



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran  
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۸۲۱۵

چاپ اول

۱۳۹۲

INSO

18215

1st.Edition

2014

اندازه‌گیری نقطه ریزش فرآورده‌های نفتی  
به روش شیب خودکار

**Determination of pour point of petroleum  
products by automatic tilt 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 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 پیشنهادات 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 عبار 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 ریزش فرآورده‌های نفتی به روش شیب خودکار »

#### رئیس :

سمت و / یا نمایندگی  
هیات علمی دانشگاه شهید چمران اهواز

بدری، رشید  
( دکتری شیمی )

#### دبیر :

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

نجفی، زینب  
(فوق لیسانس شیمی)

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

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

پولادزاده، آذر دخت  
(لیسانس فیزیک)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

پولادزاده، اعظم  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس آزمایشگاه شرکت نفت پاسارگاد

دستوری رزاز، مهدی  
(فوق لیسانس شیمی)

معاون آزمایشگاه پتروشیمی لاله

صادقی، حسین  
(لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

فتاحی‌نیا، مهناز  
(فوق لیسانس شیمی)

سرپرست کنترل کیفیت شرکت نفت  
پاسارگاد

قلعه گلابی، تهمینه  
(فوق لیسانس شیمی)

بازرس فنی شرکت انطباق‌آوران

کریمی بیرگانی، کاوه  
(لیسانس مهندس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

گیلاسی، فهیمه  
(لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پترو فناوری و تجهیزات  
بالا دستی آسه

محمودی، اکرم  
(لیسانس شیمی)

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
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
۲	۴ اصول آزمون
۳	۵ وسایل
۴	۶ مواد و/ یا واکنشگرها
۵	۷ نمونه برداری
۵	۸ آماده سازی دستگاه
۵	۹ کالیبراسیون و استانداردسازی
۶	۱۰ روش انجام آزمون
۷	۱۱ دقت و انحراف
۱۰	۱۲ گزارش آزمون

## پیش گفتار

استاندارد "اندازه‌گیری نقطه ریزش فرآورده‌های نفتی به روش شیب خودکار" که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت زرگستر روبینا تهیه و تدوین شده است و در هفدهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های نفتی مورخ ۹۲/۱۱/۲۶ 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، 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 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 ماخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ASTM D5950:2012, Standard test method for pour point of petroleum products (Automatic tilt method)

نقطه ریزش یک فرآورده نفتی شاخصی است از پایین‌ترین دمایی که در آن فرآورده برای کاربردهای خاصی قابل استفاده است. مشخصه‌های جریان، مانند نقطه ریزش می‌توانند برای عملیات صحیح سیستم‌های روغن روان‌کننده، سیستم‌های سوختی و عملیات خطوط لوله بحرانی باشند. عملیات اختلاط مواد نفتی مستلزم اندازه‌گیری دقیق نقطه ریزش هستند.

این استاندارد می‌تواند نقطه ریزش آزمونه را با قدرت تفکیک دمایی  $1^\circ\text{C}$  تعیین کند. این استاندارد روشی جایگزین برای اندازه‌گیری نقطه ریزش فرآورده‌های نفتی با استفاده از یک دستگاه خودکار ارائه می‌کند. هنگامی که نتایج برای فواصل دمایی  $3^\circ\text{C}$  گزارش شوند، این استاندارد نقطه ریزش را به شکلی مشابه استاندارد ASTM D97/IP15 گزارش می‌دهد.

یادآوری - چون ممکن است برخی کاربران مایل باشند نتایج خود را به شکل مشابه با استاندارد ASTM D97 (در فواصل دمایی  $3^\circ\text{C}$ ) گزارش کنند، دقت‌ها برای دماهایی که به فواصل  $3^\circ\text{C}$  گرد شده، به‌دست آمده‌اند. برای بیان انحراف<sup>۱</sup> درباره استاندارد ASTM D97، بند ۱۲-۳ را ببینید.

همان‌طور که در برنامه آزمون بین آزمایشگاهی سال ۱۹۹۸ تعیین شده است، این استاندارد تکرارپذیری و تجدیدپذیری بهتری نسبت به استاندارد ASTM D97/IP15 دارد (بند ۱۲ را ببینید).

## اندازه‌گیری نقطه ریزش فرآورده‌های نفتی به روش شیب خودکار

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 ریزش فرآورده‌های نفتی به وسیله یک دستگاه خودکار است که ظرف آزمون را در حین سرد شدن شیب<sup>۱</sup> داده و حرکت سطح آزمون را با یک وسیله نوری تشخیص می‌دهد.

این استاندارد برای گستره دمایی °C ۶۶- تا °C ۵۱+ کاربرد دارد، با این وجود برنامه آزمون بین آزمایشگاهی سال ۱۹۹۲ گستره دمایی در محدوده °C ۳۹- تا °C ۶+ و برنامه آزمون بین آزمایشگاهی سال ۱۹۹۸ گستره دمایی در محدوده °C ۵۱- تا °C ۱۱- می‌باشد. این استاندارد برای تعیین نتایج در فواصل دمایی °C ۱ یا °C ۳ کاربرد دارد. این استاندارد برای نفت خام کاربرد ندارد.

یادآوری- کاربرد این استاندارد برای نمونه‌های ته‌مانده سوخت، تایید نشده است. برای اطلاعات بیشتر در مورد کاربرد به بند ۱۲-۴ مراجعه کنید.

### 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 تجدید نظرهای 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 تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

2-1 ASTM D97, Test Method for pour point of petroleum products<sup>2</sup>

2-2 ASTM D4057, Practice for manual sampling of petroleum and petroleum products

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 15, Test method for pour point of petroleum products



### ۳ اصطلاحات و تعاریف

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

۱-۳

#### نقطه ریزش، در فرآورده‌های نفتی

پایین‌ترین دمایی که در آن هرگونه حرکتی از آزمون تحت شرایط تعیین‌شده در این استاندارد مشاهده می‌شود.

۲-۳

#### نقطه بدون جریان، در فرآورده‌های نفتی

در فرآورده‌های نفتی، دمایی از آزمون که در آن ساختار بلورین مومی یا گرانیوی، یا هر دو افزایش یافته و مانع حرکت سطح آزمون در شرایط آزمون می‌شود.

یادآوری - نقطه بدون جریان هنگامی رخ می‌دهد که در اثر سرد کردن، تشکیل ساختارهای بلورین مومی شکل یا گرانیوی، یا هر دو افزایش یافته و به نقطه‌ای می‌رسد که وسیله مشاهده مورد استفاده دیگر قادر به تشخیص حرکت تحت شرایط آزمون نمی‌باشد. دمای مشاهده پیشین، که در آن برای آخرین بار جریان آزمون مشاهده شده است دمای ریزش است.

۳-۳

#### شیب‌دهی

روشی برای حرکت دادن است که در آن، ظرف آزمون که در یک موقعیت عمودی است به سمت یک موقعیت افقی حرکت داده شده و باعث القای حرکت به آزمون می‌شود.

یادآوری-وقتی ظرف شیب داده شود و به مدت پنج ثانیه در موقعیت افقی قرار گیرد، بدون آن که حرکت آزمون دیده شود، این لحظه، نقطه بدون جریان بوده و آزمون کامل شده است.

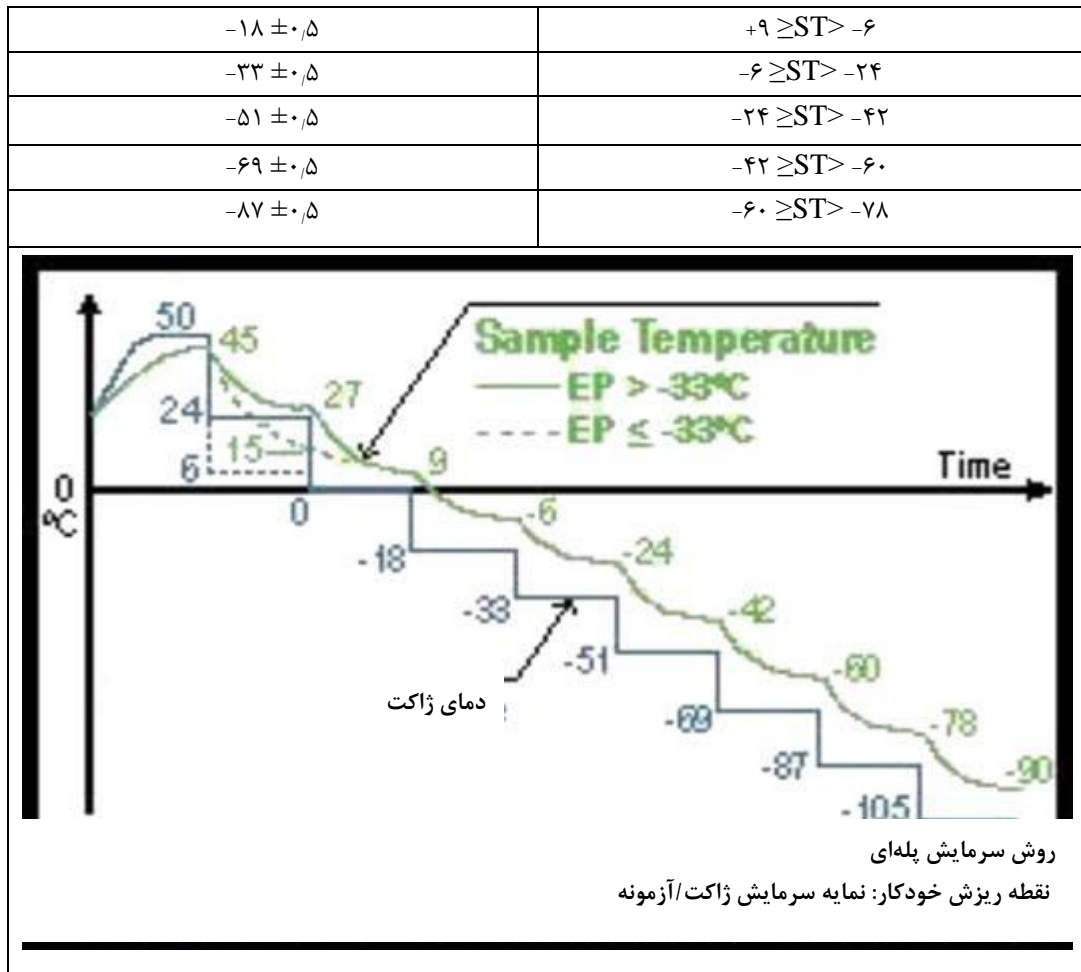
### ۴ اصول آزمون

پس از گرمایش مقدماتی، آزمون وارد دستگاه نقطه ریزش خودکار می‌شود. پس از شروع برنامه، آزمون مطابق نمایه سرمایش ذکر شده در جدول ۱ سرد می‌شود و در فواصل دمایی  $1^{\circ}\text{C}$  یا  $3^{\circ}\text{C}$  آزمون می‌شود. پایین‌ترین دمایی که در آن حرکت آزمون، به وسیله تجهیزات خودکار مشاهده شود، نشان‌دهنده نقطه ریزش است.

یادآوری- اگر از گزینه گرمایش مقدماتی دستگاه نقطه ریزش خودکار استفاده می‌شود، آزمون را در دستگاه قرار دهید. پس از شروع برنامه، دستگاه به طور خودکار گرمایش مقدماتی را انجام می‌دهد.

جدول ۱- نمایه سرمایش آزمون و ژاکت

دمای ژاکت ، oC	دمای آزمون، oC
$\pm 0,5$	$+9 \geq ST \geq +27$



## ۵ وسایل

### ۱-۵ دستگاه نقطه ریزش خودکار نوری

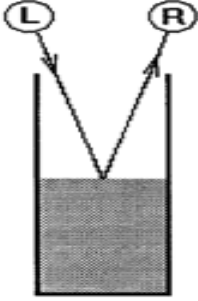
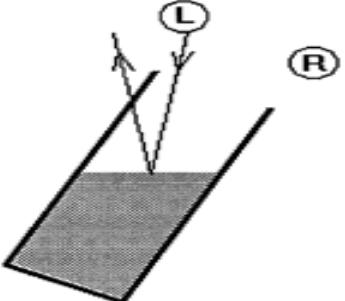
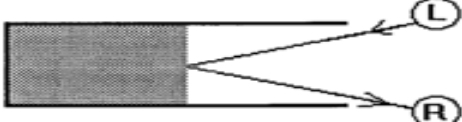
متشکل از یک کنترل کننده ریزپردازنده که قادر است یک یا چند سل آزمون را به طور مستقل کنترل کند. وسیله باید شامل امکاناتی برای کنترل مستقل دمایی هر یک از سل‌ها، مطابق نمایه سرمایش معین، به طور پیوسته دمایی آزمون را پایش کند و حرکت آن را هنگام شیب‌دهی مشاهده کند (شکل ۱). با این وسیله باید مطابق دستورکار سازنده کار شود.

۲-۵ پراب دما، IEC 751، رده A:  $\Delta T = \pm 0,15 + 0,002 |T|$ ، با قابلیت اندازه گیری فواصل دمایی  $+70^{\circ}\text{C}$  تا  $-80^{\circ}\text{C}$ . پراب دما باید در مرکز ظرف آزمون و بالای نوک پلاتینی آن ۳ mm زیر سطح نفت قرار گیرد.

۳-۵ ظرف آزمون، شیشه شفاف استوانه‌ای، با کف مسطح، قطر خارجی  $34 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$ ، ضخامت دیواره  $1,4 \text{ mm} \pm 0,15 \text{ mm}$ ، ارتفاع  $120 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$ ، ضخامت کف حداکثر  $2,4 \text{ mm}$ ، که برای تعیین ارتفاع نمونه با یک خط در  $54 \text{ mm} \pm 0,5 \text{ mm}$  بالاتر از کف داخلی ظرف علامت گذاری شده است.

۴-۵ ژاکت؛ از جنس برنج، استوانه‌ای، کف مسطح، عمق  $mm \pm 0.2$  ۱۱۳، قطر داخلی  $(mm - 0.1) + 0.45$ ، باید مطابق نمایه سرمایش مشخص شده، سرد شود.

۵-۵ سیستم سرمایش، یک سیستم خارجی مجهز به یک پمپ گردش<sup>۲</sup> و قادر به نگهداری دما در حداقل  $10^{\circ}C$  زیر سطح دمای مورد نیاز ژاکت (جدول ۱ و شکل ۲ را ببینید)، یا سیستم داخلی قادر به نگهداری دماهای مورد نیاز ژاکت (جدول ۱ و شکل ۲ را ببینید).

		<p>L : منبع تابش نور R : دریافت کننده نور</p> 
<p>موقعیت عمودی درحین آزمون</p>	<p>آزمون شیب‌دهی آزمونه مایع است، به وضعیت عمودی برگردانده می شود</p>	<p>آزمونه جامد است، حرکتی دیده نمی شود، نقطه ریزش= دمای نمونه <math>+3^{\circ}C</math> * وقتی گستره دمایی <math>3^{\circ}C</math> انتخاب شده است</p>

شکل ۱ - سیستم تشخیص نوری

۶-۵ صفحه چوب‌پنبه‌ای<sup>۳</sup>، با ضخامت  $mm \pm 0.2$  ۶ تا آزادانه در ژاکت جای بگیرد. می توان از نم استفاده کرد اما باید دقت کرد تا رطوبت وارد صفحه نمدی نشود. صفحه نمدی باید قبل از هر آزمون خشک شود.

۷-۵ حلقه چوب‌پنبه‌ای، باید کاملاً دورتادور بدنه بیرونی ظرف آزمون را گرفته و آزادانه در درون سل آزمون قرار بگیرد. هدف آن جلوگیری از برخورد ظرف آزمون با ژاکت سرمایش است.

## ۶ مواد و/یا واکنشگرها

به جز موارد ذکر شده، در همه آزمون‌ها باید از مواد شیمیایی با درجه خلوص واکنشگر استفاده شود. درجات دیگر می‌توانند مشروط بر دارا بودن خلوص به اندازه کافی بالا و بدون کاهش درستی اندازه‌گیری استفاده شوند.

۱-۶ متیل الکل، بدون آب، برای مصرف به عنوان محیط سرمایش در یک سیستم حمام گردش<sup>۱</sup> (در صورت استفاده از آن).

۲-۶ حلال تمیزکننده، مانند نفتا و هگزان، مناسب برای تمیز کردن و خشک کردن ظرف آزمون و قسمت بالایی ظرف آزمون<sup>۱</sup>

1 - Jacket  
2 - Circulating pump  
3 - Cork Disk

هشدار- قابل اشتعال. در حالت مایع باعث سوزش چشم می شود. بخار آن مضر است. در صورت بلع یا استنشاق ممکن است کشنده بوده یا باعث نابینایی شود.

## ۷ نمونه برداری

۱-۷ یک نمونه مطابق استاندارد ASTM D4057 یا ASTM D4177 به دست آورید.  
۲-۷ نمونه‌هایی از مواد با گرانش بالا را می‌توان قبل از انتقال، گرم کرد تا به میزان قابل قبولی روان شوند. با این حال، هیچ نمونه‌ای نباید بیش از یک بار حرارت داده شود مگر آن که مطلقاً ضروری باشد. به غیر از مواردی که دمای نمونه  $70^{\circ}\text{C}$  یا کمتر است، نمونه نباید گرم شده و به ظرف آزمون منتقل شود. یادآوری- در مواردی که نمونه بالاتر از این دما حرارت داده شده باشد، بگذارید سرد شود تا دمای آن قبل از انتقال، حداقل  $70^{\circ}\text{C}$  باشد.

## ۸ آماده‌سازی دستگاه

۱-۸ دستگاه را مطابق دستور کار سازنده آماده‌سازی کنید.  
۲-۸ قسمت بالایی ظرف آزمون و ظرف آزمون را با استفاده از حلال‌های مناسب مشخص شده توسط سازنده تمیز کرده و خشک کنید.  
۳-۸ در صورت لزوم نقطه تنظیم سیستم سرمایش را تا دماهای مناسب برای خنک کردن ژاکت (جدول ۱ را ببینید) تنظیم کنید.  
یادآوری- هنگام استفاده از یک سیستم سرمایش خارجی برای بیشتر کاربردها، سرمایش بازگردشی را می‌توان در پایین‌ترین دمای عملیاتی خود قرار داد.

## ۹ کالیبراسیون و استانداردسازی

۱-۹ اطمینان حاصل کنید کل دستورکارهای سازنده برای کالیبراسیون، بررسی شده و عملیات دستگاه رعایت شده است.  
۱-۱-۹ یک وسیله مانند قسمت بالایی ظرف آزمون، بخش شماره V02306، برای کالیبراسیون دستگاه استفاده می‌شود. وسیله مانند قسمت بالایی ظرف آزمون از مقاومت‌های دقیق به جای پراب دمایی PT 100 برای کالیبراسیون ژاکت و اجزای الکترونیکی دمایی آزمون استفاده می‌کند. از دستورکار کالیبراسیون سازنده پیروی کنید.  
۲-۹ یک نمونه دارای دمای ریزش مستند را می‌توان برای تصدیق عملکرد دستگاه به کار برد. به‌طور جایگزین، یک نمونه که به دفعات در مطالعات بین آزمایشگاهی به عنوان نقطه ریزش آزمون تعیین شده است را می‌توان استفاده کرد.

## ۱۰ روش انجام آزمون

۱-۱۰ نمونه را داخل ظرف آزمون تا محل علامت‌گذاری شده بریزید. در صورت لزوم، نمونه را در داخل حمام آب یا گرم‌خانه حرارت دهید تا سیالیت کافی جهت ریختن نمونه در درون ظرف آزمون حاصل شود. نمونه‌هایی با دمای ریزش مورد انتظار بالاتر از  $36^{\circ}\text{C}$  یا نمونه‌هایی که در دمای اتاق جامد به نظر می‌رسند را می‌توان تا دمای بالاتر از  $45^{\circ}\text{C}$  حرارت داد، اما توصیه می‌شود از دمای  $70^{\circ}\text{C}$  بیشتر حرارت داده نشوند (یادآوری بند ۷-۲ را ببینید).

۲-۱۰ آزمون را در معرض آماده‌سازی مقدماتی به‌صورت زیر قرار داده یا گزینه گرمایش مقدماتی خودکار دستگاه را استفاده کنید.

یادآوری - مشخص شده است که سوخت‌های ته‌مانده به تکرار عملیات حرارتی قبلی حساس می‌باشند. در موردی که یک نمونه سوخت ته‌مانده آزمون می‌شود، برای آماده‌سازی نمونه به استاندارد ASTM D97 مراجعه کنید.

۱-۲-۱۰ هنگامی که معلوم باشد نقطه ریزش مورد انتظار (EP)<sup>۱</sup> کمتر از  $33^{\circ}\text{C}$  یا مساوی آن است، آزمون را در یک حمام یا گرم‌خانه با دمای تنظیم شده در  $48^{\circ}\text{C}$  حرارت دهید تا دمای آن  $45^{\circ}\text{C}$  شود.

۲-۲-۱۰ هنگامی که معلوم باشد نقطه ریزش مورد انتظار (EP) بیشتر از  $33^{\circ}\text{C}$  است، آزمون را تا  $9^{\circ}\text{C}$  بیشتر از نقطه ریزش مورد انتظار ( $9^{\circ}\text{C} + \text{EP}$ ) یا حداقل  $45^{\circ}\text{C}$  حرارت دهید اما از  $70^{\circ}\text{C}$  بیشتر نشود.

۳-۱۰ یک صفحه چوب‌پنبه‌ای را کف ژاکت، در سل مورد نیاز قرار داده و حلقه چوب‌پنبه‌ای را در ظرف آزمون جای دهید. توصیه می‌شود حلقه چوب‌پنبه‌ای  $3 \text{ mm} \pm 25 \text{ mm}$  بالاتر از کف ظرف آزمون باشد.

۴-۱۰ ظرف آزمون را در سل آزمون انتخاب شده قرار دهید. سر آشکارساز را مطابق دستورکار سازنده متصل کنید.

۵-۱۰ فواصل دمایی مورد نظر آزمون را ( $1^{\circ}\text{C}$  یا  $3^{\circ}\text{C}$ ) انتخاب کنید.

۶-۱۰ نقطه ریزش مورد انتظار (EP) را وارد کنید. اگر فواصل دمایی آزمون  $3^{\circ}\text{C}$  انتخاب شده است (بند ۱۰-۵) باید نقطه ریزش انتخابی خود را به صورت مضربی از  $3^{\circ}\text{C}$  وارد کنید.

۷-۱۰ آزمون را مطابق دستورکار سازنده شروع کنید.

۸-۱۰ در این لحظه، دستگاه باید در حالی که دمای ژاکت در اولین سطح دمایی (مطابق جدول ۱) تنظیم شده است، آزمون را با آشکارساز نوری پایش و دمای آزمون را اندازه‌گیری کند. دستگاه باید به‌طور خودکار دمای ژاکت را مطابق دمای آزمون (جدول ۱) تغییر دهد. زمان لازم برای تغییر دمای ژاکت از یک سطح به سطح پایینی بعدی، تا دمای  $52^{\circ}\text{C}$  - نباید از ۲۰۰ ثانیه بیشتر باشد. زمانی که دمای آزمون  $9^{\circ}\text{C}$  بالاتر از نقطه ریزش مورد انتظار رسید، دستگاه باید شیب‌دهی آزمون را (بدون خارج کردن آن از ژاکت) طبق روش مشخص شده شروع کند. اگر آزمون در حین حرکت شیب‌دهی جاری شود، نقطه بدون جریان به دست نیامده و ژاکت برای آزمون بعدی به موقعیت انتظار عمودی برگردانده می‌شود. آزمون تا زمانی که ژاکت در یک وضعیت افقی کامل بوده و آشکارساز هیچ‌گونه حرکتی را برای آزمون در مدت پنج ثانیه نشان نمی‌دهد

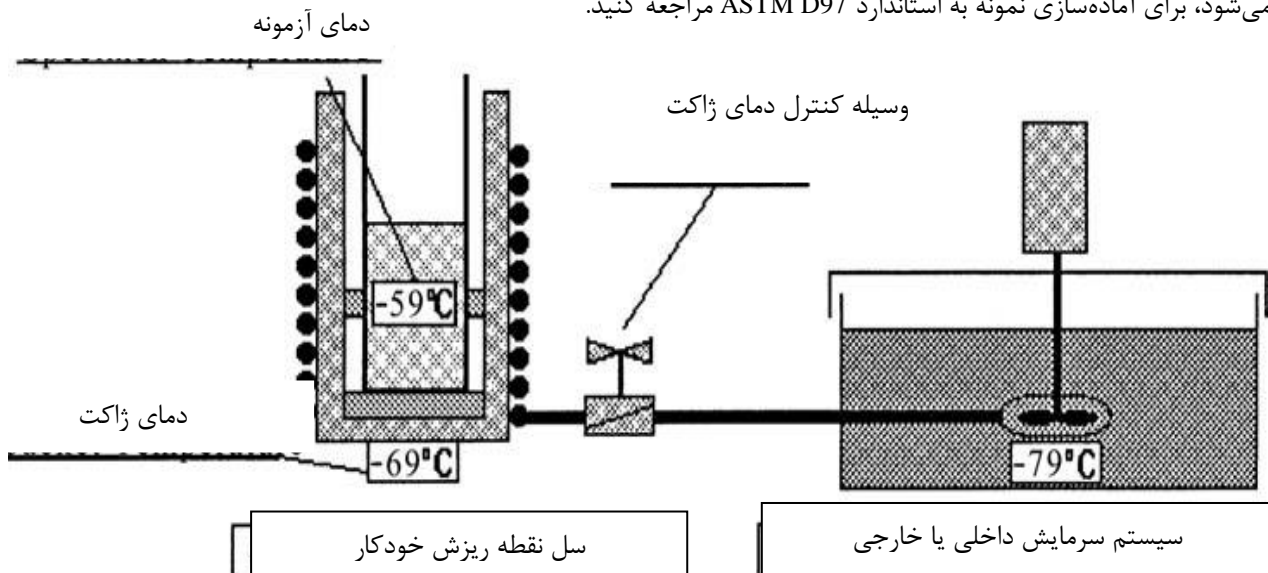
ادامه خواهد داشت. این دما، نقطه بدون جریان، به علاوه دمای  $1^{\circ}\text{C}$  یا  $3^{\circ}\text{C}$  (بسته به فواصل دمایی انتخابی آزمون) نقطه ریزش نفت می باشد (شکل ۱). هنگامی که نقطه ریزش مشخص شد، دستگاه باید نتیجه نقطه ریزش را نمایش دهد و گرمایش مجدد آزمون را شروع کند.

**یادآوری-** توصیه می شود برای دماهای پایین تر ژاکت، زمان تغییر دمای ژاکت از یک سطح به سطح بعدی، از ۳۰۰ ثانیه بیشتر نشود. دماهای سیستم سرمایش را تا حد امکان پایین نگه دارید تا این دماهای ژاکت را در کوتاه ترین زمان ممکن به دست آورید و سیستم سرمایش با ظرفیت سردکنندگی که قادر به تامین پایین ترین دماهای عملیاتی باشد استفاده کنید.

۹-۱۰ اگر دستگاه، نقطه بدون جریان را در اولین چرخه شیب دهی تشخیص دهد ( $9^{\circ}\text{C} \text{ EP}$ )، نتایج را در نظر نگرفته و آزمون را مطابق بند ۱-۱۰ و با یک نقطه ریزش مورد انتظار بالاتر مجدداً شروع کنید.

۱۰-۱۰ نتیجه را به صورت نقطه ریزش بدون هیچ تصحیحی ثبت کنید.

**یادآوری-** معلوم شده است که سوخت های ته مانده به پیشینه دمایی حساسند. در موردی که نمونه ته مانده سوخت، آزمون می شود، برای آماده سازی نمونه به استاندارد ASTM D97 مراجعه کنید.



شکل ۲ - محفظه سرمایش ظرف آزمون و سیستم سرمایش

## ۱۱ دقت و انحراف

۱-۱۱ دقت، دقت این روش آزمون که به وسیله بررسی آماری نتایج آزمون های بین آزمایشگاهی تعیین شده است، به صورت زیر می باشد:

۱-۱-۱۱ نقطه ریزش در فواصل دمایی آزمون  $3^{\circ}\text{C}$ :

۱-۱-۱-۱۱ تکرارپذیری، اختلاف بین نتایج متوالی، به دست آمده توسط یک آزمون گر با استفاده از وسایل یکسان، تحت شرایط عملیاتی یکسان روی ماده آزمون یکسان، در طولانی مدت با اجرای صحیح و معمولی این روش آزمون، فقط در یک مورد از هر ۲۰ مورد از مقدار  $3/9^{\circ}\text{C}$  بیشتر می شود.

۱۱-۱-۲ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون منفرد و مستقل، به دست آمده توسط آزمون گره‌های متفاوت در آزمایشگاه‌های متفاوت روی یک ماده آزمون یکسان در طولانی مدت با اجرای صحیح و معمولی این روش آزمون، فقط در یک مورد از هر ۲۰ مورد از مقدار  $6/1^{\circ}\text{C}$  بیشتر می‌شود.

۱۱-۱-۲ نقطه ریزش در فواصل دمایی آزمون  $1^{\circ}\text{C}$ :

۱۱-۱-۲-۱ تکرارپذیری، اختلاف بین نتایج متوالی، به دست آمده توسط یک آزمون گر با استفاده از وسایل یکسان، تحت شرایط عملیاتی یکسان روی ماده آزمون یکسان، در طولانی مدت با اجرای صحیح و معمولی این روش آزمون، فقط در یک مورد از هر ۲۰ مورد از مقدار  $2/7^{\circ}\text{C}$  بیشتر می‌شود.

۱۱-۱-۲-۲ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون منفرد و مستقل، به دست آمده توسط آزمون‌گران متفاوت در آزمایشگاه‌های متفاوت روی یک ماده آزمون یکسان در طولانی مدت با اجرای صحیح و معمولی این روش آزمون، فقط در یک مورد از هر ۲۰ مورد از مقدار  $4/5^{\circ}\text{C}$  بیشتر می‌شود.

۱۱-۲ انحراف، از آن جا که ماده مرجع پذیرفته شده‌ای برای تعیین انحراف روش در این روش آزمون وجود ندارد، انحراف تعیین نشده است.

### ۱۱-۳ انحراف نسبی

۱۱-۳-۱ نقاط ریزش در فواصل دمایی آزمون  $3^{\circ}\text{C}$  با نتایج به دست آمده از استاندارد ASTM D97 مقایسه شدند. انحراف نسبی برای برخی نمونه‌های خاص مشاهده گردید. با این حال، به نظر نمی‌رسد انحراف مشاهده شده ماهیتی سیستمی داشته باشد. احتمالاً انحرافات نسبت به استاندارد ASTM D97/IP 15 برای انواعی از نمونه که در برنامه آزمون بین آزمایشگاهی سال ۱۹۹۸ شامل نشده‌اند، رخ می‌دهد.

یادآوری- بین روش‌های یک نمونه در مطالعه آزمون بین آزمایشگاهی سال ۱۹۹۸ اختلافات بزرگی در نتایج مشاهده شده است. نمونه یک گازوئیل زمستانی غنی از گوگرد بوده است. این نمونه هنگامی که در حین اجرای یک روش آزمون سرد شد، کریستال‌های نازک اما بسیار بزرگی تشکیل داد که به عنوان ورقه‌های بزرگ توصیف شدند. این کریستال‌ها در محل تماس نمونه-شیشه به وجود آمدند و همچنین روی سطح بالایی نمونه را نیز پوشاندند. همه نمونه، به جز این محل‌ها که دارای پوسته نازکی از کریستال‌ها بودند، به صورت مایع با گرانروی ظاهری پایین باقی ماند. با رخداد این امر، و در صورت کار کردن آرام با نمونه، این نمونه ریزش نداشته است. اما اگر با نمونه با ملایمت کار نشود، پوسته خشک شکسته شده و نمونه سریعاً ریزش می‌کند. توصیه می‌شود کاربران این استاندارد هنگام مشاهده این رفتار برای نمونه مورد آزمون، از اختلاف نتایج بین روش‌های آزمون مطلع باشند.

۱۱-۳-۲ نتایج نقطه ریزش در فواصل دمایی آزمون  $1^{\circ}\text{C}$  برای انحراف نسبی با نتایج نقطه ریزش در فواصل دمایی آزمون  $3^{\circ}\text{C}$  مقایسه شدند. به طور میانگین انحراف  $1/1^{\circ}\text{C}$  مشاهده شد.

۱۱-۳-۲-۱ لازم به ذکر است هنگامی که آزمون‌های در فواصل دمایی  $1^{\circ}\text{C}$  آزمون می‌شود، به‌طور آماری نتایج  $1^{\circ}\text{C}$  از نتایج تولید شده در فواصل دمایی آزمون  $3^{\circ}\text{C}$  پایین‌تر می‌باشد. این مورد به دلیل مواد اولیه آزمون و اختلاف‌های گزارش شده، است. اختلاف‌های بالاتر از  $1^{\circ}\text{C}$  در تعدادی از نمونه‌ها می‌تواند علل دیگری داشته باشد. در برنامه آزمون بین آزمایشگاهی، نتایج در فواصل دمایی  $1^{\circ}\text{C}$  نقاط ریزشی، به‌طور متوسط  $1/1^{\circ}\text{C}$ ، پایین‌تر از نتایج به‌دست آمده در آزمون‌هایی با فواصل دمایی  $3^{\circ}\text{C}$  حاصل شد.

۴-۱۱ عبارات دقت و اطلاعات انحراف نسبی از برنامه آزمون سال ۱۹۹۸ به دست آمدند. شرکت کنندگان دو مجموعه از نفت سوخت دیزلی، پنج مجموعه از نفت پایه، سه مجموعه از روغن‌های روان کننده با چند درجه خلوص و یک مجموعه، هر کدام از روغن‌های هیدرولیک و سیال انتقال خودکار را درگستره دمایی °C ۵۱- تا °C ۱۱- دو مرتبه تجزیه کردند. هشت آزمایشگاه با دستگاه‌های خودکار در فواصل دمایی °C ۱ و °C ۳ و هفت آزمایشگاه با روش و دستگاه غیر خودکار مطابق با استاندارد ASTM D 97 شرکت کردند.

۵-۱۱ انحراف نسبی بین مدل‌های CPP97-6(92) و CPP-5Gs، تحلیل آماری انحراف بین دو روش آزمون در استاندارد ASTM D 6708 مشخص می‌کند که انحراف آماری بین نتایج میانگین مدل‌های دستگاه‌ها وجود دارد. برای اطلاعات بیشتر گزارش تحقیقی RR:D02-1740 را ببینید.

۱-۵-۱۱ میزان توافق بین میانگین‌های فواصل دمایی °C ۱ از مدل‌های CPP97-6(92) و CPP-5Gs را می‌توان با اعمال اصلاح انحراف ذکر شده در رابطه ۱ بهبود بخشید. جدول ۲ را ببینید. هیچ گونه انحراف مخصوص به نمونه مشاهده نشد.

$$X = 0.96Y - 0.13 \quad (1)$$

که در آن:

X نتیجه پیش‌بینی شده توسط مدل‌های CPP97-6(92) بر حسب درجه سلسیوس؛

Y نتیجه مدل CPP-5Gs بر حسب درجه سلسیوس می باشد.

۲-۵-۱۱ میزان توافق بین میانگین‌های فواصل دمایی °C ۳ از مدل‌های CPP97-6(92) و CPP-5Gs را می‌توان با اعمال اصلاح انحراف ذکر شده در رابطه ۲ بهبود بخشید. هیچ گونه انحراف مخصوص به نمونه مشاهده نشد.

$$X = Y + 1.21 \quad (2)$$

که در آن:

X نتیجه پیش‌بینی شده توسط مدل‌های CPP97-6(92) بر حسب درجه سلسیوس؛

Y نتیجه مدل CPP-5Gs بر حسب درجه سلسیوس می باشد.

جدول ۲- تنظیم انحراف نسبی فواصل دمایی °C ۱ مدل CPP 5G

°C	CPP5G
۱۰	۰٫۵۳
۵	۰٫۳۳
۰	۰٫۱۳
-۵	-۰٫۰۷
-۱۰	-۰٫۲۷
-۱۵	-۰٫۴۷



-۲۰	-۰,۶۷
-۲۵	-۰,۸۷
-۳۰	-۱,۰۷
-۳۵	-۱,۲۷
-۴۰	-۱,۴۷
-۴۵	-۱,۶۷
-۵۰	-۱,۸۷
-۵۵	-۲,۰۷
-۶۰	-۲,۲۷

## ۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل موارد زیر باشد:

- ۱-۱۲ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی؛
- ۲-۱۲ دمای ثبت شده در بند ۱۰-۱۰ و مدل و فواصل دمایی آزمون به صورت نقطه ریزش؛
- ۳-۱۲ تمام جزییات لازم برای شناسایی نمونه؛
- ۴-۱۲ تاریخ و روش نمونه برداری (در صورت معلوم بودن)؛
- ۵-۱۲ هر گونه مورد غیر معمول مشاهده شده در حین آزمون؛
- 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 نام خانوادگی و امضای آزمون گر.