



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۸۲۱۳

چاپ اول

۱۳۹۲

INSO

18213

1st.Edition

2013

تعیین نقطه اشتعال - تعادل سریع کاپ بسته - روش  
آزمون

**Determination of flash point- Rapid equilibrium  
closed cup-Test method**

ICS:75.080 ; 87.040

## به نام خدا

### آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

نام مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است. تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، 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)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> 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) و 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) و 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  
« تعیین نقطه اشتعال - تعادل سریع کاپ بسته - روش آزمون »

**رئیس :**

آذری، احمد

(دکتری مهندسی شیمی)

**دبیر :**

رازه، لیلا

(لیسانس مهندسی شیمی)

**اعضاء :** (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

باقری، اعظم

(لیسانس مهندسی شیمی)

برکت، محمد

(فوق لیسانس شیمی)

بهره‌مند، محمد رحیم

(فوق لیسانس مهندسی شیمی خاک)

پورجم، نوید

(لیسانس شیمی)

خسرویان، محمد

(لیسانس مهندسی شیمی)

دانشور، محمد

(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

شیخیانی، فاطمه

(لیسانس شیمی محض)

فرزانه، سمیه

(لیسانس شیمی محض)

**سمت و / یا نمایندگی**

هیئت علمی دانشگاه خلیج فارس بوشهر

کارشناس کنترل کیفیت شرکت فراساحل

کارشناس شرکت شاخه زیتون لیان

کارشناس اداره استاندارد استان بوشهر

مدیرکل اداره استاندارد استان بوشهر

کارشناس اتاق بازرگانی شهرستان بوشهر

کارشناس شرکت پتروشیمی پارس

کارشناس شرکت پتروشیمی آریاساسول

کارشناس شرکت حافظان انرژی بی‌همتا

کارشناس شرکت حافظان انرژی بی‌همتا

کارشناس

کردیان زاده، امید  
(لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس شرکت بازرگانی و خدمات بندری  
ایران

کرمی، زهرا  
(لیسانس شیمی محض)

کارشناس اداره استاندارد استان بوشهر

مهاجر، سمیه  
(کارشناس ارشد شیمی)

کارشناس فنی شرکت صنایع رنگ سازی کهر

مهدی زاده، مراد  
(کارشناس ارشد شیمی)

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش‌گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاح و تعریف
۲	۴ اصول کلی
۲	۵ مواد و/ یا واکنشگرها
۲	۶ تجهیزات
۳	۷ آماده‌سازی تجهیزات
۴	۸ نمونه‌برداری
۵	۹ جابجایی نمونه
۵	۱۰ روش کار
۷	۱۱ محاسبه
۸	۱۲ بیان نتایج
۸	۱۳ دقت
۹	۱۴ گزارش آزمون
۱۱	پیوست الف (الزامی) دستگاه آزمون نقطه اشتعال
۱۷	پیوست ب (الزامی) ویژگی‌های دماسنج
۱۸	پیوست پ (اطلاعاتی) تصدیق دستگاه
۲۱	پیوست ت (اطلاعاتی) استفاده از کاپ الحاقی
۲۲	پیوست ث (اطلاعاتی) کتاب‌نامه

## پیش گفتار

استاندارد " تعیین نقطه اشتعال - تعادل سریع کاپ بسته - روش آزمون " که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده است و در پنجمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۲/۰۸/۱۵ 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 می شود.

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 ارایه 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 ماخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO 3679:2004; Determination of flashpoint-Rapid equilibrium closed cup-Test method.

## مقدمه

این استاندارد یکی از دو روش‌های تعادلی کاپ بسته<sup>۱</sup> برای تعیین نقطه اشتعال<sup>۲</sup> رنگ‌ها، جلاها، پیونده رنگ‌ها، حلال‌ها، چسب‌ها، نفت و فرآورده‌های مرتبط را شرح می‌دهد. در انتخاب روش توصیه می‌شود، این استاندارد همراه با روش دوم<sup>[4]</sup> ISO 1523، مورد مطالعه قرار گیرد. در صورت استفاده از آشکارساز اشتعال (به بند الف-۱-۶ مراجعه شود) این استاندارد ملی برای تعیین نقطه اشتعال متیل استر اسیدهای چرب (FAME)<sup>۵</sup> نیز مناسب است.

در این استاندارد ISO 3679، آزمون تنها موقعی انجام می‌گیرد که ماده تحت آزمون و مخلوط هوا/بخار بالای ماده درون کاپ آزمون بطور تقریبی در تعادل دمایی باشند.

تجهیزات مشخص شده در این استاندارد ملی، امکان ارزیابی نتایج مشابه را با روش کار سریع‌تر و با مقدار کوچکتری از آزمون (۲ ml یا ۴ ml) نسبت به استاندارد ISO 1523 امکان پذیر می‌سازد. به علاوه، دستگاه می‌تواند به صورت قابل حمل ساخته شود، به صورتی که علاوه بر استفاده‌های معمول آزمایشگاهی، در محل نیز مورد استفاده قرار گیرد.

بررسی‌های گروهی نشان داده است که نتایج بدست آمده به وسیله این روش کارها قابل مقایسه هستند (به کتاب‌نامه [۶] مراجعه شود). از آنجا که نتایج نقطه اشتعال مخلوط حلال‌های حاوی هیدروکربن‌های هالوژن‌دار می‌تواند غیرعادی باشد، بنابراین بهتر است تفسیر نتایج با احتیاط انجام شود (به کتاب‌نامه [۷] مراجعه شود). مقادیر نقطه اشتعال خاصیت فیزیکی- شیمیایی ثابت مواد آزمون شده نیستند. آن‌ها تابعی از طراحی تجهیزات، شرایط استفاده از تجهیزات و روش‌های کاری می‌باشند. به همین دلیل نقطه اشتعال تنها می‌تواند برحسب یک روش آزمون استاندارد، تعریف شود و هیچ همبستگی معتبر معمولی نمی‌تواند بین نتایج بدست آمده به وسیله روش آزمون‌های متفاوت یا با تجهیزات آزمون متفاوت از آنچه که مشخص شده است تضمین گردد.

---

1- Closed cup equilibrium  
2- Flash point  
3- Paint binders  
4- Adhesives  
5- Fatty acid methyl esters

## تعیین نقطه اشتعال - تعادل سریع کاپ بسته - روش آزمون

هشدار - در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسیولیت برقراری شرایط ایمنی و سلامتی مناسب و اجرای آن برعهده کاربر این استاندارد می باشد.

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارایه روش تعیین نقطه اشتعال به روش کاپ بسته است. این استاندارد، برای رنگها (شامل پوشرنگ آب برد<sup>۱</sup>)، جلاها، پیوند دهنده رنگها، چسبها، حلالها، نفت و فرآوردههای مرتبط دارای نقطه اشتعال در گستره  $30^{\circ}\text{C}$  تا  $300^{\circ}\text{C}$  کاربرد دارد.

یادآوری - در صورت استفاده از آشکارساز اشتعال (به زیر بند الف-۱-۶ مراجعه شود) این استاندارد ملی برای تعیین نقاط اشتعال متیل استر اسیدهای چرب نیز مناسب است.

### 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 می شود. 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: سال ۱۳۸۸، روش نمونهبرداری دستی از مواد و فرآوردههای نفتی

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۰۹: سال ۱۳۸۳، رنگها و جلاها-آزمون و تهیه نمونههای آزمون

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۰۳۵: سال ۱۳۸۶، رنگها، جلاها و مواد اولیه آنها-نمونهبرداری

2-4 ISO 1371:1988; Petroleum products-Liquid hydrocarbons-Automatic pipeline sampling.

### ۳ اصطلاح و تعریف

در این استاندارد، اصطلاح و تعریف زیر به کار می رود:

۱-۳

نقطه اشتعال



حداقل دمای تصحیح شده آزمون در فشار اتمسفری  $101,3 \text{ kPa}$  (اندازه‌گیری شده به روش توضیح داده شده) می‌باشد، که در آن دما، استفاده از شعله آزمون منجر به جرقه لحظه‌ای بخار آزمون و انتشار شعله در سراسر سطح مایع تحت شرایط مشخص شده آزمون می‌شود.

#### ۴ اصول آزمون

آزمون با حجم مشخص، به کاپ آزمونی که در درجه حرارت تخمینی نقطه اشتعال آن ماده نگهداری شده، منتقل می‌گردد. پس از زمان مشخص، شعله آزمون اعمال شده و وجود یا عدم وجود اشتعال مشاهده می‌شود. آزمون‌های بیشتر با آزمون‌های جدید در دماهای مختلف انجام می‌شود تا نقطه اشتعال با حساسیت مشخص شده تعیین گردد.

#### ۵ مواد و/یا واکنشگرها

##### ۱-۵ حلال تمیز کننده

حلال مناسب برای از بین بردن آثار آزمون قبلی، از کاپ آزمون و درپوش است.

یادآوری- انتخاب حلال به ماده قبلی آزمون شده و سرسختی باقیمانده بستگی دارد. مجاز است حلال‌های آروماتیکی با فراریت کم (عاری از بنزن) برای از بین بردن اثر روغن مورد استفاده قرار گیرد، و مخلوط‌هایی مانند تولوئن- استن- متانول ممکن است برای حذف رسوبات صمغی شکل موثر باشد.

##### ۲-۵ مایعات تصدیق شده

یک سری از مواد مرجع گواهی شده (CRM)<sup>۱</sup> و/یا استانداردهای کاری ثانویه (SWS)<sup>۲</sup> مطابق با آنچه که در پیوست پ توضیح داده شده است، وجود دارد.

#### ۶ تجهیزات

##### ۱-۶ کلیات

پیوست الف شامل تجهیزات، جزییات کاپ و پوشش مونتاژی، با ابعاد و الزامات ویژه شرح داده شده است (به شکل الف-۱ تا الف-۵ مراجعه شود). اندازه‌گیری نقاط اشتعال خارج از گستره  $30^{\circ}\text{C}$  تا  $300^{\circ}\text{C}$ ، ممکن است به بیش از یک دستگاه نیاز داشته باشد.

##### ۲-۶ سرنگ‌ها

۱-۲-۶ سرنگ  $2 \text{ ml}$  برای برداشت  $(2,00 \pm 0,05) \text{ ml}$ ، در صورت لزوم، مجهز به سوزن مناسب برای استفاده در تجهیزات تا و شامل دمای  $100^{\circ}\text{C}$  تنظیم شده است. در هنگام آزمون FAME،  $2 \text{ ml}$  از نمونه در تمام درجه حرارت‌ها استفاده می‌شود.

1- Certified reference material

2- Secondary working standard

۲-۲-۶ سرنگ ۵ ml برای برداشت ml (۴/۰۰±۰/۱۰)، در صورت لزوم، مجهز به سوزن مناسب برای استفاده در تجهیزات در دماهای بالای ۱۰۰°C تنظیم شده است. در هنگام آزمون FAME، سرنگ ۵ ml نیاز نیست.

۳-۶ بارومتر، با دقت ۰/۱ kPa. نباید از بارومترهای از پیش تصحیح شده جهت قرائت‌های سطح دریا، مانند آن‌هایی که در ایستگاه‌های آب و هوایی و فرودگاه‌ها کاربرد دارند، استفاده شود.

۴-۶ حمام گرم کننده یا آون (اختیاری) در صورت لزوم برای گرم کردن نمونه‌ها، با دقت  $\pm 5^{\circ}\text{C}$  استفاده می‌شود. در صورت استفاده از آون، باید به طور طبیعی برای بخارات هیدروکربنی ایمن باشد. توصیه می‌شود که آون با حفاظ انفجاری باشد.

۵-۶ حمام سرد کننده یا فریزر (اختیاری) در صورت لزوم، برای سرد کردن نمونه‌ها که قادر به سرد کردن نمونه تا  $10^{\circ}\text{C}$  پایین‌تر از نقطه اشتعال مورد انتظار و با دقت  $\pm 5^{\circ}\text{C}$  باشد، در صورت استفاده از فریزر، باید دارای طراحی با حفاظ انفجاری باشد.

۶-۶ پوشش حفاظتی<sup>۱</sup> (اختیاری)، در صورت نیاز به حداقل رساندن پوشش حفاظتی، در پشت و دو طرف دستگاه تعبیه شود.  
یادآوری- سپری با ارتفاع ۳۵۰ mm، عرض ۴۸۰ mm و عمق ۲۴۰ mm مناسب است.

۷-۶ کاپ الحاقی<sup>۲</sup> (اختیاری) به پیوست ت مراجعه کنید.

یادآوری- برای نمونه‌هایی که از بین بردن آن‌ها دشوار است، یک کاپ الحاقی فلزی نازک می‌تواند استفاده شود.

## ۷ آماده سازی تجهیزات

### ۱-۷ کلیات

دستگاه مناسب با توجه به دمای نقطه اشتعال مورد انتظار، انتخاب کنید. دستورالعمل سازنده برای راه‌اندازی و بهره‌برداری صحیح از تجهیزات را دنبال کنید. استفاده از کاپ الحاقی (به بند ۶-۷ مراجعه کنید) برای مواد بالقوه چسبنده در پیوست ت توضیح داده شده است.

### ۲-۷ موقعیت تجهیزات

تجهیزات را بر روی سطحی ثابت در یک موقعیت آزاد قرار دهید (به پیوست الف مراجعه شود). توصیه می‌شود، در صورت در دسترس نبودن محافظ از پوشش حفاظتی استفاده شود (به بند ۶-۶ مراجعه شود).

یادآوری- مجاز است هنگام آزمون مواد تولید کننده بخارات سمی، تجهیزات زیر هود همراه با کنترل جداگانه جریان هوا، تنظیم شده به گونه‌ای که بتواند بخارات را بدون ایجاد جریان هوا در اطراف کاپ آزمون در طی آزمون خارج کند، فرار گیرد.

### ۳-۷ تمیز کردن کاپ آزمون و لوازم جانبی

1- Draught shield

2- Cup insert

کاپ آزمون، پوشش و لوازم جانبی آن را با حلال مناسب (طبق بند ۵-۱) جهت از بین بردن آثار صمغی شکل یا باقیمانده آزمون قبلی تمیز کنید. از دستورالعمل‌های سازنده برای نگهداری و سرویس کردن دستگاه پیروی کنید.

**یادآوری ۱-** مجاز است از یک جریان هوای خشک تمیز برای از بین بردن آثار نهایی حلال استفاده گردد.

**یادآوری ۲-** روزه پرکننده ممکن است به راحتی با تمیز کننده لوله پاک شود.

#### ۴-۷ تصدیق تجهیزات

**۱-۴-۷** عملکرد صحیح تجهیزات را حداقل یکبار در سال به وسیله آزمون با ماده مرجع گواهی شده (به بند ۵-۲ مراجعه شود) تصدیق کنید. نتایج بدست آمده باید برابر یا کمتر از  $R/\sqrt{2}$  مقدار تایید شده CRM، باشد که R تجدیدپذیری<sup>۱</sup> روش است (به بند ۱۳-۳ مراجعه کنید).  
توصیه می شود، بررسی‌های تصدیقی دوره‌ای با استفاده از استانداردهای کاری ثانویه انجام گردد (به زیر بند ۵-۲ مراجعه شود).

**یادآوری-** روش کار توصیه شده برای تصدیق تجهیزات با استفاده از مواد مرجع گواهی شده یا استانداردهای کاری ثانویه و تولید استانداردهای کاری ثانویه، در پیوست پ داده شده است.

**۲-۴-۷** مقادیر عددی بدست آمده در طی بررسی‌های تصدیقی، نباید برای به دست آوردن انحراف استفاده شود و نباید از آنها برای تصحیح نقاط اشتعال بعدی مشخص شده با دستگاه استفاده گردد.  
اگر تجهیزات در آزمون تایید مردود شود، توصیه می شود که آزمون گر بررسی کند که:  
الف) ایجاد درزبندی مقاوم به بخار با کاپ آزمون توسط درپوش؛  
ب) ایجاد درزبندی ضعیف دریچه؛  
پ) احاطه شدن حباب دماسنج و قسمت غوطه‌ور شونده لوله دماسنج در اثر انتقال حرارت کافی.

#### ۸ نمونه برداری

**۱-۸** گرفتن نمونه‌ها، به جز در مواردی که مشخص شده است، مطابق با روش کار ارایه شده در ISO15528، ISO3170، ISO3171 و یا استاندارد ملی معادل است.

**۲-۸** حجم کافی از نمونه برای آزمون را در یک ظرف به خوبی درزبندی شده، ساخته شده از مواد مناسب برای مایعی که آزمون می‌شود قرار دهید، و برای اهداف ایمنی، مطمئن شوید که ظرف نمونه بین ۸۵٪ تا ۹۵٪ پر شده باشد.

اگر بیش از یک تعیین نقطه اشتعال پیش‌بینی شده باشد، بهتر است حجم نمونه فرعی طبق شرایط مشخص شده در بند ۹-۱-۱ انتخاب شود.

**۳-۸** نمونه‌ها را در شرایط به حداقل رساندن اتلاف بخار و فشار تولید، نگهداری کنید.

از نگهداری نمونه‌ها در دمای بیش از ۳۰ °C خودداری کنید.

## ۹ جابجایی نمونه

### ۹-۱ فرآورده‌های نفتی و اسید متیل استرهای چرب

۹-۱-۱ نمونه‌گیری فرعی<sup>۱</sup>: نمونه را در یک حمام سردکننده یا فریزر سرد کنید (طبق بند ۶-۵)، یا دمای نمونه و ظرف حاوی نمونه را تا حداقل ۱۰ °C پایین‌تر از اولین دمای آزمون انتخاب شده، قبل از باز کردن و حذف کردن آزمون تنظیم کنید. اگر کسری از نمونه اصلی قبل از آزمون ذخیره شده باشد، مطمئن شوید که ظرف هنوز تا حداقل ۸۵٪ ظرفیت آن پر باشد. به آرامی نمونه‌ها را برای اطمینان از یکنواختی به طوری که اتلاف اجزا فرار و سبک به حداقل برسد، مخلوط کنید.

یاد آوری - اگر حجم نمونه کمتر از ۸۵٪ از ظرفیت ظرف باشد، نتایج آزمایش‌های نقطه اشتعال ممکن است تحت تاثیر قرار گیرند.

۹-۱-۲ نمونه‌هایی که در دمای محیط مایع هستند. اگر نمونه به اندازه کافی سیال باشد، آن را به آرامی با تکان دادن به وسیله دست قبل از برداشت آزمون، مخلوط کنید. مراقب باشید که اتلاف اجزاء فرار را به حداقل برسانید. اگر نمونه در دمای اتاق دارای گرانیوی بالا باشد، نمونه‌ها را در ظرف خود با استفاده از حمام گرم‌کننده یا آن تا دمایی کمتر از ۱۰ °C پایین‌تر از دمای آزمون، به طوری که نمونه را بتوان با همزدن به تدریج مخلوط کرد، گرم کنید.

۹-۱-۳ نمونه‌های جامد و نیمه‌جامد<sup>۲</sup> اگر ماده تحت آزمون نتواند به اندازه کافی مایع باشد تا به کاپ آزمون از طریق روزنه به وسیله گرم‌کردن مطابق بند ۹-۱-۲ منتقل شود، آزمون را به وسیله کاردک مخصوص جامد یا اسپاتول به کاپ آزمون، در حالی که درپوش باز است منتقل کنید.

### ۹-۲ رنگ‌ها، جلاها و مواد مرتبط

نمونه‌ها را مطابق با روش کار توضیح داده شده در ISO 1513، آماده کنید.

## ۱۰ روش کار

### ۱۰-۱ کلیات

۱۰-۱-۱ از دستورالعمل کارخانه سازنده برای تنظیم درجه حرارت مورد نیاز آزمون نقطه اشتعال پیروی کنید.

۱۰-۱-۲ هنگام آزمون اسید متیل استرهای چرب، آشکارساز نقطه اشتعال (به بند الف-۱-۶ مراجعه شود) باید مورد استفاده قرار گیرد.

1- Subsampling

2- Semi-solid

۳-۱-۱۰ شعله آزمون را برای آزمون بیشتر از یکبار به کار نبرید. از یک آزمون جدید برای هر آزمون استفاده کنید. بعد از هر آزمون، شمعک<sup>۱</sup> و شعله آزمون را با استفاده از شیر کنترل گاز خاموش کنید. هنگامی که دمای کاپ آزمون تا سطح ایمن پایین آمد، آزمون را برداشته و دستگاه را تمیز کنید.

۴-۱-۱۰ نقطه اشتعال صحیح را با هاله آبی رنگی که گاهی اوقات شعله آزمون را در کاربردهای قبلی احاطه می‌کند و منجر به اشتعال واقعی می‌شود اشتباه نگیرید.

یادآوری- آشکارساز اختیاری (به بند الف-۱-۶ مراجعه شود) تحت تاثیر هاله آبی رنگ نبوده و نیاز نیست که کاربر، آزمون نقطه اشتعال را از نزدیک مشاهده کند.

۵-۱-۱۰ فشار اتمسفری محیط را با استفاده از فشارسنج (مطابق بند ۶-۱) در مجاورت تجهیزات در هنگام آزمون ثبت کنید.

یادآوری- الزامی جهت تصحیح فشار هوای اتمسفری خوانده شده تا  $0^{\circ}\text{C}$  در نظر گرفته نشده است، گرچه برخی از فشارسنج‌ها جهت انجام این تصحیح به صورت خودکار طراحی شده‌اند.

#### ۲-۱۰ روش کار برای نقاط اشتعال تا و شامل $100^{\circ}\text{C}$ و برای FAME در همه دماها

۱-۲-۱۰ سرنگ تمیز و خشک (به بند ۶-۲-۱ مراجعه شود) در دمای حداقل  $10^{\circ}\text{C}$  پایین‌تر از نقطه اشتعال مورد انتظار را با ۲ ml آزمون پر کنید. ظرف حاوی نمونه را بلافاصله پس از خروج نمونه برای به حداقل رساندن اتلاف اجزاء فرار ببندید.

۲-۲-۱۰ با دقت سرنگ را به دهانه روزنه پرکن منتقل و آزمون را به درون کاپ آزمون با فشار دادن کامل پیستون سرنگ تخلیه کنید. سرنگ را بردارید.

۳-۲-۱۰ برای نمونه‌های جامد و نیمه جامد، جرم معادل در حدود ۲ ml را به طور مستقیم به درون کاپ منتقل کنید و آن را تا حد امکان به طور یکنواخت در ته کاپ پراکنده کنید.

۴-۲-۱۰ دستگاه را به مدت یک دقیقه روشن کنید (مطابق بند الف-۱-۳). شیر کنترل گاز را باز کنید و شعله شمعک آزمون را روشن کنید. شعله آزمون را مطابق با اندازه ۴ mm حلقه سنجش تنظیم کنید. آشکارساز فلش را اگر تعبیه شده باشد، دوباره تنظیم کنید (به بند الف-۱-۶ مراجعه شود).

۵-۲-۱۰ هنگامی که صدای سیگنال زمانی شنیده شد، شعله آزمون را با باز و بسته کردن آرام و یکنواخت دریچه در یک دوره زمانی ۲S تا ۳S، برای بررسی کردن اشتعال اعمال کنید (به بند ۱۰-۱-۴ مراجعه شود). هنگامی که دریچه کشویی باز و شعله آزمون اعمال شده است، اگر شعله درخشان مداومی در روزنه بسوزد، نقطه اشتعال به طور قابل ملاحظه‌ای پایین‌تر از دمای آزمون اتفاق افتاده است. در چنین مواردی، کاهش دمای آزمون به میزان  $10^{\circ}\text{C}$  توصیه می‌شود.

۱۰-۲-۶ در صورت مشاهده اشتعال، با آزمون جدید روش کار ارایه شده در بند ۱۰-۲-۱ تا ۱۰-۲-۵، با شروع در دمای  $5^{\circ}\text{C}$  پایین‌تر از نقطه اشتعال، تکرار شود. اگر اشتعال در دمای  $5^{\circ}\text{C}$  پایین‌تر نیز مشاهده شد، دما را  $5^{\circ}\text{C}$  دیگر کاهش دهید و دوباره تکرار کنید. تا زمانی که اشتعال مشاهده نشود، تکرار کنید.

۱۰-۲-۷ اگر هیچ اشتعالی مشاهده نشد، با آزمون جدید مطابق روش کار ارایه شده در بند ۱۰-۲-۱ تا ۱۰-۲-۵، با شروع در دمای  $5^{\circ}\text{C}$  بالاتر از آنچه که آخرین آزمون مورد آزمون قرار گرفته است، تکرار شود. آزمون‌ها را در فواصل  $5^{\circ}\text{C}$  بالاتر تا زمانی که اشتعال مشاهده نشود، تکرار کنید.

۱۰-۲-۸ روش کار ارایه شده در بند ۱۰-۲-۱ تا ۱۰-۲-۵، با استفاده از آزمون جدید برای هر آزمون، با  $1^{\circ}\text{C}$  فاصله، با شروع در فاصله  $5^{\circ}\text{C}$  پایین‌تر از مبنای بند ۱۰-۲-۶ و ۱۰-۲-۷، تا زمانی که اشتعال مشاهده شود، تکرار کنید. دمای روی دماسنج را به عنوان نقطه اشتعال مشاهده شده با استفاده از فواصل  $1^{\circ}\text{C}$  ثبت کنید. در صورت نیاز به حساسیت بیشتر، آزمون جدید را در دمای  $0.5^{\circ}\text{C}$  پایین‌تر از آنچه که نقطه اشتعال مشاهده شده با استفاده از فواصل  $1^{\circ}\text{C}$  آزمون کنید. اگر هیچ اشتعالی مشاهده نشد، دمای ثبت شده با استفاده از فواصل  $1^{\circ}\text{C}$ ، نقطه اشتعال مشاهده شده با تقریب  $0.5^{\circ}\text{C}$  است. اگر اشتعال مشاهده شود، پس این قرائت جدید نقطه اشتعال مشاهده شده است.

۱۰-۳-۳ روش کار برای نقاط اشتعال بالای  $100^{\circ}\text{C}$  [به جز زمان انجام آزمون FAME (به بند ۱۰-۲-۱ مراجعه کنید)]

۱۰-۳-۱-۱ سرنگ تمیز و خشکی را با ۴ ml آزمون پر کنید (مطابق بند ۶-۲-۲). ظرف حاوی نمونه را بلافاصله بعد از خروج نمونه برای به حداقل رساندن اتلاف اجزا فرار ببندید.

۱۰-۳-۲-۱ با دقت سرنگ را به دهانه روزنه منتقل کنید و آزمون را به درون کاپ آزمون با فشار دادن کامل پیستون سرنگ تخلیه کنید. سرنگ را بردارید.

۱۰-۳-۳-۱ برای نمونه‌های جامد و نیمه جامد، جرم تقریبی معادل ۴ ml را به طور مستقیم به درون کاپ منتقل کنید و آن را تا حد امکان به طور یکنواخت در ته کاپ پراکنده کنید.

۱۰-۳-۴-۱ دستگاه اندازه‌گیری زمان را به مدت ۲ min روشن کنید (به بند الف-۱-۳ مراجعه کنید). شیر کنترل گاز را باز کنید و شمعک و شعله آزمون را روشن کنید. شعله آزمون را مطابق با اندازه ۴ ml حلقه سنجش تنظیم کنید. در صورت نصب آشکارساز اشتعال، آن را دوباره تنظیم کنید (مطابق بند الف-۱-۶).

۱۰-۳-۵ روش کار توضیح داده شده در بند ۱۰-۲-۵ تا ۱۰-۲-۸ را به کار ببرید و نقطه اشتعال مشاهده شده را ثبت کنید.

## ۱۱ محاسبات

### ۱۱-۱ تبدیل فشار هوای خوانده شده

اگر فشار هوای خوانده شده در واحدی غیر از کیلوپاسکال اندازه‌گیری شده باشد، با استفاده از یکی از معادلات زیر به کیلوپاسکال تبدیل کنید:

$$\text{hPa} \times 0.1 = \text{kPa} \quad \text{خوانده شده برحسب}$$

$$\text{mbar} \times 0.1 = \text{kPa} \quad \text{خوانده شده برحسب}$$

$$\text{mmHg} \times 0.1333 = \text{kPa} \quad \text{خوانده شده برحسب}$$

## ۱۱-۲ تصحیح نقطه اشتعال مشاهده شده به فشار هوای اتمسفری استاندارد

نقطه اشتعال تصحیح شده ( $T_c$ ) به فشار هوای اتمسفری استاندارد  $101.3 \text{ kPa}$ ، را با استفاده از معادله زیر محاسبه کنید:

$$T_c = T_o + 0.25(101.3-p)$$

که در آن:

$T_o$  نقطه اشتعال مشاهده شده در فشار هوای اتمسفری محیط، برحسب درجه سلسیوس؛

$p$  فشار هوای اتمسفری محیط، برحسب کیلوپاسکال؛

یادآوری- این معادله تنها در گستره فشار هوای اتمسفری  $98.0 \text{ kPa}$  تا  $104.7 \text{ kPa}$  صحیح است.

## ۱۲ بیان نتایج

نقطه اشتعال تصحیح شده به فشار اتمسفری استاندارد، گرد شده با تقریب  $0.5^\circ \text{C}$  یا  $1^\circ \text{C}$ ، همان‌گونه که مشخص گردید، گزارش کنید.

فواصل آزمون را گزارش کنید ( $0.5^\circ \text{C}$  یا  $1^\circ \text{C}$ ).

فشار هوای اتمسفری محیط که تجهیزات در آن قرار دارد را گزارش کنید (به بند ۱۰-۱-۵ مراجعه شود).

## ۱۳ دقت

### ۱-۱۳ کلیات

دقت ارایه شده در بند ۱۳-۲ و ۱۳-۳ و جدول ۱، برگرفته شده از نتایج آزمون‌های درون آزمایشگاهی بر روی ماتریس‌های نفتی و فرآورده‌های مرتبط، ماتریس‌های FAME و ماتریس رنگ‌ها، لعاب‌ها، لاک‌ها، جلاها و فرآورده‌های مرتبط با گرانیوی کمتر از  $150 \text{ mm}^2/\text{s}$  در  $25^\circ \text{C}$  است.

### ۱۳-۲ تکرار پذیری<sup>۱</sup>، R

اختلاف بین دو نتیجه آزمون، به دست آمده توسط یک آزمون‌گر مشابه با دستگاه مشابه تحت شرایط کاری ثابت بر روی نمونه یکسان، در آزمون‌های مکرر مطابق این روش آزمون، تنها در یک مورد از ۲۰ مورد، مجاز است بیش از مقادیری که در جدول ۱ داده شده باشد.

### ۱۳-۳ تجدید پذیری<sup>۲</sup>، R

---

1- Repeatability  
2- Reproducibility

اختلاف بین دو نتیجه آزمون مجزا و مستقل به دست آمده توسط آزمون‌گرهای مختلف در آزمایشگاه‌های متفاوت بر روی نمونه یکسان، در آزمون‌های مکرر مطابق این روش آزمون، تنها در یک مورد از هر ۲۰ مورد، مجاز است بیش از مقادیری که در جدول ۱ داده شده باشد.

جدول ۱- مقادیر دقت

تجدید پذیری °C	تکرار پذیری °C	گستره
$0.103(X+29)$ $0.083X^{1/9}$	0.5 $0.220X^{1/9}$	نفت و فرآورده‌های مرتبط ۲۰°C تا ۷۰°C بالاتر از ۷۰°C
3.3 5.0	1.7 3.3	رنگ‌ها، لعاب‌ها، لاک‌ها و جلاها در دمای ۳۷.۸°C و کمتر بالاتر از ۳۷.۸°C در دمای ۵.۸ mm <sup>2</sup> /s
15.0	1.9	متیل استر اسیدهای چرب (FAME) یادآوری - X میانگین نتایج مقایسه شده است.

یادآوری - مقادیر زیر از مقادیر دقیقی که در جدول ۱ برای مواد نفتی و فرآورده‌های مرتبط داده شده، محاسبه گردیده است.

جدول ۲

تجدید پذیری °C	تکرار پذیری °C	دما °C
1.4	0.5	20
2.9	0.5	70
4.9	1.3	93
7.5	2.0	150
9.9	2.6	200
12.4	3.3	260

#### ۱۴ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل دارای آگاهی‌های زیر باشد:

- ۱-۱۴ ارجاع به شماره این استاندارد ملی؛
- ۲-۱۴ نوع و شناسه کامل فرآورده آزمون شده؛
- ۳-۱۴ نتیجه آزمون (بند ۱۲ را مشاهده کنید)؛



هر گونه انحراف، با توافق یا غیر از آن، از روش کارهای مشخص شده؛	۴-۱۴
تاریخ آزمون؛	۵-۱۴
نام آزمون کننده؛	۶-۱۴
نام تاییدکننده.	۷-۱۴

## پیوست الف

### (الزامی)

### تجهیزات آزمون نقطه اشتعال

#### الف-۱ تجهیزات

##### الف-۱-۱ مجموعه کاپ آزمون

الف-۱-۱-۱ کلیات، نقشه و جزییات مجموعه کاپ آزمون در شکل الف-۱ تا الف-۵ به تصویر کشیده شده است.

الف-۱-۱-۲ بلوک فلزی، از آلیاژ آلومینیوم یا فلز ضد زنگ دارای خاصیت هدایت حرارتی مشابه، با فرورفتگی استوانه‌ای (کاپ آزمون)، و با یک سوراخ در گوشه برای قرار دادن سنسور دما ساخته شده است (به بند الف-۱-۴ مراجعه شود). بهتر است سنسور دما (حباب دماسنج) با رسانای حرارتی ترموپلاستیکی مناسب احاطه شده باشد (یادآوری زیر را مشاهده کنید).

یادآوری- ترکیبات مخزن حرارتی سیلکونی، مناسب شناخته شده اند.

الف-۱-۱-۳ درپوش، مجهز به دریچه کشویی باز شونده و وسیله‌ای که اجازه ورود شعله آزمون به قطر mm  $(4 \pm 0.5)$  به کاپ آزمون، هنگامی که دریچه باز است را می‌دهد. هنگامی که درپوش قرار داده می‌شود، بهتر است نازل شعله آزمون سطح زیرین درپوش را تا  $1 \pm$  mm تقاطع دهد. درپوش باید با روزنه گسترش یافته به کاپ آزمون برای وارد کردن آزمون و هم‌چنین وسیله گیره‌ای مناسب، برای تامین پوشش محکم درپوش به بلوک فلزی، تهیه شده باشد. توصیه می‌شود سه دهانه درپوش در قطر کاپ آزمون باشد. دریچه کشویی بهتر است با فنر یا دستگاه دیگر نصب شده باشد تا اطمینان حاصل گردد که در هنگام بسته شدن در موقعیت به طور کامل بسته باقی می‌ماند. هنگامی که دریچه کشویی در موقعیت باز است، بهتر است دو دهانه در دریچه کشویی مطابق با دو دهانه متناظر در درپوش باشد. توصیه می‌شود حلقه O شکل از مواد مقاوم در برابر حرارت ساخته شده باشد و درزبندی محکمی را در زمانی که درپوش بسته شده است تامین کند.

یادآوری- فرو بردن شعله آزمون ممکن است در برخی از دستگاه‌ها خودکار باشد.

الف-۱-۱-۴ گرمکن برقی، به پایین کاپ آزمون، به طوری که انتقال گرمای کافی را تامین کند، متصل شده است. کنترل گرمکن بهتر است قادر به حفظ درجه حرارت کاپ آزمون، همان طوری که در دماسنج انتگرالی اندازه‌گیری شد، و در موقعیت آزاد، با دقت  $0.5 \pm$  °C برای دماهای آزمون تا و شامل  $100$  °C، و با دقت  $2.0 \pm$  °C برای درجه‌های آزمون بالاتر از  $100$  °C در طی آزمون باشد.

#### الف-۱-۲ شعله آزمون و شعله شمعی

توصیه می‌شود شعله‌ها توسط هر گاز مناسب قابل اشتعال (برای مثال، گاز طبیعی، متصل به گاز شهری یا گازهای نفتی مایع) سوخت‌رسانی شوند. بهتر است حلقه سنجش با قطر 4 mm بر روی در پوش در نزدیکی شعله آزمون قرار گیرد.

#### الف-۱-۳ وسیله اندازه‌گیری زمان

وسيله اندازه‌گیری زمان قادر به انتشار یک سیگنال شنیداری پس از  $2 \text{ s} \pm 60 \text{ s}$  و  $4 \text{ s} \pm 120 \text{ s}$  می‌باشد.

#### الف-۱-۴ سنسور دما

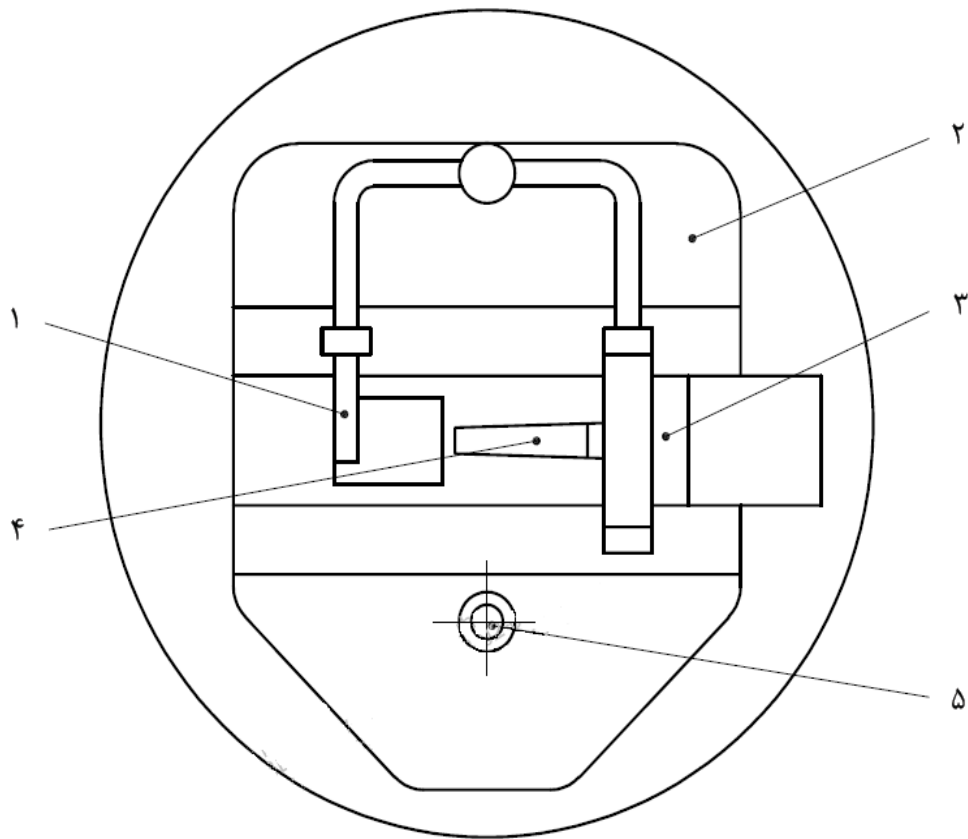
مایع درون شیشه دماسنج منطبق با الزامات مشخص شده در پیوست ب، و یا دستگاه و/ یا سیستم اندازه‌گیری دمای جایگزین با درستی معادل است. توصیه می‌شود، انتخاب اولیه سنسور دما بر اساس نقطه اشتعال مورد انتظار از مواد تحت آزمون باشد.

#### الف-۱-۵ خنک کننده کاپ آزمون (اختیاری)

یک پلیتر<sup>۱</sup> الکترونیکی یا دیگر دستگاه‌های خنک‌کننده مناسب است.

#### الف-۱-۶ آشکارساز اشتعال (اختیاری)

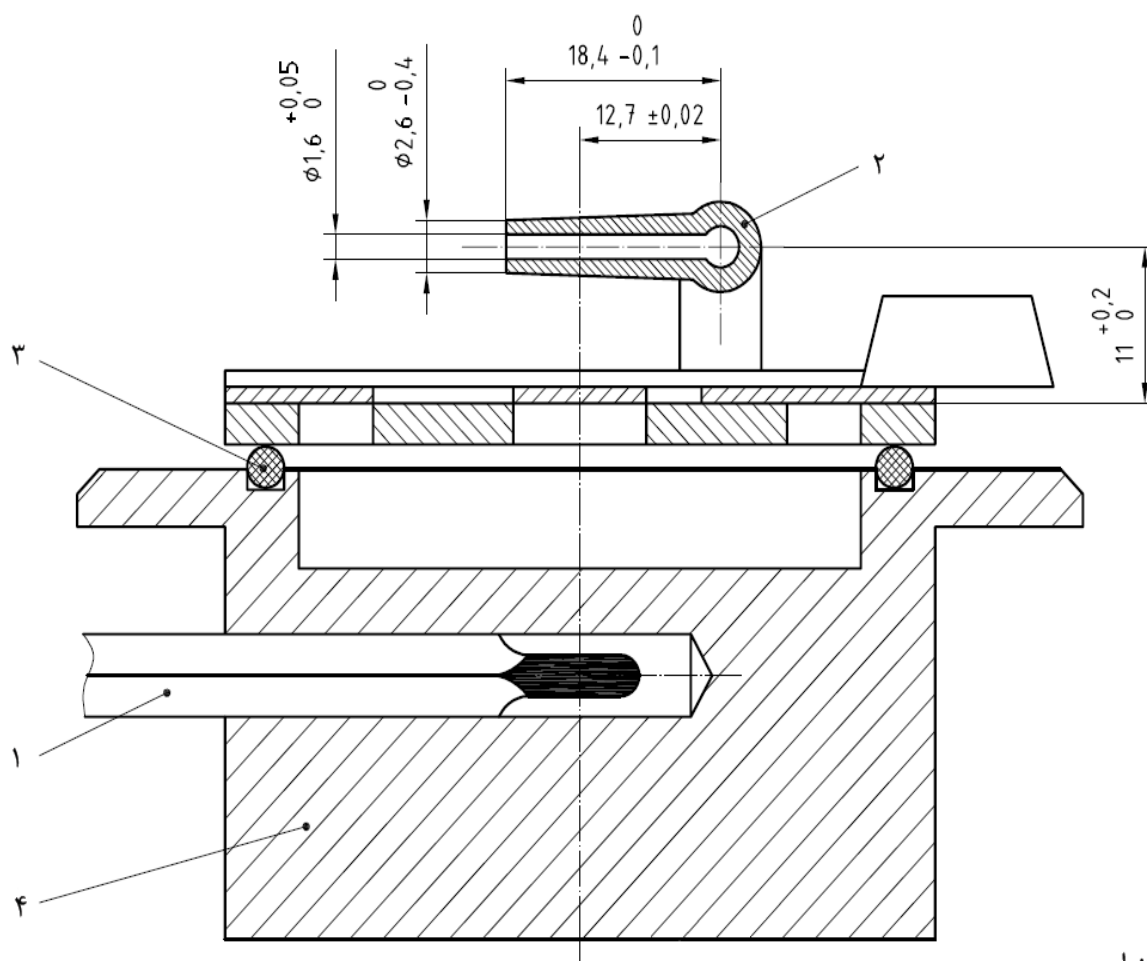
یک دستگاه ترموکوپلی کم جرم برای تشخیص نقطه اشتعال شعله است. اگر  $610^\circ \text{C}$  افزایش درجه حرارت در عرض 100 ms تشخیص داده شده باشد، نقطه اشتعال نشان داده شده است.



راهنما

- ۱ نازل شعله شمعی
- ۲ درپوش
- ۳ دریچه کشویی
- ۴ نازل شعله آزمون
- ۵ روزنه پرکننده

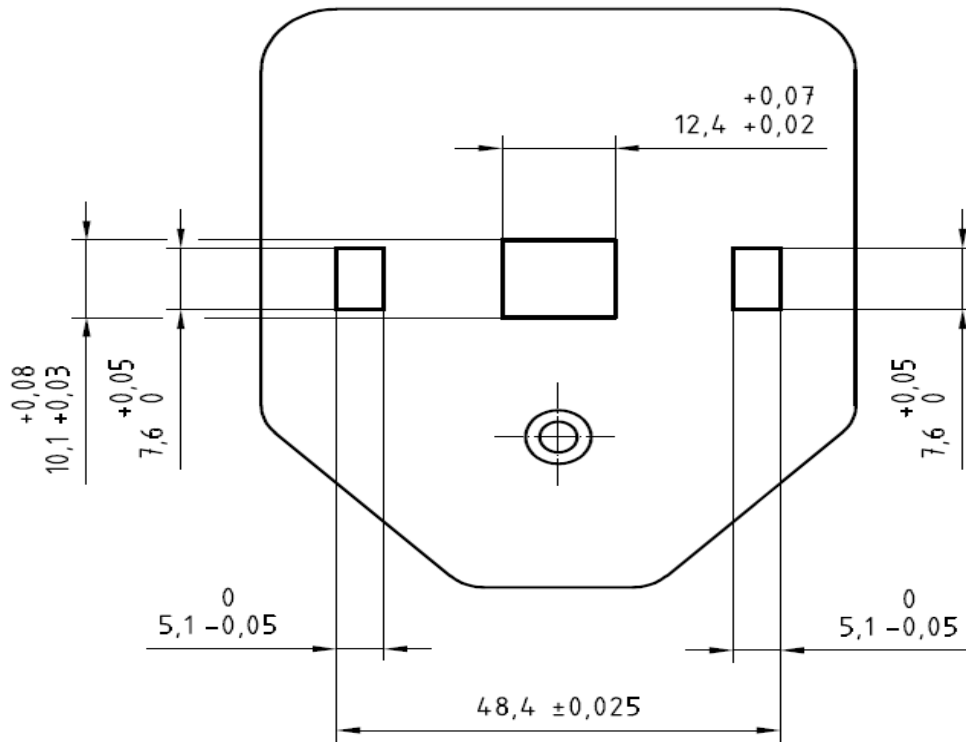
شکل الف-۱- طرح کلی مجموعه تعیین نقطه اشتعال



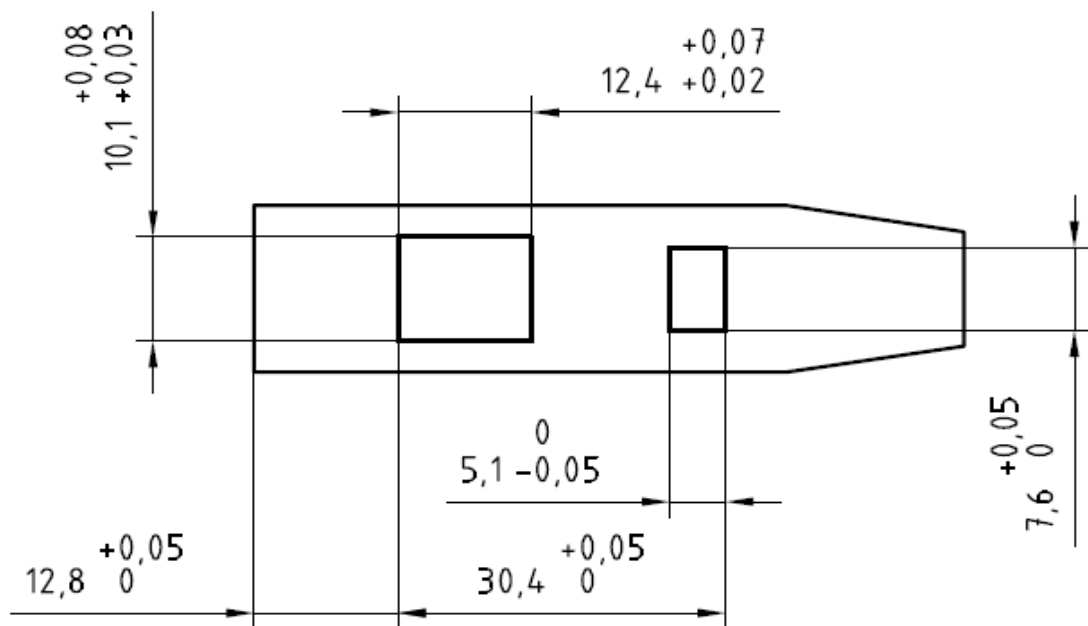
راهنما

- ۱ دماسنج
- ۲ نازل شعله آزمون
- ۳ واشر "O" شکل
- ۴ بلوک نمونه

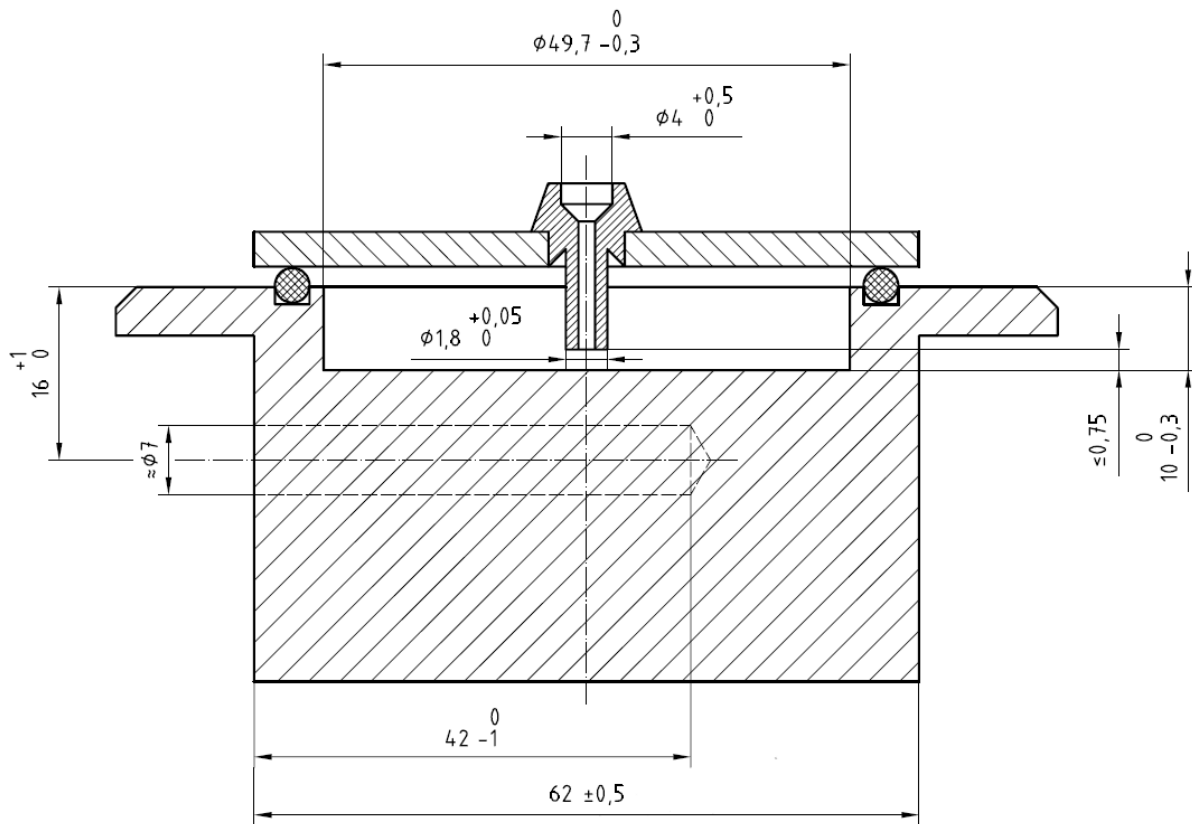
شکل الف-۲- مقطع عرضی از نازل شعله آزمایش در بلوک



شکل الف-۳- درپوش



شکل الف-۴- دریچه کشویی



شکل الف-۵-مقطع بلوک از روزنه پرکننده

## پیوست ب

### (الزامی)

### ویژگی‌های دماسنج

#### ب-۱ مایع درون شیشه دماسنج‌ها

جدول ب-۱ ویژگی‌های مایع درون دماسنج‌های مشخص شده در بند الف-۱-۴ را نشان می‌دهد. باید دستگاه‌ها و/یا سیستم‌های اندازه‌گیری دما آشنا به الزامات مورد نیاز جهت درستی مقیاس، نسبت در نظر گرفته شده غوطه‌وری جزئی این دماسنج‌ها باشد.

جدول ب-۱- ویژگی‌های دماسنج‌ها

نوع	زیر صفر	گستره پایین	گستره بالا
گستره دمایی، °C	۳۰- تا ۱۰۰	۰ تا ۱۱۰	۱۰۰ تا ۳۰۰
غوطه‌وری، mm	۴۴	۴۴	۴۴
علایم مقیاس، °C:			
تقسیمات	۱	۱	۲
خطوط طولانی در هر یک	۵	۵	۱۰
اعداد در هر یک	۱۰	۱۰	۱۰
حداکثر ضخامت خط، mm	۰٫۱۵	۰٫۱۵	۰٫۱۵
خطای مقیاس، °C، حداکثر	۰٫۵	۰٫۵	۲٫۰
محفظه توسعه	ضروری	ضروری	ضروری
طول کلی، mm	۱۹۵ تا ۲۰۰	۱۹۵ تا ۲۰۰	۱۹۵ تا ۲۰۰
OD <sup>a</sup> ساقه، mm	۶ تا ۷	۶ تا ۷	۶ تا ۷
طول حباب، mm	۱۰ تا ۱۴	۱۰ تا ۱۴	۱۰ تا ۱۴
OD <sup>a</sup> حباب، mm	۴ تا ۶	۴ تا ۶	۴ تا ۶
محل مقیاس:			
پایین حباب در خط °C	-۳۰	۰	۱۰۰
فاصله، mm	۵۷ تا ۶۱	۴۸ تا ۵۲	۴۸ تا ۵۲
طول گستره مقیاس، mm	۱۱۵ تا ۱۳۵	۱۱۵ تا ۱۳۵	۱۱۵ تا ۱۳۵
یادآوری- دماسنج‌های IP 91C (گستره پایین) و IP 98C (گستره بالا) با الزامات بالا آشنایی دارند. در حال حاضر دماسنجی برای گستره زیر صفر وجود ندارد.			
OD <sup>a</sup> : قطر خارجی			



**پیوست پ**  
**(اطلاعاتی)**  
**تصدیق تجهیزات**

**پ-۱ کلیات**

این پیوست روش کار تولید یک استاندارد کاری ثانویه و انجام بررسی‌های تصدیقی با استفاده از SWS و CRM را توضیح می‌دهد.

عملکرد تجهیزات بهتر است به طور منظم با استفاده از یک CRM تولید شده مطابق با ISO Guide 34<sup>[2]</sup> و ISO Guide 35<sup>[3]</sup>، و یک ماده مرجع داخلی/SWS تهیه شده مطابق با یکی از روش کارهای آرایه‌شده در بند پ-۲-۲ تصدیق گردد. بهتر است عملکرد تجهیزات طبق راهنمایی‌های داده شده در ISO Guide 33<sup>[1]</sup> و ISO 4259<sup>[5]</sup> بررسی شود.

ارزیابی نتایج آزمون با حد اطمینان ۹۵٪ برای درستی نتایج فرض می‌گردد.

**پ-۲ تصدیق استانداردهای بررسی کننده**

پ-۲-۱ مواد مرجع، شامل یک هیدروکربن پایدار یا ماده پایدار دیگر با نقطه اشتعال تعیین شده مطابق با ISO Guide 34 و ISO Guide 35، با استفاده از یک روش خاص مطالعه درون آزمایشگاهی با هدف تولید یک مقدار تصدیق شده به روش خاص است.

پ-۲-۲ استاندارد کاری ثانویه، شامل یک فرآورده نفتی پایدار یا یک هیدروکربن و یا سایر مواد پایدار با نقطه اشتعال تعیین شده به وسیله

الف) آزمون نمونه‌های نماینده، حداقل سه بار، با استفاده از ابزاری که با استفاده از یک CRM قبلاً تصدیق شده باشد، تجزیه و تحلیل آماری نتایج به دست آمده و پس از حذف هر گونه لایه خارجی، محاسبه ریاضی میانگین نتایج به دست آمده یا

ب) انجام برنامه آزمون با روش خاص درون آزمایشگاهی، حداقل سه بار آزمون آزمایشگاهی نمونه‌ها در دو نسخه می‌باشد. توصیه می‌شود مقدار اختصاص داده شده نقطه اشتعال پس از تجزیه و تحلیل آماری داده‌های درون آزمایشگاهی محاسبه گردد.

استانداردهای کاری ثانویه را در ظروفی که یکپارچگی SWS را حفظ خواهد کرد، به دور از نور آفتاب، در دمایی که از ۱۰°C بیشتر نباشد نگهداری کنید.

**پ-۳ روش کار**

پ-۳-۱ CRM یا SWS‌هایی را انتخاب کنید که در گستره نقاط اشتعالی که با تجهیزات مشخص می‌شود قرار بگیرد. جدول پ-۱ را برای مقادیر تقریبی نقطه اشتعال مشاهده کنید.

توصیه می‌شود، حداقل دو CRM یا SWS برای پوشش دادن گستره‌ای تا حد امکان وسیع استفاده شود. علاوه بر این، توصیه می‌شود، آزمون‌های مکرری بر روی کسری از مواد مرجع گواهی شده یا استانداردهای کاری ثانویه انجام شود.

پ-۳-۲ برای تجهیزات جدید، و حداقل یک‌بار در سال برای دستگاه استفاده شده، انجام بررسی تصدیقی با استفاده از CRM (مطابق بند پ-۲-۱) آزمون شده مطابق با بند ۱۰ انجام دهید.

پ-۳-۳ برای تصدیق‌های میانی، یک بررسی تصدیقی با استفاده از SWS (به بند پ-۲-۱ مراجعه شود)، آزمون شده مطابق با بند ۱۰ انجام دهید.

پ-۳-۴ نتیجه را برای فشار هوای اتمسفری مطابق بند ۱۱ تصحیح کنید. نتیجه تصحیح شده را، با تقریب  $0.1^{\circ}\text{C}$ ، در پرونده دائمی ثبت کنید.

جدول پ-۱-۱- مقادیر تقریبی نقطه اشتعال کاپ بسته هیدروکربن‌ها

نقطه اشتعال اسمی $^{\circ}\text{C}$	هیدروکربن
-۹٫۵	۲،۲،۴-تری متیل پنتان (ایزواکتان)
۶٫۰	متیل بنزن (تولوین)
۱۴	اکتان
۲۷	۱،۴-دی متیل بنزن
۳۲	نونان
۴۹	دکان
۶۳	آن دکان
۸۱	دو دکان
۱۰۹	تترا دکان
۱۳۴	هگزا دکان

پ-۴ ارزیابی نتیجه آزمون

پ-۴-۱ کلیات

نتایج آزمون تصحیح شده با مقدار تصدیق شده CRM و یا با مقدار تعیین شده از SWS مقایسه کنید. در معادلات داده شده در پ-۴-۱-۱ و پ-۴-۱-۲، فرض بر این است که تجدیدپذیری تخمین زده شده مطابق با ISO 4259 و مقدار گواهی شده از CRM، یا مقدار تخصیص داده شده از SWS، بدست آمده از روش کار ISO Guid 35، است، و عدم قطعیت آن در مقایسه با انحراف استاندارد روش آزمون و در نتیجه در مقایسه با تجدید پذیری روش آزمون، R کوچک است.

پ-۴-۱-۱ آزمون واحد

برای یک آزمون انجام شده بر روی CRM یا SWS، تفاوت بین یک نتیجه واحد و مقدار گواهی شده از CRM و یا مقدار تخصیص داده شده از SWS بهتر است در رواداری زیر باشد:

$$|x - \mu| \leq \frac{R}{\sqrt{2}}$$

که در آن:

$x$  نتیجه آزمون؛

$\mu$  مقدار گواهی از CRM یا مقدار تخصیص داده شده از SWS؛

$R$  تجدید پذیری روش آزمون.

#### پ-۴-۱-۲ آزمون‌های متعدد

اگر تعداد تکرار آزمون،  $n$ ، بر روی CRM یا SWS انجام شده باشد، تفاوت بین میانگین  $n$  نتیجه و مقدار گواهی شده از CRM، یا مقدار تخصیص داده شده از SWS، بهتر است در رواداری زیر باشد.

$$|\bar{x} - \mu| \leq \frac{R_1}{\sqrt{2}}$$

که در آن:

$\bar{x}$  میانگین نتایج آزمون؛

$\mu$  مقدار گواهی از CRM یا مقدار تخصیص داده شده از SWS؛

$R_1$  برابر با  $\sqrt{R^2 - r^2 [1 - (1/n)]}$ ؛

که در آن:

$R$  تجدید پذیری روش آزمون؛

$r$  تکرارپذیری روش آزمون؛

$n$  تعداد تکرار آزمون‌های انجام شده بر روی CRM یا SWS.

پ-۴-۲ اگر نتیجه آزمون با الزامات رواداری مطابقت داشت، واقعیت را ثبت کنید.

پ-۴-۳ اگر نتیجه با الزامات رواداری مطابقت نداشت و SWS برای بررسی تصدیقی مورد استفاده قرار گرفته شده باشد، استفاده از CRM را تکرار کنید. اگر نتیجه مطابق با الزامات رواداری است، این واقعیت را ثبت کنید و SWS را دفع کنید.

پ-۴-۴ اگر نتیجه آزمون باز هم با الزامات رواداری مطابقت ندارد، تجهیزات را مورد بررسی قرار دهید و بررسی کنید که با الزامات ویژگی‌های دستگاه مطابقت دارد. در صورتی که عدم انطباق بدیهی وجود ندارد، بررسی تصدیقی بیشتری با استفاده از CRM متفاوت انجام دهید. اگر نتیجه با الزامات رواداری مطابقت داشت، واقعیت را ثبت کنید. اگر در گستره رواداری لازم نبود، تجهیزات را به کارخانه سازنده برای یک بازرسی دقیق ارسال کنید.

پیوست ت  
(اطلاعاتی)  
استفاده از کاپ الحاقی

ت-۱ کلیات

حذف نمونه های خاص به طور کامل از کاپ آزمون در پایان آزمون بسیار دشوار و وقت گیر است. استفاده از یک کاپ یک بار مصرف نازک فلزی، قرار داده شده درون کاپ آزمون، این مشکل را از میان می برد.

ت-۲ مواد کاپ الحاقی

هر فویل فلزی، حدود ۰٫۰۵ mm، می تواند مورد استفاده قرار گیرد، به شرطی که به توان آن را به دقت مناسب با کاپ آزمون شکل داد.

ت-۳ روش کار

فویل را با فشار دادن آن به درون کاپ آزمون با استفاده از یک بلوک فلزی جامد و یا یک ابزار اختصاصی شکل دهید. توصیه می شود، کاپ الحاقی شکل داده شده به دقت به کاپ آزمون جا داد.

ت-۴ تصدیق

مواد کاپ الحاقی و روش کار شکل دهی کاپ را با استفاده از CRM و یا SWS تصدیق کنید (به بند ۷-۴ مراجعه کنید).

پیوست ث

(اطلاعاتی)

کتابنامه

- [1] ISO Guide 33:2000; Uses of certificated refrence materials
- [2] ISO Guide 34;2000; General requirements for the competence of reference material producers
- [3] ISO Guide 35:1989; Certification of reference materials- General and statistical principles
- [4] ISO 1523:2002; Determination of flash point- Closed cup equilibrium method
- [5] ISO 4259:1992; Petroleum products- Determination and application of precision data in relation to methods of test
- [6] BELL, L.H. J. Inst. Petrol., 57 (556), July 1971
- [7] RYBICKY, J. and STEVENS, J.R. J.Coatings Technol., 53 (676), May 1981: pp. 40-42