INSO
19510
1st.Edition
2015

جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران
Iranian National Standardization Organization

استاندارد ملی ایران
۱۹۵۱۰
چاپ اول
۱۳۹۳

اندازه‌گیری نقطه ریزش فرآورده‌های نفتی به روش خودکار فشار هوا

Determination of pour point of petroleum products by automatic air pressure method

ICS:75.080

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسهٔ استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک مادهٔ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسهٔ 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 وکوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانهٔ صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، 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 می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیتهٔ 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 درکمیتهٔ ملی طرح و بررسی و درصورت 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 شمارهٔ ۵ تدوین و در کمیتهٔ ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)[1] ،کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)[2] و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)[3] است و به عنوان تنها رابط[4] کمیسیون کدکس غذایی (CAC)[5]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 بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود .

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 درجه‌بندی آن را اجباری نماید . همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینهٔ مشاوره ، آموزش ، بازرسی ، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی ، 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 ، گواهینامهٔ 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

« اندازه گیری نقطه ریزش فرآورده‌های نفتی به روش خودکار فشار هوا»

رئیس:	**سمت و/ یا نمایندگی**
نظری، سیمین (دکترای شیمی)	هیات علمی دانشگاه آزاد اسلامی
دبیر:	
نجفی، زینب (فوق لیسانس شیمی)	کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف
اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)	
ابراهیم نیا، مینا (لیسانس فیزیک)	کارشناس شرکت دانش پیشرو اکسین
احمدنژاد، سید عبدالوهاب (لیسانس مهندسی نفت)	کارشناس آزمایشگاه شرکت نفت پاسارگاد
پوزش، سجاد (فوق لیسانس شیمی)	مدیر کنترل کیفی شرکت نفت پاسارگاد
جولاباف، الهام (فوق لیسانس شیمی)	کارشناس
چرم زاده، مهرناز (فوق لیسانس شیمی)	مدیر کنترل کیفی شرکت صنایع شبنم خوزستان
حاتمی، امیر (دکترای شیمی)	کارشناس شرکت ملی حفاری
دایی، مینا (فوق لیسانس شیمی)	کارشناس اداره کل استاندارد استان خوزستان
دریابر، افسانه (فوق لیسانس شیمی)	سرپرست و مدیر فنی آزمایشگاه پتروشیمی شهید تندگویان

دهدشتی زاده، الهام (لیسانس شیمی)	کارشناس ارشد شرکت ملی حفاری
رضایی نژاد، رامش (فوق لیسانس شیمی)	کارشناس ارشد مرکز تحقیقات دانشکده نفت
طاهری، نرگس (فوق لیسانس شیمی)	هیات علمی دانشگاه آزاد اسلامی واحد ماهشهر
ظهوری فر، علیرضا (فوق لیسانس مهندسی شیمی)	رییس واحد مهندسی فراورده‌های شرکت ملی پخش فراورده‌های نفتی منطقه اهواز
فتاحی نیا، مهناز (فوق لیسانس شیمی)	کارشناس اداره کل استاندارد استان خوزستان
کجباف، نسیم (فوق لیسانس شیمی)	کارشناس
نظری رهبری، مرجان (فوق لیسانس شیمی)	کارشناس
نقدی، تینا (فوق لیسانس شیمی)	کارشناس شرکت زرگستر روبینا

فهرست مندرجات

عنوان **صفحه**

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ب
کمیسیون فنی تدوین استاندارد ج
پیش گفتار و
مقدمه ز
۱ هدف و دامنه کاربرد ۱
۲ مراجع الزامی ۱
۳ اصطلاحات و تعاریف ۱
۴ اصول آزمون ۲
۵ وسایل ۳
۶ مواد و/ یا واکنشگرها ۳
۷ نمونه‌برداری ۳
۸ آماده‌سازی دستگاه ۴
۹ کالیبراسیون و استانداردسازی ۴
۱۰ روش انجام آزمون ۴
۱۱ دقت و انحراف ۵
۱۲ گزارش آزمون ۷
پیوست الف (الزامی) جزییات دستگاه ۸

پیش گفتار

استاندارد " اندازه‌گیری نقطه ریزش فرآورده‌های نفتی به روش خودکار فشار هوا " که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت پرشیا پژوهش شریف تهیه و تدوین شده است و در چهل و نهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فراورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۳/۱۲/۴ 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 D 6749: 2012, Standard Test Method for Pour Point of Petroleum Products (Automatic Air Pressure Method)

مقدمه

این استاندارد روشی جایگزین برای اندازه‌گیری نقطه ریزش فراورده‌های نفتی با استفاده از دستگاه خودکار ارایه می‌دهد.

نقطه ریزش یک فرآورده نفتی شاخصی از پایین‌ترین دمایی است که در آن فرآورده برای کاربردهای خاصی قابل استفاده است. مشخصه‌های جریان مانند نقطه ریزش می‌توانند برای عملیات صحیح سیستم‌های روان‌کننده، سیستم‌های سوختی و عملیات خطوط لوله حائز اهمیت باشند.

عملیات اختلاط مواد نفتی نیازمند اندازه‌گیری دقیق نقطه ریزش هستند.

نتایج آزمون حاصل از این روش را می‌توان در فواصل دمایی ^{o}C ۱ یا ^{o}C ۳ تعیین کرد.

هنگامی‌که نتایج در فواصل دمایی ^{o}C ۳ گزارش شوند، این استاندارد نقطه ریزش را به شکلی مشابه استاندارد ASTM D97 ارایه می‌دهد. با وجود این، هنگام نیاز به استاندارد ASTM D 97 برطبق ویژگی، این استاندارد را استفاده نکنید.

یادآوری- از آن‌جایی‌که ممکن است برخی کاربران مایل باشند نتایج را به شکل مشابه با استاندارد ASTM D97 (در فواصل دمایی ^{o}C ۳) گزارش کنند، داده‌های دقت برای فواصل دمایی ^{o}C ۳ به‌دست آمده‌اند. برای توضیحات انحراف[1] نسبت استاندارد ASTM D97، بند ۱۲-۳-۱ را ببینید.

همان‌طور که در برنامه آزمون بین آزمایشگاهی سال ۱۹۹۸ اندازه‌گیری شده است، این استاندارد تکرارپذیری و تجدیدپذیری بهتری نسبت به استاندارد ASTM D 97 دارد (بند ۱۲ را ببینید).

1 - Bias

اندازه‌گیری نقطه ریزش فرآورده‌های نفتی به روش خودکار فشار هوا

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 با استفاده از دستگاه خودکار است که در حین خنک شدن آزمونه، فشار هوای کمی (بیشتر از فشار محیط) روی سطح آزمونه اعمال می‌کند.

این استاندارد برای گستره دمایی ۵۷ ^{o}C- تا ۵۱ ^{o}C+ کاربرد دارد، با این وجود گستره دمایی در برنامه آزمون بین آزمایشگاهی سال ۱۹۹۸ در محدوده ۵۱ ^{o}C- تا ۱۱ ^{o}C- می‌باشد.

نتایج آزمون حاصل از این روش را می‌توان در فواصل دمایی ۱ ^{o}C یا ۳ ^{o}C تعیین کرد.

این استاندارد برای نفت خام کاربرد ندارد.

یادآوری- کاربرد این استاندارد برای نمونه‌های ته‌مانده سوخت، تصدیق 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 آن ها 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 ، اصلاحیه ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست . در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن ها ارجاع داده شده است ، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه های بعدی آن ها مورد نظر است .

استفاده ازمراجع زیر برای این استاندارد الزامی است :

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

2-2 ASTM D 97, Test Method for Pour Point of Petroleum Products[1]

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:

۳-۱

نقطه ریزش

پایین‌ترین دما در فراورده‌های نفتی که در آن حرکت آزمونه تحت شرایط تعیین‌شده در این استاندارد

۱ - استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۱ جهت بهره‌برداری موجود است.

مشاهده می‌شود.

۲-۳

فشار هوا

فشار هوای مثبت تنظیم شده که به آرامی روی سطح آزمونه موجود در جار آزمون[1] غیر قابل نفوذ در برابر هوا اعمال می‌شود و موجب حرکت آزمونه موجود در لوله رابط به سمت بالا می‌شود، در حالی که یک انتهای لوله درون آزمونه و انتهای دیگر آن در فشار اتمسفری قرار داده شده است.

۳-۳

نقطه بدون جریان

دمای آزمونه (در فراورده‌های نفتی) که در آن تشکیل ساختار بلوری مومی آزمونه یا افزایش گرانروی یا هر دو مانع از حرکت سطح آزمونه تحت شرایط آزمون می‌شود.

یادآوری – نقطه بدون جریان هنگامی رخ می‌دهد که تشکیل ساختارهای بلوری مومی یا افزایش گرانروی یا هر دو در اثر خنک کردن به نقطه‌ای می‌رسد که در آن دما، وسیله مشاهده مورد استفاده، دیگر حرکتی را تحت شرایط آزمون تشخیص نمی‌دهد. دمای مشاهده قبلی که در آن جریان آزمونه برای آخرین بار مشاهده شد، نقطه ریزش است.

۴ اصول آزمون

جار آزمون حاوی آزمونه درون دستگاه نقطه ریزش خودکار قرار داده شده و سپس برنامه آزمون شروع می‌شود. آزمونه به صورت خودکار تا دمای موردنظر گرم شده و سپس با نرخ کنترل شده سرد می‌شود. در فواصل دمایی ^{o}C ۱ یا ^{o}C ۳ (بسته به انتخاب کاربر قبل از آزمون) اندکی فشار هوای مثبت به آرامی روی سطح آزمونه موجود در جار آزمون غیر قابل نفوذ در برابر هوا و مجهز به لوله رابط، اعمال می‌شود. از آن‌حایی‌که یک انتهای لوله رابط درون آزمونه و انتهای دیگر آن در فشار اتمسفری قرار داده شده است، مقدار کمی حرکت به سمت پایین یا تغییر شکل آزمونه در نتیجه اعمال فشار هوا، با حرکت آزمونه به سمت بالا در لوله رابط مشاهده می‌شود. این حرکت آزمونه به سمت بالا به وسیله حسگر فشاری که در انتهای لوله رابط به اتمسفر نصب شده، تشخیص داده می‌شود. پایین ترین دمایی که تغییر شکل آزمونه در اثر اعمال فشار مشاهده می‌شود، به عنوان نقطه ریزش با ارجاع به این استاندارد ملی ثبت می‌شود.

1- Test jar

۵ وسایل

۵-۱ دستگاه خودکار

دستگاه نقطه ریزش خودکار شرح داده شده در این استاندارد یک دستگاه کنترل‌شده ریزپردازنده با قابلیت گرمایش و سرمایش یک آزمونه، اعمال فشار هوا روی سطح آزمونه، تشخیص حرکت سطح آزمونه و سپس محاسبه و گزارش نقطه ریزش (شکل ۱ را ببینید) است. جزییات در پیوست الف شرح داده شده است.

۵-۲ جار آزمون، شیشه شفاف استوانه‌ای با کف مسطح و ظرفیت تقریبی ml ۱۲. هنگامی‌که جار آزمون تا خط علامت گذاری پر شده است، تقریبا حاوی ml ۴٫۵ آزمونه است. جار آزمون مجهز به یک مجموعه سرپوش روی قسمت فوقانی آن می‌باشد که مخزن هوا را در سراسر آزمونه تشکیل می‌دهد.

۵-۳ مجموعه سرپوش جار آزمون، یک سرپوش پلاستیکی با امکان درزبندی هوا روی قسمت فوقانی جار آزمون نصب شده است. یک لوله شیشه‌ای با نوک فلزی باید از قسمت زیرین سرپوش پلاستیکی درون حفره گرد در مرکز سرپوش وارد شود. انتهای فوقانی حفره گرد به یک حسگر فشار هوا از طریق یک لوله وینیل متصل شده است. به منظور اعمال فشار هوا به سطح آزمونه، یک لوله وینیلی متصل به سرنگ هوا از میان روزنه موجود در سرپوش پلاستیکی در نزدیکی لوله شیشه‌ای قرار داده می‌شود. هنگامی‌که آزمونه مورد آزمون قرار می‌گیرد، مجموعه سرپوش جار آزمون روی آن نصب می‌شود در این حالت انتهای پایینی لوله شیشه‌ای درون آزمونه در جار آزمون قرار گرفته است. لوله شیشه‌ای و جار آزمون یک لوله رابط تشکیل می‌دهند. یک حسگر دما در غلاف فلزی با قطر کوچک باید در مرکز لوله شیشه‌ای نصب شود.

۵-۴ حمام بلوک فلزی[1]، یک بلوک فلزی با حفره استوانه‌ای برای اتصال به جار آزمون. مجموعه بلوک فلزی باید امکان سرمایش و / یا گرمایش داشته باشد. یک حسگر دما برای پایش دما در بلوک فلزی جاسازی شده 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.

۶-۱ عامل تمیزکاری، با قابلیت تمیزکاری و خشک کردن جار آزمون، حسگر دما و لوله شیشه‌ای بعد از هر آزمون. مواد شیمیایی مانند الکل، حلال‌های پایه نفتی و استون برای این کار مناسب هستند.

هشدار- این مواد قابل اشتعال بوده و ممکن است هنگام تبخیر یا با یکدیگر مضر باشند.

۷ نمونه برداری

۷-۱ یک نمونه مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹ یا ASTM D4177 به دست آورید.

1 – Metallic block bath

۲-۷ نمونه‌هایی از مواد با گرانروی بالا را می‌توان قبل از انتقال گرم کرد تا به میزان قابل قبولی روان شوند. با وجود این، هیچ نمونه‌ای نباید بیش از میزان ضروری حرارت داده شود. به غیر از مواردی که دمای نمونه ۷۰ ^{o}C یا کمتر است، نمونه نباید گرم شده و به جار آزمون منتقل شود.

یادآوری- در مواردی که نمونه بالاتر از این دما حرارت داده شده است، بگذارید نمونه سرد شود تا دمای آن قبل از انتقال، حداقل ۷۰ ^{o}C باشد.

۸ آماده‌سازی دستگاه

۱-۸ دستگاه خودکار را مطابق دستورکارهای سازنده، برای عملیات نصب کنید.

۲-۸ جار آزمون، حسگر دما و لوله شیشه‌ای را تمیز و خشک کنید.

۳-۸ کلید برق اصلی دستگاه خودکار را روشن کنید.

۹ کالیبراسیون و استانداردسازی

۱-۹ اطمینان حاصل کنید کل دستورکارهای سازنده برای کالیبراسیون، بررسی و عملیات دستگاه خودکار رعایت شده است.

۱-۱-۹ موقعیت حسگر دما و لوله شیشه‌ای را مطابق دستورکارهای سازنده بررسی کنید و در صورت لزوم تنظیمات مناسب را انجام دهید.

۲-۹ از یک نمونه با نقطه ریزش مستند (معلوم) می‌توان برای تصدیق عملکرد دستگاه خودکار استفاده کرد. به‌طور جایگزین می‌توان از نمونه‌ای که به دفعات در مطالعات بین آزمایشگاهی نقطه ریزش آزمون شده است، استفاده کرد.

۱۰ روش انجام آزمون

۱-۱۰ آزمونه را تا خط علامت‌گذاری درون جار آزمون بریزید. در صورت لزوم، نمونه را در یک حمام آب یا گرم‌خانه حرارت دهید تا به منظور ریختن درون جار آزمون به حد کافی روان شود. نمونه‌هایی با نقطه ریزش مورد انتظار بالاتر از ۳۶ ^{o}C یا نمونه‌هایی که در دمای اتاق جامد به نظر می‌رسند را می‌توان تا دمای بالاتر از ۴۵ ^{o}C حرارت داد، اما نباید بیش از ۷۰ ^{o}C حرارت داده شوند.

۲-۱۰ جار آزمون پر شده را درون حمام بلوک فلزی قرار داده و مجموعه سرپوش جار آزمون را نصب کنید.

۳-۱۰ حالت آزمون موردنظر شامل فواصل دمایی آزمون نقطه ریزش را مطابق دستورکارهای سازنده انتخاب کنید. درصورتی که کاربر تمایل دارد نتایج به شکل مشابه با استاندارد ASTM D97 باشند، پس آزمون باید در فواصل دمایی ۳ $^{\circ}C$ انتخاب شود. کارکرد گرمایش مقدماتی خودکار نمونه را شروع کرده و سپس نقطه ریزش مورد انتظار (EPP)[1] را وارد کنید. هنگامی‌که فواصل دمایی آزمون ۳ $^{\circ}C$ انتخاب شده است، EPP باید مضربی از ۳ $^{\circ}C$ باشد.

1- Expected pour point

۱۰-۴ برنامه آزمون را شروع کنید. نمونه به صورت خودکار از قبل تا دمای ۴۵ °C یا EPP + ۹ °C (هرکدام که بزرگتر است) اما نه دمای بالاتر از ۷۰ °C ، به وسیله دستگاه خودکار گرم می‌شود، در حالی‌که دمای حمام در ۴۸ °C یا EPP + ۱۲ °C (هر کدام که بزرگتر است) تثبیت شده است.

۱۰-۵ بعد از تکمیل گرمایش مقدماتی، آزمونه به صورت خودکار سرد می‌شود.

۱۰-۵-۱ حمام بلوک فلزی با نرخ ۳ °C/min تا ۴ °C تا دمای EPP + ۴۰ °C سرد می‌شود.

۱۰-۵-۲ از دمای EPP + ۴۰ °C تا نقطه بدون جریان، حمام بلوک فلزی با نرخ ۰٫۸ °C/min تا ۱٫۱ °C/min سرد می‌شود.

۱۰-۶ هنگامی‌که دمای آزمونه به یک دمای از قبل تعیین شده می‌رسد که به EPP بستگی دارد، دستگاه خودکار آزمون را برای حالت بدون جریان با اعمال فشار هوا به سطح آزمونه در فواصل دمایی برنامه ریزی شده شروع می‌کند. هنگامی‌که آزمونه هنوز به حالت سیال است، به دلیل اعمال فشار هوا روی سطح آزمونه، سطح آزمونه در لوله شیشه‌ای به سمت بالا حرکت می‌کند. هنگامی‌که آزمونه به حالت بدون جریان می‌رسد، سطح آزمونه در کل در لوله شیشه‌ای حرکت نمی‌کند. به محض تشخیص نقطه بدون جریان، دستگاه خودکار نقطه ریزش را محاسبه کرده و نمایش می‌دهد، که مجموع دمای نقطه ریزش بدون جریان و فواصل دمایی آزمون است. همچنین دستگاه خودکار، سرمایش را متوقف کرده و گرمایش آزمونه را شروع می‌کند.

۱۰-۶-۱ آزمونه با نقطه ریزش مورد انتظار مساوی یا بزرگتر از ۳۶+ °C، دستگاه خودکار، آزمون را برای حالت بدون جریان در دمای EPP + ۹ °C شروع می‌کند.

۱۰-۶-۲ آزمونه با نقطه ریزش مورد انتظار مساوی یا بین ۳۱+ °C و ۳۵+ °C، دستگاه خودکار، آزمون را برای حالت بدون جریان در دمای ۴۵ °C شروع می‌کند.

۱۰-۶-۳ آزمونه با نقطه ریزش مورد انتظار مساوی یا کمتراز ۳۰+ °C، دستگاه خودکار، آزمون را برای حالت بدون جریان در دمای EPP + ۱۵ °C شروع می‌کند.

۱۰-۷ مجموعه سرپوش جار آزمون را برداشته و جار آزمون و مجموعه سرپوش جار آزمون را تمیز کنید.

یادآوری- مشخص شده است که سوخت‌های ته‌مانده به پیشینه حرارتی حساس هستند. در موردی که نمونه ته‌مانده سوخت آزمون می‌شود، برای آماده‌سازی نمونه به استاندارد ASTM D97 مراجعه کنید.

۱۱ دقت و انحراف

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

۱۱-۱-۱ نقطه ریزش در فواصل دمایی آزمون ۳ °C:

۱۱-۱-۱-۱ تکرارپذیری، اختلاف بین نتایج آزمون متوالی که توسط یک آزمون‌گر با استفاده از وسایل یکسان تحت شرایط عملیاتی یکسان روی مواد آزمون یکسان به دست آمده است، در طولانی مدت با عملیات صحیح و معمول روش آزمون، فقط در یک مورد از بیست مورد از ۲٫۵ °C بیشتر می‌شود.

۱۱-۱-۱-۲ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون منفرد و مستقل که توسط آزمون‌گرهای متفاوت در آزمایشگاه‌های متفاوت روی یک مواد آزمون یکسان به دست آمده است، در طولانی مدت با عملیات صحیح و معمول روش آزمون، فقط در یک مورد از بیست مورد از ^{o}C ۳٫۱ بیشتر می‌شود.

۱۱-۱-۲ نقطه ریزش در فواصل دمایی آزمون ^{o}C ۱:

۱۱-۱-۲-۱ تکرارپذیری، اختلاف بین نتایج متوالی که توسط یک آزمون‌گر با استفاده از وسایل یکسان، تحت شرایط عملیاتی ثابت روی ماده آزمون یکسان به دست آمده است، در طولانی مدت با عملیات صحیح و معمول روش آزمون، فقط در یک مورد از بیست مورد از ^{o}C ۱٫۱ بیشتر می‌شود.

۱۱-۱-۲-۲ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون منفرد و مستقل که توسط آزمون‌گرهای متفاوت در آزمایشگاه‌های متفاوت روی مواد آزمون یکسان به دست آمده است، در طولانی مدت با عملیات صحیح و معمول روش آزمون، فقط در یک مورد از بیست مورد از ^{o}C ۲٫۲ بیشتر می‌شود.

۱۱-۲ انحراف، از آن جایی‌که 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 نتایج نقطه ریزش در فواصل دمایی آزمون ^{o}C ۳ با نتایج حاصل از استاندارد ASTM D 97 مقایسه شدند. انحراف نسبی برای برخی نمونه‌ها مشاهده شد. با وجود این به نظر نمی‌رسد انحراف مشاهده شده ماهیتی اصولی داشته باشد. احتمالا انحرافات نسبت به استاندارد ASTM D 97 برای انواعی از نمونه که در برنامه آزمون بین آزمایشگاهی سال ۱۹۹۸ گنجانده نشده‌اند، رخ می‌دهد.

یادآوری- بین روش‌های یک نمونه در مطالعه آزمون بین آزمایشگاهی سال ۱۹۹۸ اختلافات فاحش بین نتایج مشاهده شده است. نمونه یک سوخت دیزل زمستانی[1] غنی از گوگرد بود. این نمونه هنگامی که در حین اجرای یک روش آزمون سرد شد، بلورهای نازک اما بسیار بزرگ تشکیل داد که می‌توان آنها را به‌صورت صفحات بزرگ توصیف کرد. این بلورها که در محل تماس نمونه-شیشه به وجود آمدند و نیز روی سطح بالایی نمونه را پوشاندند. همه نمونه، به جز این محل‌ها که دارای پوسته نازکی از بلورها بودند، به صورت مایع با گرانروی ظاهری پایین باقی ماند. با وقوع این امر و در صورت کار کردن آرام با نمونه، این نمونه ریزش نداشته است. اما اگر با نمونه به صورت آرام کار نشود، پوسته خشک شکسته شده و نمونه سریعا ریزش می-کند. توصیه می‌شود کاربران این استاندارد هنگام مشاهده این رفتار برای نمونه مورد آزمون، از اختلافات در نتایج بین روش-های آزمون آگاه باشند.

۱۱-۳-۲ نتایج نقطه ریزش در فواصل دمایی آزمون ^{o}C ۱ برای انحراف نسبت به نتایج نقطه ریزش در فواصل دمایی آزمون ^{o}C ۳ بررسی شدند. به طور میانگین انحراف ^{o}C ۱٫۱ در برنامه آزمون بین آزمایشگاهی سال ۱۹۹۸ مشاهده شد.

یادآوری- لازم به ذکر است هنگامی که آزمونه‌ای در فواصل دمایی ^{o}C ۱ آزمون می شود، به‌طور آماری نتایج ^{o}C ۱ کمتر از نتایج حاصل در فواصل دمایی آزمون ^{o}C ۳ می‌باشند. این مورد به دلیل مواد اولیه آزمون و اختلاف‌های گزارش شده، است. اختلاف‌های بزرگتر از ^{o}C ۱ در تعدادی از نمونه‌ها می تواند علت دیگری داشته باشد. در برنامه آزمون بین آزمایشگاهی،

1- Winter diesel

نقطه‌های ریزش آزمون‌ها در فواصل دمایی ^{o}C ۱ به‌طور متوسط ^{o}C ۱٫۱ کمتر از نتایج حاصل در آزمون‌هایی با فواصل دمایی ^{o}C ۳ بود.

۱۱-۴ توضیحات دقت و اطلاعات انحراف نسبی حاصل از برنامه آزمون بین آزمایشگاهی سال ۱۹۹۸ به دست آمدند. شرکت‌کنندگان، دو مجموعه از سوخت دیزل حاصل از تقطیر، پنج مجموعه از نفت پایه، سه مجموعه از روغن‌های روان‌کننده با چند درجه خلوص و یک مجموعه از هر کدام از روغن‌های هیدرولیک و سیال انتقال خودکار را درگستره دمایی ^{o}C ۵۱- تا ^{o}C ۱۱- دو مرتبه آنالیز کردند. نه آزمایشگاه با دستگاه خودکار در فواصل دمایی ^{o}C ۱ و ^{o}C ۳ و هفت آزمایشگاه با روش و دستگاه غیر خودکار مطابق با استاندارد ASTM D 97 مشارکت داشتند. اطلاعات درباره انواع نمونه‌ها و میانگین نقطه‌های ریزش به شکل گزارش تحقیقاتی در دسترس است.

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

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

۱۲-۲ دما و فواصل دمایی آزمون به عنوان نقطه ریزش؛

۱۲-۳ تمام جزییات لازم برای شناسایی نمونه؛

۱۲-۴ تاریخ و روش نمونه‌برداری؛

۱۲-۵ هر گونه مورد غیر معمول مشاهده شده در حین آزمون؛

۱۲-۶ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به‌طور اختیاری در نظر گرفته می‌شود؛

۱۲-۷ تاریخ انجام آزمون؛

۱۲-۸ نام و نام خانوادگی و امضای آزمون‌گر.

پیوست الف

(الزامی)

جزییات دستگاه

الف-۱ جار آزمون، شیشه شفاف استوانه‌ای با کف مسطح، قطر خارجی ۲۱ mm ±۰٫۲ mm، ارتفاع ۴۵ mm±۰٫۵ mm و ضخامت دیواره ۱ mm ±۰٫۲ mm. خط علامت گذاری در فاصله ۱۶ mm ±۰٫۳ mm از کف جار به صورت با دوام علامت گذاری شده است.

یادآوری- یک درزبندی آلومینیومی گرد را می‌توان برای تشخیص نقطه ابری نوری روی سطح پایینی قرار داد.

الف-۲ مجموعه سرپوش جار آزمون، شامل موارد زیر هستند:

الف-۲-۱ یک سرپوش پلاستیکی با امکان غیر قابل نفوذ کردن جار آزمون

الف-۲-۲ یک لوله شیشه‌ای با نوک فلزی، قطر خارجی ۸ mm ±۰٫۲ mm، طول ۵۵ mm ±۱ mm و ضخامت دیواره ۱ mm ± ۰٫۱ mm . هنگام نصب سرپوش جار آزمون روی جار تقریبا ۹ mm از نوک لوله شیشه‌ای درون آزمونه وارد می‌شود.

الف-۲-۳ حسگر دما مانند پراب پلاتینی مقاوم در غلافی از جنس فولاد زنگ نزن با قطر کوچک معمولا قطر خارجی ۲ mm به منظور خواندن دمای آزمونه تا ۰٫۱ °C. رواداری حسگر دما باید کمتر از ٪ ۱ باشد.

الف-۳ حسگر فشار هوا، یک مبدل الکتریکی که از میان لوله وینیلی به لوله شیشه‌ای متصل شده است به منظور تشخیص حرکت آزمونه به سمت بالا در لوله شیشه‌ای با احساس افزایش فشار هوا در لوله شیشه‌ای. حسگر باید با حساسیت بالا و درستی حداقل ۲۱ Pa (۲ mm H_2O) باشد.

الف-۴ سرنگ هوا، یک سرنگ متشکل از یک فعال کننده الکتریکی با قابلیت اعمال فشار هوای مثبت ضعیف به عنوان مثال ۲۱ Pa (۳۰ mm H_2O) به سطح آزمونه با نرخ کنترل شده

الف-۵ حمام بلوک فلزی، یک بلوک فلزی با حفره استوانه‌ای برای اتصال به جار آزمون. بلوک فلزی مجهز به امکان سرمایش و / یا گرمایش آزمونه موجود در جار آزمون است. سیستم سرمایش باید قابلیت تثبیت سرمایش در نرخ کنترل شده به صورت شرح داده شده در بندهای ۱۰-۵-۱ و ۱۰-۵-۲ باشد.

الف-۶ مونومتر، به منظور تصدیق و کالیبراسیون (درصورت نیاز) فشار هوای ایجاد شده با سرنگ هوا می‌توان یک مونومتر لوله‌ای U شکل را بین سرنگ هوا و لوله شیشه‌ای نصب کرد.