



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran  
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۵۳۱

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

19531

1st.Edition

2015

اندازه‌گیری نقطه ریزش فرآورده‌های نفتی  
به روش چرخشی

**Determination of pour point of petroleum  
products by rotational  
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  
« اندازه گیری نقطه ریزش فرآورده‌های نفتی به روش چرخشی »

**رئیس:**

نظری، سیمین  
(دکترای شیمی)

**سمت و / یا نمایندگی**  
هیات علمی دانشگاه آزاد اسلامی

**دبیر:**

نجفی، زینب  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

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

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

دارم، نسیم  
(لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس آزمایشگاه شرکت نفت پاسارگاد

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

کارشناس ارشد مرکز تحقیقات دانشکده نفت

رضایی نژاد، رامش  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس ارشد آزمایشگاه پتروشیمی مارون

ریحانی زاده، اکبر  
(لیسانس شیمی)

رئیس واحد مهندسی فرآورده‌های شرکت  
ملی پخش فرآورده‌های نفتی منطقه اهواز

ظهوری فر، علیرضا  
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان  
خوزستان

فتاحی نیا، مهناز  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

کجباف، نسیم  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

نظری رهبری، مرجان  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

نقدی، تینا  
(فوق 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
۳	۶ مواد و/ یا واکنشگرها
۳	۷ نمونه برداری
۴	۸ آماده سازی دستگاه
۴	۹ کالیبراسیون و استانداردسازی
۴	۱۰ روش انجام آزمون
۵	۱۱ دقت و انحراف
۶	۱۲ گزارش آزمون
۸	پیوست الف (اطلاعاتی) دستگاه نقطه ریزش

## پیش گفتار

استاندارد " اندازه‌گیری نقطه ریزش فرآورده‌های نفتی به روش چرخشی " که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت پرشیا پژوهش شریف تهیه و تدوین شده است و در پنجاهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های 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 5985: 2014, Standard Test Method for Pour Point of Petroleum Products (Rotational Method)

## مقدمه

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

نقطه ریزش یک فرآورده نفتی شاخصی از پایین‌ترین دمای استفاده آن برای کاربردهای خاص 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.

این روش آزمون، می‌تواند دمای آزمون را با تفکیک  $0.1^{\circ}\text{C}$  که در آن یا بلورها تشکیل می‌شوند یا گرانروی به اندازه کافی افزایش می‌یابد تا مانع از حرکت فرآورده‌های نفتی شود، تعیین کند.

هنگامی که نتایج در فواصل دمایی  $3^{\circ}\text{C}$  گزارش شوند، این استاندارد نقطه ریزش را به شکلی مشابه استاندارد ASTM D97 ارائه می‌دهد.

**یادآوری** - از آنجایی که ممکن است برخی کاربران مایل باشند نتایج را به شکل مشابه با استاندارد ASTM D97 (در فواصل دمایی  $3^{\circ}\text{C}$ ) گزارش کنند، داده‌های دقت برای دماهای گرد شده تا فواصل دمایی  $3^{\circ}\text{C}$  به دست آمده‌اند. برای توضیحات انحراف<sup>۱</sup> نسبت به استاندارد ASTM D97، بند ۱۱-۳ را ببینید.

همان‌طور که در برنامه آزمون بین آزمایشگاهی سال ۱۹۹۲ اندازه‌گیری شده است، این استاندارد تکرارپذیری و تجدیدپذیری بهتری نسبت به استاندارد ASTM D97 دارد (بند ۱۱ را ببینید).

## اندازه‌گیری نقطه ریزش فرآورده‌های نفتی به روش چرخشی

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 نمونه، آن را به طور پیوسته مقابل وسیله تشخیص مواد معلق می‌چرخاند.

این استاندارد برای گستره دمایی  $57^{\circ}\text{C}$  تا  $51^{\circ}\text{C}$  کاربرد دارد، با این وجود گستره دمایی موجود در برنامه آزمون بین آزمایشگاهی سال ۱۹۹۲ تنها گستره دمایی  $39^{\circ}\text{C}$  تا  $6^{\circ}\text{C}$  (بند ۴-۱۲ را ببینید) را پوشش می‌دهد.

این روش آزمون با تشخیص ساختار بلوری یا افزایش گرانبوری یا هردو در نمونه‌ای که برای جلوگیری از جاری شدن نمونه کافی است، نقطه بدون جریان فرآورده‌های نفتی را تعیین می‌کند. این استاندارد برای نفت خام کاربرد ندارد.

یادآوری- کاربرد این استاندارد برای نمونه‌های سوخت ته‌مانده، تصدیق نشده است. برای اطلاعات بیشتر در مورد کاربرد به بند ۴-۱۲ 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 تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

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

2-2 ASTM D 97, Test Method for Pour Point of Petroleum Products<sup>1</sup>

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

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



### ۳ اصطلاحات و تعاریف

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

#### ۱-۳

##### نقطه ریزش

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

#### ۲-۳

##### نقطه بدون جریان

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

یادآوری- نقطه بدون جریان هنگامی رخ می‌دهد که تشکیل ساختارهای بلوری مومی یا افزایش گرانبوری یا هر دو در اثر خنک کردن به نقطه‌ای می‌رسد که در آن، 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.

#### ۳-۳

##### نقطه ریزش در فواصل دمایی آزمون $3^{\circ}\text{C}$

در فراورده‌های نفتی، دمایی است که با گرد کردن نقطه بدون جریان آزمونه به عدد بالاتر بعدی که مضربی از  $3^{\circ}\text{C}$  است، محاسبه می‌شود.

یادآوری- نقطه بدون جریان را می‌توان در این روش آزمون با تفکیک  $0.1^{\circ}\text{C}$  محاسبه کرد. در استاندارد ASTM D 97، مشاهدات برای نقطه بدون جریان در فواصل دمایی  $3^{\circ}\text{C}$  بوده و چنانچه نتایج به شکل مشابه با استاندارد ASTM D 97، مورد نیاز باشند، این محاسبه باید انجام شود. بعضی از دستگاه‌ها می‌توانند این محاسبه را به صورت خودکار انجام دهند.

#### ۴-۳

##### روش چرخشی

در این استاندارد، تکنیک چرخاندن جار آزمونه در موقعیت عمودی روی یک میز چرخان است. میز چرخان یک حس‌گر دمایی دارد که در موقعیت ساکن قرار گرفته و حاوی یک پاندول است که درون آزمونه قرار دارد.

یادآوری- به محض خنک شدن آزمونه، تشکیل بلور یا افزایش گرانبوری حاصله در آزمونه، روی پاندول نیرویی وارد کرده که آن را از موقعیت ساکن خارج کرده و باعث تشخیص نقطه بدون جریان می‌شود.

### ۴ اصول آزمون

آزمونه درون دستگاه نقطه ریزش خودکار قرار گرفته و سپس برنامه آزمون شروع می‌شود. آزمونه گرم شده و سپس با حفظ یک تفاضل دمایی ثابت بین بلوک سرمایش و نمونه، سرد می‌شود. آزمونه به طور پیوسته با

چرخش فنجان آزمون با سرعت حدود ۰/۱ rpm در مقابل یک پاندول کره‌ای شکل متعادل کننده<sup>۱</sup> ساکن، آزمون می‌شود. دمای آزمون که در آن ساختار بلوری یا افزایش گرانشی یا هر دو درون آزمون باعث جابه‌جایی پاندول می‌شود، با تفکیک °C ۰/۱ ثبت می‌شود. سپس آزمون تا دمای شروع اصلی گرم می‌شود.

## ۵ وسایل

۱-۵ دستگاه خودکار، دستگاه نقطه ریزش خودکار شرح داده شده در پیوست الف تشکیل شده است از یک واحد اندازه‌گیری ریزپردازنده کنترل شده قادر به گرمایش، سرمایش، چرخاندن و ثبت دمای آزمون. دستگاه باید مجهز به یک نمایشگر دیجیتال، مجموعه بلوک سرمایش/گرمایش، میز چرخان، فنجان آزمون و سر اندازه‌گیر حاوی یک پاندول متعادل کننده و وسیله اندازه‌گیری دما باشد.

۲-۵ فنجان آزمون، یک فنجان آلومینیومی با کف تخت مطابق ابعاد بند الف-۲ برای مشخص کردن میزان پر شدن مورد نیاز، داخل فنجان در ارتفاع  $(36 \pm 0.2)$  mm بالای کف فنجان از داخل حکاکی شده است. کف فنجان در بیرون دو فرورفتگی دارد که چرخش فنجان آزمون را تسهیل می‌کند.

۳-۵ حمام گردشی، واحد خنک کننده مجهز به یک پمپ گردشی قادر به نگهداری دمای حداقل °C ۲۰ سردتر از پایین‌ترین نقطه ریزش مورد انتظاری که قرار است اندازه‌گیری شود.

## 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 استفاده در حمام گردشی به عنوان محیط سرمایش

۲-۶ حلال‌های تمیزکاری، مناسب برای تمیزکاری و خشک کردن فنجان آزمون و پاندول، مانند نفتای نفتی و استون.

هشدار- این حلال‌ها قابل اشتعال بوده و سبب سوختگی چشم می‌شوند. بخارات آنها مضر بوده و در صورت بلعیدن یا تنفس، ممکن است کشنده بوده یا سبب نابینایی شوند.

## ۷ نمونه برداری

۱-۷ یک نمونه مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹ یا استاندارد ASTM D 4177 به دست آورید.  
۲-۷ نمونه‌هایی از مواد با گرانشی بسیار 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 °C ۷۰ یا کمتر است، نمونه نباید گرم شده و به ظرف آزمون منتقل شود.

1 -Counter-balanced pendulum

یادآوری- در مواردی که نمونه بالاتر از این دما حرارت داده شده است، بگذارید نمونه سرد شود تا دمای آن قبل از انتقال، حداقل  $70^{\circ}\text{C}$  باشد.

## ۸ آماده‌سازی دستگاه

- ۱-۸ دستگاه را مطابق دستور کارهای سازنده برای عملیات آماده کنید.
- ۲-۸ فنجان آزمون و مخزن سرمایش را با استفاده از حلال‌های مناسب مطابق آنچه توسط سازنده دستگاه تعیین شده، تمیز و خشک کنید.
- ۳-۸ حمام گردشی خنک شده را مطابق دستورکارهای سازنده برای عملیات آماده کرده و اجازه دهید به دمای حداقل  $20^{\circ}\text{C}$  سردتر از پایین‌ترین نقطه ریزش مورد انتظار نمونه برسد.

## ۹ کالیبراسیون و استانداردسازی

- ۱-۹ اطمینان حاصل کنید کل دستورکارهای سازنده برای کالیبراسیون، بررسی و عملیات دستگاه رعایت شده است.
- ۲-۹ موقعیت پاندول اندازه‌گیری را در صورت لزوم مطابق دستورکارهای سازنده تنظیم کنید.
- ۳-۹ از یک نمونه با نقطه ریزش کاملاً مشخص می‌توان برای تصدیق عملکرد دستگاه 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 آزمون را تا خط حکاکی شده درون فنجان آزمون بریزید. در صورت لزوم، نمونه را در یک حمام آب یا گرم‌خانه حرارت دهید تا برای ریختن درون فنجان آزمون، به حد کافی روان شود. نمونه‌هایی با نقطه 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 نباید بیش از  $70^{\circ}\text{C}$  حرارت داده شوند (یادآوری بند ۷-۲ را ببینید).
- 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.
- ۲-۱۰ اطمینان حاصل کنید مخزن سرمایش بدون رطوبت است. در غیر این صورت، کل رطوبت را با یک دستمال خشک، پاک کنید. فنجان آزمون را درون مخزن سرمایش قرار دهید. سر اندازه‌گیری را در موقعیت خود بالای فنجان آزمون قرار داده و آن را درون آزمون پایین برید.
- ۳-۱۰ برنامه آزمون را با دنبال کردن دستورکارهای سازنده شروع کنید.
- ۴-۱۰ اگر مشخص شود نقطه ریزش مورد انتظار بالاتر از  $33^{\circ}\text{C}$  است، یک دمای شروع که حداقل  $9^{\circ}\text{C}$  بالاتر از نقطه ریزش مورد انتظار ولی حداقل  $45^{\circ}\text{C}$  است را از پیش انتخاب کنید. بالاترین دمای اولیه‌ای که می‌تواند برنامه‌ریزی شود،  $70^{\circ}\text{C}$  است.

۵-۱۰ اگر مشخص شود نقطه ریزش مورد انتظار برابر یا پایین‌تر از  $33^{\circ}\text{C}$  است، مدت آزمون را می‌توان با انتخاب قبلی یک دمای شروع که حداقل  $9^{\circ}\text{C}$  بالاتر از نقطه ریزش مورد انتظار است کوتاه کرد. پایین‌ترین دمای شروع که می‌تواند برنامه‌ریزی شود،  $20^{\circ}\text{C}$  است.

۶-۱۰ اگر نقطه ریزش مورد انتظار مشخص نبوده و نمونه مایع به نظر برسد، دمای شروع  $45^{\circ}\text{C}$  را از پیش انتخاب کنید. وقتی دمای شروع انتخاب نشده باشد، دستگاه به صورت خودکار آزمون را تا دمای حدود  $45^{\circ}\text{C}$  گرم می‌کند. اگر نقطه ریزش مورد انتظار مشخص نبوده و نمونه نیاز دارد پیش از انتقال به فنجان آزمون گرم شود، دمای شروع  $70^{\circ}\text{C}$  را از پیش انتخاب کنید.

۷-۱۰ در ابتدا، آزمون تا دمای حدود  $45^{\circ}\text{C}$  یا تا دمای شروع انتخاب شده از قبل توسط آزمون‌گر که بین  $20^{\circ}\text{C}$  و  $70^{\circ}\text{C}$  است، گرم می‌شود. فنجان آزمون به طور پیوسته با سرعت حدود  $0.1\text{ rpm}$  چرخیده و جریانی از سیال سرمایش از حمام گردشی تنظیم می‌شود تا بلوک سرمایش را در دمایی حدود  $8^{\circ}\text{C}$  پایین‌تر از دمای آزمون نگه دارد. دمای آزمون به طور پیوسته نمایش داده می‌شود. در تشخیص آخرین نقطه جریان، دمایی که آزمون به دست می‌آورد روی نمایشگر دیجیتالی نگه داشته می‌شود تا دوباره توسط آزمون‌گر تنظیم شود. سپس آزمون تا دمای حدود  $45^{\circ}\text{C}$  یا دمای از پیش انتخاب شده گرم می‌شود.

۸-۱۰ دمای آزمون گرد شده تا عدد  $3^{\circ}\text{C}$  بعدی نیز نمایش داده می‌شود.

## ۱۱ دقت و انحراف

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

### ۱-۱-۱۱ نقطه ریزش در فواصل دمایی آزمون $3^{\circ}\text{C}$ (روش چرخشی)

۱-۱-۱-۱۱ تکرارپذیری، اختلاف بین نتایج آزمون متوالی که توسط یک آزمون‌گر با استفاده از وسایل یکسان تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمون یکسان در طولانی مدت با عملیات صحیح و معمول روش آزمون، به دست آمده است، فقط در یک مورد از بیست مورد از  $23^{\circ}\text{C}$  بیشتر می‌شود.

۲-۱-۱-۱۱ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون منفرد و مستقل که توسط آزمون‌گرهای متفاوت در آزمایشگاه‌های متفاوت روی مواد آزمون یکسان در طولانی مدت با عملیات صحیح و معمول روش آزمون به دست آمده است، فقط در یک مورد از بیست مورد از  $8.7^{\circ}\text{C}$  بیشتر می‌شود.

### ۲-۱-۱۱ نقطه بدون جریان

۱-۲-۱-۱۱ تکرارپذیری، اختلاف بین نتایج متوالی که توسط یک آزمون‌گر با استفاده از وسایل یکسان، تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمون یکسان در طولانی مدت با عملیات صحیح و معمول روش آزمون به دست آمده است، فقط در یک مورد از بیست مورد از  $1.18^{\circ}\text{C}$  بیشتر می‌شود.

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

## ۱۱-۳ انحراف نسبی

۱۱-۳-۱ نتایج نقاط ریزش در فواصل دمای آزمون  $3^{\circ}\text{C}$  با نتایج حاصل از استاندارد ASTM D97 مقایسه شدند. انحراف نسبی میان برخی نمونه‌ها مشاهده شد. با وجود این به نظر نمی‌رسد انحراف مشاهده شده ماهیتی سیستماتیک باشد. احتمالاً انحرافات نسبت به استاندارد ASTM D97/IP 15 برای انواعی از نمونه که در برنامه آزمون آزمایشگاهی گنجانده نشده‌اند، ممکن است رخ دهد.

**یادآوری** - اختلافات فاحش در نتایج بین روش‌ها برای یک نمونه در مطالعه آزمون بین آزمایشگاهی مشاهده شده است. نمونه یک سوخت دیزل زمستانی<sup>۱</sup> غنی از گوگرد بوده است. این نمونه هنگامی که در حین اجرای یک روش آزمون سرد شد، بلورهای نازک اما بسیار بزرگی تشکیل داد که به عنوان ورقه‌های بزرگ توصیف شدند. این بلورها 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 بلورها بودند، به صورت مایع با گرانروی ظاهری پایین باقی ماند. با رخ داد 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 سریعاً ریزش می‌کند. توصیه می‌شود کاربران این استاندارد هنگام مشاهده این رفتار در نمونه مورد آزمون، از تفاوت نتایج بین روش‌های آزمون مطلع باشند.

۱۱-۴ توضیحات دقت بند ۱۱-۱-۱ از برنامه آزمون بین آزمایشگاهی سال ۱۹۹۲ به دست آمدند. شرکت‌کنندگان سه مجموعه از روغن‌های سوختی دوتایی و شش مجموعه از روغن‌های روان‌کننده دوتایی، در گستره دمایی  $6^{\circ}\text{C}$  تا  $39^{\circ}\text{C}$  را تجزیه کردند. شش آزمایشگاه با دستگاه خودکار و هفت آزمایشگاه با دستگاه روش آزمون دستی استاندارد ASTM D 97 شرکت کردند. اطلاعات در مورد انواع نمونه‌ها و نقاط ریزش میانگین آنها در گزارش تحقیقاتی موجود در اداره مرکزی بین‌المللی ASTM موجود است.

۱۱-۵ توضیحات دقت در بند ۱۱-۱-۲ از داده‌های با تفکیک  $0.1^{\circ}\text{C}$  حاصل از دو برنامه آزمون داخل یک آزمایشگاه استخراج شده‌اند. برنامه اول در سال ۱۹۸۴ شامل ۱۲ مجموعه از روغن‌های روان‌کننده و روغن‌های سوختی دوتایی و چهارده مجموعه از روغن‌های سوختی دوتایی، در گستره دمایی  $51^{\circ}\text{C}$  تا  $3^{\circ}\text{C}$  بود. برنامه دوم قسمتی از برنامه بین‌آزمایشگاهی سال ۱۹۹۲ بود که در آن یک آزمایشگاه با نتایج  $3^{\circ}\text{C}$  محاسبه شده داده‌های با تفکیک  $0.1^{\circ}\text{C}$  را ارائه کرد. تکرارپذیری با استفاده از برنامه شرح داده شده در گزارش تحقیقاتی RR:D02-1007 روی نتایج حاصل از برنامه ۱۹۸۴ که بدترین مورد دو برنامه بود، محاسبه شد. این داده‌ها ضوابط ASTM را برای گزارش RR:D02-1007 برآورده نمی‌کند.

## ۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

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

۱۲-۲ دمای ثبت شده در بند ۱۰-۷ با تفکیک  $0.1^{\circ}\text{C}$  به عنوان نقطه بدون جریان مطابق این استاندارد (روش چرخشی)؛

۳-۱۲ دمای ثبت شده در بند ۱۰-۸ به عنوان نقطه ریزش در فواصل آزمون  $3^{\circ}\text{C}$ ، مطابق این استاندارد؛

۴-۱۲ تمام جزییات لازم برای شناسایی نمونه؛

۵-۱۲ تاریخ و روش نمونه برداری (در صورت معلوم بودن)؛

۶-۱۲ هر گونه مورد غیر معمول مشاهده شده در حین آزمون؛

۷-۱۲ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به طور اختیاری در نظر گرفته می شود؛

۸-۱۲ تاریخ انجام آزمون؛

۹-۱۲ نام و نام خانوادگی و امضای آزمون گر.

## پیوست الف

(الزامی)

### دستگاه نقطه ریزش

الف-۱ مجموعه بلوک سرمایش/گرمایش، فنجان آزمون داخل یک مجموعه جهت تسهیل گرمایش سرمایش، و چرخش فنجان آزمون (شکل الف-۱ را ببینید) قرار گرفته است. الزامات ابعاد به گونه‌ای است که سرعت سرمایش و چرخش فنجان آزمون باید حفظ شود. برای معلق نگه داشتن پاندول و اندازه‌گیری دمای آزمون باید تدارک دیده شده باشد.

الف-۲ ظرف آزمون، ساخته شده از آلومینیوم با ابعاد زیر :

$(36 \pm 0.5) \text{ mm}$

قطر خارجی

$(2 \pm 0.1) \text{ mm}$

ضخامت دیواره

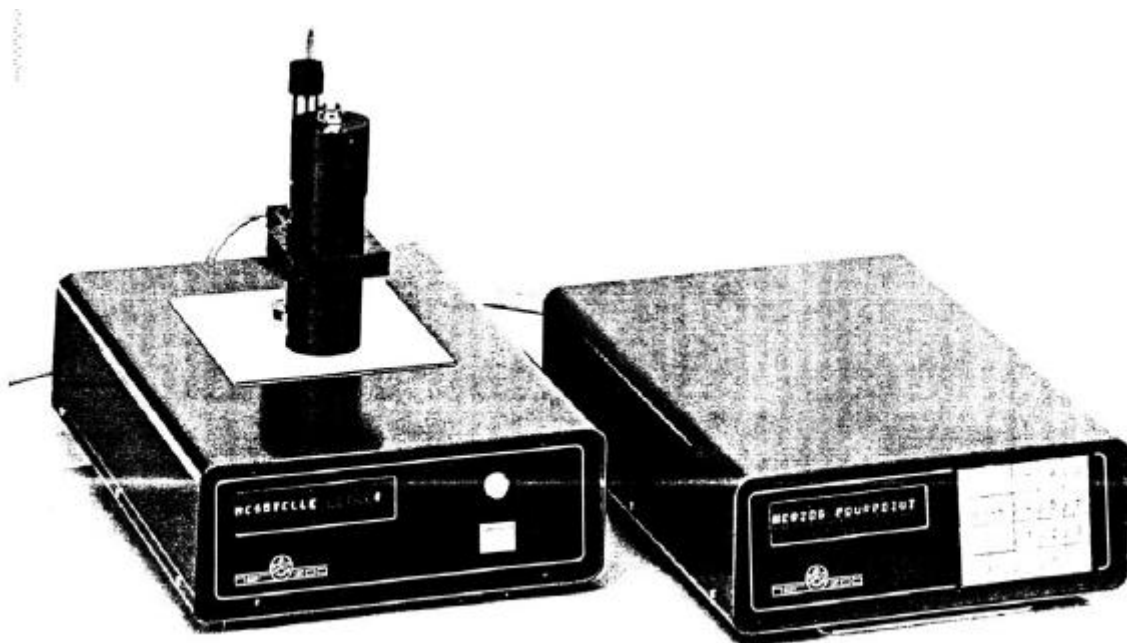
$(51 \pm 0.5) \text{ mm}$

طول

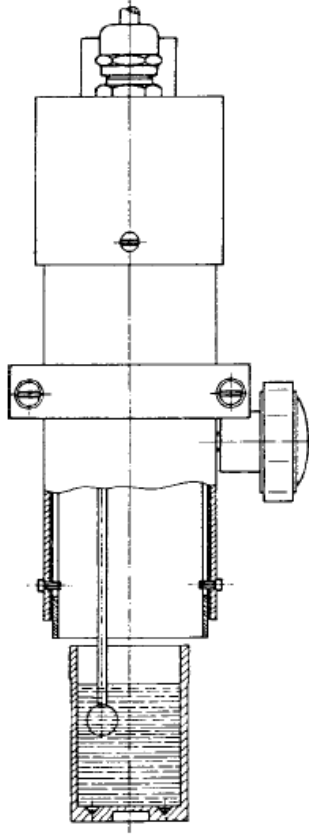
$(36 \pm 0.2) \text{ mm}$

کف داخلی ظرف از بالا تا موقعیت خط نشانه

الف-۳ وسیله اندازه‌گیری دما، اندازه‌گیری دما می‌تواند با هر وسیله مناسبی مانند یک وسیله مقاوم پلاتینی انجام شود. تفکیک اندازه‌گیری دما باید تا  $0.1^\circ \text{C}$  بوده و رواداری وسیله اندازه‌گیری باید کمتر از ۱٪ باشد.



شکل الف-۱-مجموعه بلوک سرمایش/گرمایش



شکل الف-۲- ظرف آزمون