل و شرایط این استاندارد از وسایل و شرایط استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ متفاوت است، هرچند مطابق بررسی بین آزمایشگاهی، نتایج تعیین شده معادل استاندارد ملی شماره ۵۴۳۸ باشند.

۵-۳

روش خنک‌سازی مرحله‌ای آشکارسازی نوری

در روش‌های آزمون نقطه ابری، روش انجام آزمون از سرعت خنک‌سازی از قبل تعیین شده، منبع آزمون و سیستم نوری برای آشکارسازی تشکیل بلور استفاده می‌کند.

یادآوری- سرعت خنک‌سازی از قبل تعیین شده، در بند ۴، ظرف آزمون و سیستم نوری برای آشکارسازی تشکیل بلور در بند ۶ شرح داده شده‌اند.

نقطه ابری معادل استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸

دمای یک آزمون در اعداد صحیح به وسیله گرد کردن نتیجه این روش آزمون به نزدیکترین عدد بعدی محاسبه می‌شود.

یادآوری- این استاندارد نتایجی با تفکیک 0.1°C ایجاد می‌کند. توصیه می‌شود آزمون‌گری که می‌خواهد نتایجی با چارچوبی مشابه استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ فراهم کند، این محاسبات را انجام دهد. بعضی از وسایل می‌توانند این محاسبات را به صورت خودکار انجام دهند.

جدول ۱- دماهای خنک‌سازی آزمون و ژاکت^۱

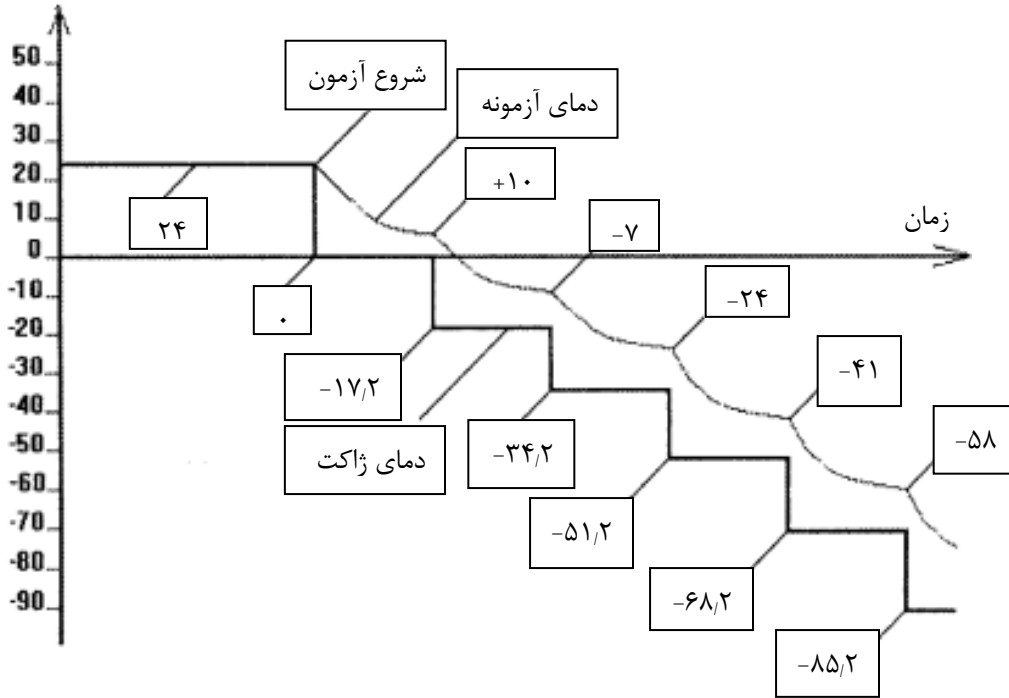
دمای ژاکت $^{\circ}\text{C}$	دمای آزمون $(^{\circ}\text{C})$
0 ± 0.5	$+10 < ST$
-17.2 ± 0.5	$-7 < ST \leq +10$
-34.2 ± 0.5	$-24 < ST \leq -7$
-51.2 ± 0.5	$-41 < ST \leq -24$
-68.2 ± 0.5	$-58 < ST \leq -41$
-85.2 ± 0.5	$-75 < ST \leq -58$

۴ اصول آزمون

بعد از قرار دادن ظرف آزمون^۲ (بیان شده در بند ۵-۳) حاوی آزمون در دستگاه و شروع برنامه، آزمون مطابق الگو خنک‌سازی فهرست شده در جدول ۱ به صورت پلکانی خنک می‌شود. آزمون به‌طور مداوم به وسیله یک سیستم نوری انعکاسی^۳ (بند ۵-۱ و شکل ۲) برای تشکیل یک ساختار متبلور پایش می‌شود. هنگامی که متبلور شدن موم در آزمون به وسیله سیستم نوری آشکارسازی می‌شود، دما با تفکیک حدود 0.1°C ثبت می‌شود. سپس به منظور تسهیل شروع آزمون بعدی، آزمون حرارت داده می‌شود.

1- Jacket
2- Jar test
3- Reflective

دما (°C)



شکل ۱- الگوی خنک‌سازی آزمونه و ژاکت نقطه ابری شدن خودکار

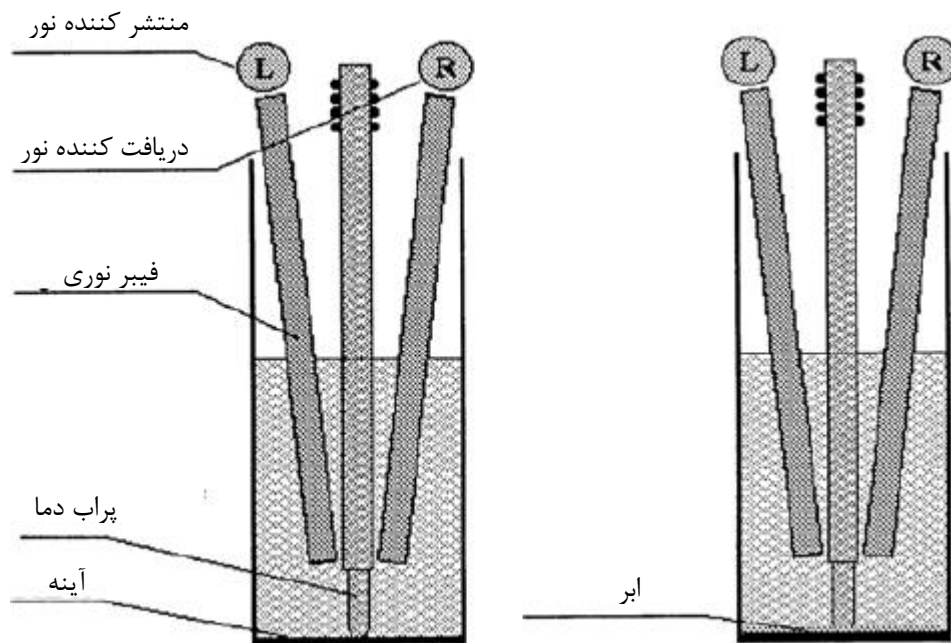
۵ وسایل

۱-۵ دستگاه تعیین نقطه ابری نوری، دستگاه نقطه ابری خودکار (مطابق شکل ۳) توصیف شده در این استاندارد شامل یک کنترل‌کننده ریزپردازنده^۱ است که قادر به کنترل یک یا چند سل آزمون مستقل است. دستگاه باید شامل تجهیزاتی برای کنترل مستقل دمای هرکدام از سل‌ها مطابق الگو خنک‌سازی مشخص‌شده، پایش پیوسته دمای آزمونه، آشکارسازی ظهور نقطه ابری شدن در ته ظرف آزمون بدون خارج کردن آن از ژاکت و نمایش نتیجه با تفکیک 0.1°C یا 1.0°C باشد (مطابق شکل ۲ و شکل ۴).

۲-۵ پراب^۲ دما از کلاس^۳ A در استاندارد IEC 751، قادر به اندازه‌گیری از -50°C تا $+80^\circ\text{C}$. پراب دما باید در تماس با ته ظرف آزمون باشد.

$$\Delta T = \pm(0.15 + 0.002|T|)$$

1- Microprocessor controller
2- Probe
3-Class



شکل ۲- ظرف آزمون و سیستم آشکارسازی

۳-۵ ظرف آزمون، شیشه استوانه‌ای شکل شفاف، با کف مسطح آینه‌ای، با قطر خارجی (34 ± 0.5) mm، ضخامت دیواره (1.4 ± 0.15) mm، ارتفاع (120 ± 0.5) mm و ضخامت کف ظرف (2.0 ± 0.5) mm که به‌منظور نشان دادن ارتفاع نمونه در فاصله (54 ± 0.5) mm بالاتر از کف ظرف در قسمت داخلی با یک خط نشانه‌گذاری شده است.

۴-۵ ژاکت، از جنس برنج، استوانه‌ای شکل و دارای ته مسطح، با عمق (113 ± 0.2) mm و قطر داخلی (45 ± 0.1) mm. ژاکت باید مطابق الگو خنک‌سازی مشخص شده، خنک شود.

۵-۵ سیستم خنک‌سازی، مجهز به یک سیستم خارجی با یک پمپ گرداننده^۱ و قادر به تثبیت دمای حداقل 10°C پایین‌تر از آخرین سطح دمای موردنیاز ژاکت (مطابق جدول ۱ و شکل ۴) یا یک سیستم داخلی قادر به تثبیت دماهای موردنیاز ژاکت (مطابق جدول ۱ و شکل ۴).

۶-۵ صفحه گرد چوب پنبه‌ای^۲، با ضخامت (6 ± 0.2) mm، با اندازه مناسب برای قرارگرفتن آزادانه در داخل ژاکت. می‌توان از نمد^۳ استفاده کرد اما باید دقت شود رطوبت در صفحه نمدی نفوذ نکند. نمد باید قبل از هر آزمون خشک شود.

1- Circulating pump

2- Cork Disk

3- Felt

۵-۷ واشر چوب پنبه‌ای^۱، با اندازه مناسب برای قرارگرفتن راحت پیرامون لبه خارجی ظرف آزمون و قرارگرفتن قرارگرفتن آزادانه در داخل سل نمونه. هدف استفاده از واشر، جلوگیری از تماس ظرف آزمون با ژاکت است.

۶ مواد و/یا واکنشگرها

به جز موارد مشخص شده در این استاندارد در همه آزمون‌ها باید از واکنشگرهای خالص شیمیایی استفاده شود. درجات دیگر می‌توانند مشروط بر دارا بودن خلوص به اندازه کافی بالا و بدون کاهش درستی اندازه‌گیری استفاده شوند.

۶-۱ حلال‌های تمیزکاری، مناسب برای تمیزکاری و خشک کردن سل آزمون، به‌عنوان مثال نفتا^۲ و هگزان.

۶-۲ متانول، بدون آب، به‌منظور استفاده به‌عنوان محیط خنک‌سازی در سیستم خنک‌سازی حمام گردشی در هنگام استفاده.

۶-۳ سدیم سولفات، توصیه می‌شود در صورت نیاز از سدیم سولفات بدون آب با درجه واکنشگر استفاده شود. هشدار - سدیم سولفات اشتعال‌پذیر است. در حالت مایع موجب سوزش چشم‌ها می‌شود. بخارات آن مضر است. ممکن است در صورت بلعیدن یا استنشام کشنده بوده یا موجب کوری شود.

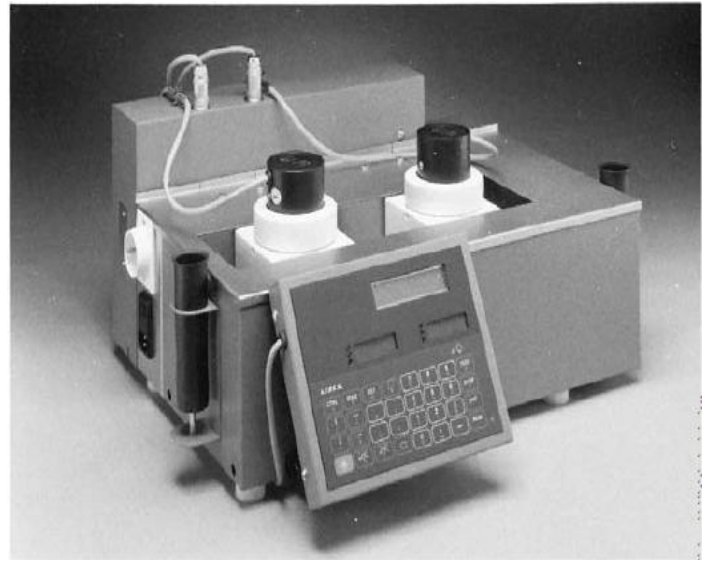
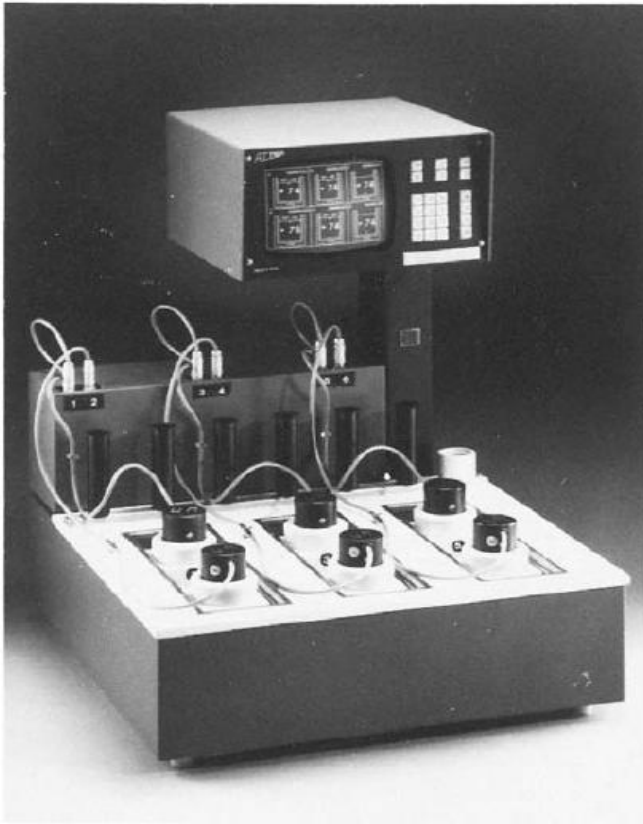
۷ نمونه‌برداری

۷-۱ یک نمونه مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹ و استاندارد ASTM D4177 به‌دست آورید.

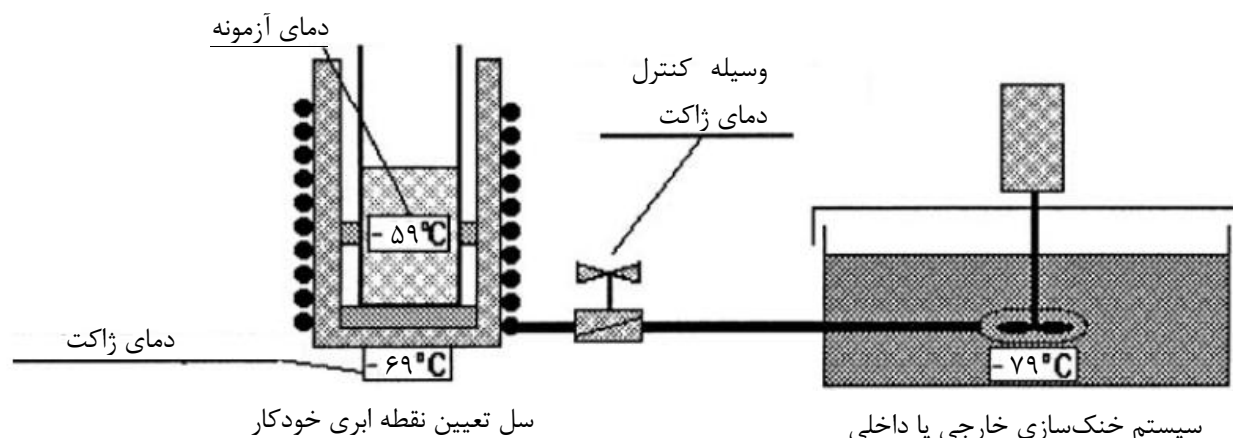
۷-۲ نمونه‌هایی از مواد با گراندروی بالا را قبل از آزمون تا زمانی که به‌طور قابل قبولی روان شوند، گرم کنید. در عین حال توصیه می‌شود نمونه بیش‌تر از مقدار نیاز حرارت داده نشود.

۷-۳ نمونه نباید تا بالاتر از دمای ۷۰ °C حرارت داده شود. اگر نمونه تا دمای بالاتر از ۷۰ °C حرارت داده شد، قبل از صاف کردن یا قراردادن آن در دستگاه، اجازه دهید تا دمای پایین‌تر از ۷۰ °C خنک شود.

1- Cork ring
2- Petroleum naphtha



شکل ۳- دستگاه اندازه‌گیری نقطه ابری خودکار



شکل ۴- محفظه خنک‌سازی ظرف آزمون و سیستم خنک‌سازی

۴-۷ هنگامی که رطوبت در نمونه وجود دارد، رطوبت را به وسیله روشی مانند صاف کردن با کاغذ صافی خشک بدون پرز حذف کنید تا نمونه به خوبی شفاف شود اما چنین صاف کردنی را در دمای حداقل 14°C بالاتر از نقطه ابری مورد انتظار انجام دهید.

یادآوری- همیشه ابتدا ابری از موم یا کدری در کف ظرف آزمون که دارای پایین‌ترین دما است، مشاهده می‌شود. معمولاً به علت وجود مقادیر بسیار کم آب در آزمون، کدری جزئی در سر تا سر آزمون ایجاد می‌شود که به تدریج با کاهش دما بیش‌تر ظاهر می‌گردد. عموماً این کدری حاصل از آب در تعیین نقطه ابری موم مزاحمتی ایجاد نمی‌کند. در بیش‌تر موارد مزاحمت، صاف کردن با کاغذهای صافی خشک بدون پرز مطابق آنچه در بند ۱۰-۲ شرح داده شده، مناسب می‌باشد.

۵-۷ در مورد سوخت‌های دیزلی اگر کدری خیلی بالا^۱ بود، باید قسمت تازه‌ای از نمونه به میزان ۱۰۰ ml را با ۵ g سدیم سولفات بدون آب به مدت حداقل ۵ دقیقه تکان داده تا خشک شود و سپس به وسیله کاغذ صافی خشک بدون پرز صاف کنید. اعمال زمان تماس کافی به این مرحله، کدری حاصل از آب را برطرف کرده یا به طور مؤثری کاهش می‌دهد. بنابراین ابر موم می‌تواند به راحتی تشخیص داده شود. توصیه می‌شود خشک کردن و صاف کردن همیشه در یک دمای حداقل 14°C بالاتر از نقطه ابری شدن تقریبی و از سوی دیگر در دمای حداکثر 49°C انجام شود.

۸ آماده‌سازی وسایل

۱-۸ دستگاه را مطابق دستورکارهای سازنده برای عملیات آماده‌سازی کنید.

1- Very dense

۲-۸ هد^۱ آزمون و ظرف آزمون را با استفاده از حلال‌های مناسب شرح داده شده توسط سازنده تمیز و خشک کنید.

۳-۸ در صورت نیاز، نقطه تنظیم سیستم خنک‌سازی را بر روی دمای ویژه‌ای تنظیم کنید به طوری که ژاکت تا دمای موردنیاز خنک شود (مطابق جدول ۱).

۹ کالیبراسیون و استانداردسازی

۱-۹ اطمینان حاصل کنید که برای کالیبراسیون، بررسی و عملیات دستگاه از دستورکارهای سازنده پیروی می‌شود.

۱-۱-۹ یک شبیه‌ساز هد آزمون با یک مقاومت مشخص برای کالیبراسیون تجهیزات استفاده می‌شود. از دستورکارهای کالیبراسیون سازنده پیروی کنید.

یادآوری- شبیه‌ساز هد آزمون ممکن است از طریق تأمین کننده دستگاه به دست آید که می‌تواند در تصدیق اندازه‌گیری دما کمک کند.

۲-۹ یک نمونه با یک توافق دوطرفه نقطه ابری را می‌توان مانند نمونه‌ای از یک برنامه بین آزمایشگاهی برای تصدیق عملکرد دستگاه مورد استفاده قرار داد.

۱۰ روش انجام آزمون

۱-۱۰ واحد دمای دستگاه را بر روی 1°C یا 0.1°C تنظیم کنید.

یادآوری- واحد دما در کارهای آزمایشگاهی معمول 1°C است. در صورت نیاز به تفکیک بالاتر، می‌توان 0.1°C را انتخاب کرد.

۲-۱۰ با استفاده از یک حمام آب یا گرم‌خانه، نمونه را به یک دمای حداقل 14°C بالاتر از نقطه ابری مورد انتظار برسانید. هنگامی که رطوبت در نمونه وجود دارد، رطوبت موجود را به وسیله روشی مانند صاف کردن با کاغذ صافی خشک بدون پرز حذف کنید تا نمونه کاملاً شفاف شود اما یک چنین صاف کردنی را در یک دمای حداقل 14°C بالاتر از نقطه ابری شدن تقریبی و از سوی دیگر در دمای پایین‌تر از 70°C انجام دهید.

۳-۱۰ نمونه شفاف را به داخل ظرف نمونه تا خط نشانه بریزید.

۴-۱۰ یک صفحه چوب پنبه‌ای را کف ژاکت در سل مناسب و یک واشر چوب پنبه‌ای را پیرامون ظرف آزمون قرار دهید. در صورت نیاز، برای تنظیم نهایی از راهنمای جای‌گذاری چوب پنبه استفاده کنید. واشر چوب پنبه‌ای باید $mm (25 \pm 3.0)$ بالاتر از کف ظرف آزمون قرار بگیرد.

یادآوری - راهنمای جای گذاری چوب پنبه را می توان از تأمین کننده دستگاه به دست آورد، این راهنما می تواند در جای گذاری صحیح و اثر چوب پنبه ای کمک کند.

۵-۱۰ ظرف آزمون را در سل آزمون مناسب قرار دهید. هد آشکارساز را مطابق دستورکارهای سازنده متصل کنید.

۶-۱۰ آزمون را مطابق دستورکارهای سازنده شروع کنید. سپس دستگاه باید به صورت خودکار دمای ژاکت را مطابق جدول ۱ تنظیم کرده و پایش نوری آزمون را برای نقطه ابری شروع کند. دستگاه باید دمای ژاکت و دمای آزمون را در طول روش انجام آزمون پایش کرده و نمایش دهد.

۷-۱۰ دستگاه باید پایش را ادامه داده و دمای ژاکت را مطابق جدول ۱ تنظیم کند. زمان تغییر از یک سطح دمایی ژاکت به سطح دمایی ژاکت بعدی نباید از ۲۰۰ ثانیه بیشتر شود، برای ژاکت دما تا $C \square 52$ - پایین می آید.

یادآوری - توصیه می شود برای دماهای پایین تر ژاکت، زمان تغییر از یک سطح دمایی ژاکت به دمای بعدی ژاکت بیش تر ۳۰۰ ثانیه نشود. دماهای سیستم خنک سازی را تا حد ممکن پایین نگه دارید تا این دماهای ژاکت در کوتاه ترین دوره زمانی ممکن به دست آیند و از سیستم خنک سازی دارای ظرفیت خنک سازی با قابلیت دست یابی به پایین ترین دمای مورد نیاز استفاده کنید.

۸-۱۰ دستگاه باید نقطه ابری شدن را در کف ظرف آزمون تشخیص دهد و دماها را به صورت انتخاب شده در جدول بند ۱-۱۰ نمایش داده و ثبت کند. دستگاه باید مجهز به هشداردهنده صوتی باشد که در هنگام تشخیص نقطه ابری شدن فوراً آزمون گر را آگاه سازد. این قابلیت به آزمون گر اجازه می دهد که آزمون را از دستگاه خارج و تشکیل ابر را به صورت چشمی بازرسی کرده و در صورت نیاز نتیجه را تصدیق کند.

۹-۱۰ بعد از تعیین نقطه ابری شدن، دستگاه باید دمای ژاکت را بر روی $C (23 \pm 2)$ تنظیم کند.

۱۱ دقت و انحراف^۱

دقت این استاندارد براساس بررسی آماری نتایج آزمون های بین آزمایشگاهی به شرح زیر می باشد:

۱-۱۱ تکرارپذیری

اختلاف بین دو نتیجه آزمون متوالی که توسط آزمون گر یکسان با وسایل یکسان تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمون یکسان به دست آمده در مدت طولانی، در عملیات معمولی و صحیح این روش آزمون تنها در یک مورد از بیست مورد از $C 2/2$ بیش تر می شود.

۲-۱۱ تجدیدپذیری

1- Bias

اختلاف بین دو نتیجه منفرد و مستقل که توسط آزمون‌گرهای مختلف در آزمایشگاه‌های مختلف روی مواد آزمون یکسان به‌دست آمده در مدت طولانی، در عملیات معمولی و صحیح این روش آزمون تنها در یک مورد از بیست مورد از $3/9^{\circ}\text{C}$ بیش‌تر می‌شود.

۳-۱۱ توضیحات دقت از یک برنامه آزمون مشارکتی بین آزمایشگاهی انجام شده در سال ۱۹۹۷ گرفته شده است. شرکت‌کنندگان مجموعه‌هایی شامل ۱۱ نمونه را به‌صورت مخلوط‌های دو جزئی متشکل از سوخت‌های تقطیر شده و روغن‌های روان‌کننده را در گستره دمایی 34°C تا 56°C آنالیز کردند. ده آزمایشگاه با ماشین‌های خودکار و هشت آزمایشگاه به‌صورت دستی مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ شرکت کردند. اطلاعاتی در مورد نوع نمونه‌ها و نقطه‌های ابری میانگین در گزارش تحقیقاتی موجود است.

۴-۱۱ انحراف

از آنجایی که مواد مرجع پذیرفته شده مناسبی برای تعیین انحراف روش آزمون موجود در این استاندارد وجود ندارد، نمی‌توان انحراف را تعیین کرد.

۵-۱۱ انحراف نسبی

نتایج برنامه بین آزمایشگاهی برای انحراف نسبت به استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ بررسی شده است. هرچند از نظر آماری انحراف معنی‌داری مشاهده شد، بزرگی آن به اندازه کافی کوچک ($0/56^{\circ}\text{C}$) بود که از نظر عملی اهمیت کمی دارد.

۶-۱۱ دقت برای فرآورده‌های بیودیزل

دقت این استاندارد براساس بررسی آماری نتایج آزمون‌های بین آزمایشگاهی به شرح زیر می‌باشد:

۷-۱۱ تکرارپذیری برای مخلوط‌های بیودیزل در دیزل

اختلاف بین دو نتیجه آزمون متوالی که توسط آزمون‌گر یکسان با وسایل یکسان تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمون یکسان در مدت طولانی، در عملیات معمولی و صحیح این روش آزمون به‌دست آمده باشد تنها در یک مورد از بیست مورد از $1/2^{\circ}\text{C}$ بیش‌تر می‌شود.

۸-۱۱ تجدیدپذیری برای مخلوط‌های بیودیزل در دیزل

اختلاف بین دو نتیجه منفرد و مستقل که توسط آزمون‌گرهای مختلف در آزمایشگاه‌های مختلف روی مواد آزمون یکسان، در مدت طولانی، در عملیات معمولی و صحیح این روش آزمون به‌دست آمده باشد تنها در یک مورد از بیست مورد از $2/7^{\circ}\text{C}$ بیش‌تر می‌شود.

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

۹-۱۱ توضیحات دقت از یک برنامه آزمون مشارکتی بین آزمایشگاهی انجام شده در سال ۲۰۰۱ گرفته شده است. شرکت‌کنندگان مجموعه‌هایی شامل ۱۱ نمونه را به‌صورت مخلوط‌های دو جزئی متشکل از سوخت‌های

تقطیر شده نفتی و سوخت‌های بیودیزل مختلف را در گستره دمایی 10°C تا 45°C آنالیز کردند. ^۱نه آزمایشگاه با ماشین‌های خودکار و ده آزمایشگاه به‌صورت دستی مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸ شرکت کردند. اطلاعاتی در مورد نوع نمونه‌ها و نقطه‌های ابری شدن میانگین در گزارش تحقیقاتی موجود است.

یادآوری ۱- یکی از نتایج مطالعه بین آزمایشگاهی انتخاب انواع نمونه است که در مطالعه انجام شده برای دشواری در تعیین جمله دقت استفاده شده است. نفت سفید^۱ یک نوع سوخت به‌اندازه کافی متفاوت از بیودیزل است که موجب مقدار اندکی جداسازی فازهای مبتنی بر خنک‌سازی در مخلوط‌های B20 است. همچنین نمونه نفت سفید خاص مورد استفاده غیرمعمولی بود که مطالعه را بیشتر پیچیده کرد. بنابراین، داده‌های حاصل از مخلوط‌های نفت سفید در بیودیزل در بیان دقت مورد استفاده قرار نگرفته است. علاوه بر این، سوخت دیزلی مورد استفاده در گزارش تحقیقاتی از مواد با نقطه ابری شدن بالا بود. به‌خاطر نقطه‌آوری ماده دیزلی پایه، گستره دمایی بیان دقت محدود شده بوده است.

یادآوری ۲- مطالعه ابری شدن بین آزمایشگاهی بعدی که انجام خواهد شد شامل طیف وسیع‌تری از سوخت‌های بیودیزل با سهم-های مختلفی از مخلوط حاصل از تقطیر خواهد بود.

۱۱-۱۰ انحراف برای فرآورده‌های بیودیزل

از آنجایی که مواد مرجع پذیرفته شده مناسبی برای تعیین انحراف روش آزمون موجود در این استاندارد وجود ندارد، نمی‌توان انحراف را تعیین کرد.

۱۱-۱۱ انحراف نسبی

آنالیز آماری برنامه آزمون بین آزمایشگاهی برای انحراف مربوط به استاندارد ایران شماره ۵۴۳۸ برای مخلوط‌های بیودیزل موجود در نمونه‌های دیزل تعیین نشده است.

۱۱-۱۲ انحراف نسبی بین مدل‌های (2)CPP97-6 و CPP5Gs - آنالیز آماری بین انحراف روش به‌وسیله استاندارد ASTM D6708 نشان می‌دهد که انحراف آماری بین مدل‌های تجهیزات وجود ندارد.

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

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

۲-۱۲ هر گونه مورد غیر معمول مشاهده شده در حین اندازه‌گیری؛

۳-۱۲ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به‌طور اختیاری در نظر گرفته می‌شود.

۴-۱۲ نام و نام خانوادگی آزمون‌گر؛

۵-۱۲ تاریخ انجام آزمون؛