



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۰۰

تجدید نظر سوم

۱۳۹۳

INSO

200

3rd.Revision

2015

فراورده‌های نفتی - اندازه‌گیری باقی‌مانده
کربن به روش رمزباتوم

**Petroleum products- Determination of
carbon residue by ramsbottom 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 حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود 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، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود 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 می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به‌عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شوند 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 می‌دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به‌عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی‌شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی 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 می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) و وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی 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
« فرآورده‌های نفتی - اندازه‌گیری باقی‌مانده کربن به روش رمزباتوم »
(تجدید نظر سوم)

رئیس:

دهدشتی‌زاده، الهام
(لیسانس شیمی)

سمت و / یا نمایندگی

کارشناس ارشد ملی حفاری

دبیر:

نجفی، زینب
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

بندری، عبدالحکیم
(لیسانس مدیریت صنعتی)

مسئول استاندارد پتروشیمی بندر امام

جولاباف، الهام
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

چرم‌زاده، مهرناز
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت صنایع شیمیایی
شبنم خوزستان

حاتمی، امیر
(دکتری شیمی)

کارشناس ملی حفاری

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

شبیبی، فریدون
(لیسانس مهندسی شیمی)

سرپرست آنالیز گاز پتروشیمی بندر امام

طاهری، معصومه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

فتاحی‌نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

کارشناس مهندسی فرآیند پالایشگاه اصفهان

محمدی، فریبا
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

رئیس آزمایشگاه پتروشیمی بندر امام

مکتبی، الهام
(فوق لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه		عنوان
ب		آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج		کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ه		پیش گفتار
و		مقدمه
۱	۱	هدف و دامنه کاربرد
۲	۲	مراجع الزامی
۲	۳	اصطلاحات و تعاریف
۳	۴	اصول آزمون
۳	۵	وسایل
۶	۶	بررسی عملکرد دستگاه‌ها
۸	۷	نمونه برداری
۹	۸	روش انجام آزمون
۱۰	۹	روش انجام آزمون برای باقی مانده کربن بر روی ٪ ۱۰ (حجمی / حجمی) باقی مانده تقطیر
۱۱	۱۰	محاسبات
۱۲	۱۱	دقت و انحراف
۱۳	۱۲	گزارش آزمون
۱۴		پیوست الف (اطلاعاتی) کوره کک‌سازی رمزباتوم
۱۷		پیوست ب (اطلاعاتی) اطلاعاتی در خصوص ارتباط نتایج باقی مانده کربن تعیین شده بین این روش آزمون و روش آزمون استاندارد ملی ایران شماره ۲۹۳۹

پیش‌گفتار

استاندارد " فراورده‌های نفتی - اندازه‌گیری باقی‌مانده کربن به روش رمزباتوم " نخستین بار در سال ۱۳۴۵ تدوین شد. این استاندارد بر اساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط سازمان ملی استاندارد ایران و تایید کمیسیون‌های مربوط برای سومین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در پنجاه و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد فراورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۳/۱۲/۱۷ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه، ۱۳۷۱ به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

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

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۰ : سال ۱۳۴۵ می‌باشد.

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

ASTM D 524 : 2010, Standard Test Method for Ramsbottom Carbon Residue of Petroleum Products

مقدمه

مقدار باقی مانده کربن حاصل از سوخت مشعل به عنوان تقریبی از تمایل سوخت برای تشکیل رسوب در اثر تبخیر روی مشعل‌های نوع فنجان‌ی^۱ و نوع استوانه‌ای^۲ می‌باشد. برای سوخت‌های فاقد آلکیل نیترات‌ها به همین نحو است، اما در حضور آلکیل نیترات این آزمون روی سوخت پایه بدون افزودنی انجام می‌شود. باقی مانده کربن سوخت‌های دیزلی و رسوبات محفظه احتراق تقریباً با هم در ارتباط هستند.

مقدار باقی مانده کربن روغن موتور در حالی که در یک زمان در نظر گرفته شود نشان‌دهنده مقدار رسوب‌های کربن‌دار روغن موتور تشکیل شده در محفظه احتراق موتور می‌باشد، اما امروزه به دلیل حضور افزودنی‌ها در بسیاری از روغن‌ها مشکوک در نظر گرفته می‌شود. برای مثال، یک افزودنی پاک‌کننده که سبب ایجاد خاکستر می‌شود می‌تواند مقدار باقی مانده کربن یک روغن را افزایش دهد، در عین حال سبب کاهش تدریجی تمایل به تشکیل رسوب گردد.

مقدار باقی مانده کربن نفت گاز به عنوان یک راهنما در تولید گاز از نفت گاز مفید است، در حالی که مقادیر باقی مانده کربن از باقی مانده‌های نفت خام، استوک‌های^۳ سیلندر و استوک‌های سبک در تولید روان‌کننده‌ها مفید هستند.

1 - Pot- type
2 - Sleeve- type
3 -Stocks

فراورده‌های نفتی - اندازه‌گیری باقی‌مانده کربن به روش رمزباتوم

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 مقدار باقی‌مانده کربن (یادآوری ۱) برجای مانده از روغن بعد از تبخیر و پیرولیز^۱ آن می‌باشد. این استاندارد برای تعیین شاخصی از تمایل نسبی روغن به تشکیل کک کاربرد دارد. این استاندارد به‌طور کلی برای فراورده‌های نفتی نسبتاً غیر فرار که هنگام تقطیر در فشار جو به‌طور جزئی تجزیه می‌شوند، کاربرد دارد. این استاندارد همچنین برای اندازه‌گیری کربن باقی‌مانده روی ۱۰٪ (حجمی/حجمی) باقی‌مانده تقطیر (بند ۹ را ببینید) کاربرد دارد. فراورده‌های نفتی حاوی مواد تشکیل‌دهنده خاکستر که مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۹۰ اندازه‌گیری می‌شوند، بسته به مقدار خاکستر تشکیل شده دارای باقی‌مانده کربن نسبتاً بالایی خواهند بود (یادآوری ۲ و یادآوری ۳ را ببینید).

یادآوری ۱- اصطلاح باقی‌مانده کربن در این استاندارد به باقی‌مانده کربن‌داری اطلاق می‌شود که در حین تبخیر و پیرولیز یک فراورده نفتی تشکیل می‌شود. این باقی‌مانده کاملاً از کربن تشکیل نشده است اما یک کک است که به‌وسیله پیرولیز بیشتر تغییر می‌یابد. استفاده از اصطلاح باقی‌مانده کربن در این استاندارد تنها به‌خاطر کاربرد رایج و گسترده آن می‌باشد.

یادآوری ۲- مقادیر به‌دست آمده از این استاندارد از نظر عددی مانند مقادیر به‌دست آمده در استاندارد ملی ایران شماره ۲۹۳۹ یا استاندارد ASTM D4530 نیستند، هر چند که همبستگی‌های تقریبی بین این روش‌ها برقرار شده است (شکل ب-۱ را ببینید) اما به‌دلیل آن‌که آزمون باقی‌مانده کربن برای دامنه وسیعی از فراورده‌های نفتی قابل کاربرد است، همبستگی مذکور را نمی‌توان برای همه موادی که می‌توانند آزمون شوند به‌کار برد. آزمون باقی‌مانده کربن به روش رمزباتوم به آن دسته از نمونه‌هایی که در دمای کمتر از ۹۰°C روان هستند، محدود می‌شود.

یادآوری ۳- حضور آلکیل نیترات‌ها از قبیل آمیل نیترات، هگزیل نیترات یا اکتیل نیترات در سوخت‌های دیزلی، سبب مقدار باقی‌مانده کربن بالاتری نسبت به مقدار مشاهده شده در سوخت عمل‌آوری نشده می‌شود که این می‌تواند منجر به نتایج اشتباه برای تمایل سوخت به تشکیل کک شود. وجود آلکیل نیترات در سوخت را می‌توان از طریق استاندارد ملی ایران شماره ۷۲۳۳ شناسایی کرد.

یادآوری ۴- روش انجام آزمون در بند ۹ برای کاربرد یک دستگاه تقطیر خودکار با حجم ۱۰۰ ml اصلاح شده است. داده‌های دقت برای این روش آزمون در حال حاضر در دسترس نیستند، اما یک آزمون مشارکتی^۲ به منظور توسعه داده‌های دقت طرح‌ریزی شده است. روش تقطیر حباب‌دار با حجم ۲۵۰ ml در بند ۹ برای اندازه‌گیری باقی‌مانده کربن بر روی ۱۰٪ از باقی‌مانده تقطیر به عنوان آزمون مرجع در نظر گرفته شد.

هشدار- جیوه توسط بسیاری از سازمان‌های نظارتی به عنوان یک ماده خطرناک تعیین شده است که می‌تواند سبب آسیب به سیستم عصبی مرکزی، کلیه و کبد شود. جیوه یا بخار آن ممکن است برای سلامتی مضر بوده و برای مواد خورنده باشد. هنگام کار با جیوه و فراورده‌های حاوی آن احتیاط کنید. برای جزئیات بیشتر به برگه‌های

1 - Pyrolysis

2 - Round robin

داده‌های ایمنی مواد (MSDS)^۱ و برای اطلاعات بیشتر به وب سایت <http://www.epa.gov/mercury/faq.htm> 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 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 ۲۵۴۵، روش اندازه‌گیری مقدار خاکستر پارافین جامد
- ۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲۹۳۹، فراورده‌های نفتی - اندازه‌گیری کربن باقی‌مانده به روش کنرادسون
- ۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹، فراورده‌های نفتی - روش‌های نمونه‌برداری
- ۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۶۲۶۱، فراورده‌های نفتی - تقطیر در فشار اتمسفر - روش آزمون
- ۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۲۳۳، فراورده‌های نفتی - سوخت‌های دیزلی اندازه‌گیری آلکیل نیترات - روش طیف‌سنجی

- 2-6 ASTM D 4175, Terminology Relating to Petroleum, Petroleum Products, and Lubricants
- 2-7 ASTM D 4177, Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products
- 2-8 ASTM D 4530, Test Method for Determination of Carbon Residue (Micro Method)
- 2-9 ASTM E1, Specification for ASTM Liquid-in-Glass Thermometers
- 2-10 ASTM E 133, Specification for Distillation Equipment

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

باقی‌مانده کربن

باقی‌مانده تشکیل شده به وسیله تبخیر و تخریب گرمایی مواد حاوی کربن.

یادآوری - این باقی مانده کاملاً از کربن تشکیل نشده است اما یک کک است که به وسیله پیرولیز کربن بیشتر تغییر می یابد. استفاده از اصطلاح باقی مانده کربن در این استاندارد تنها به خاطر کاربرد رایج و گسترده آن می باشد.

۴ اصول آزمون

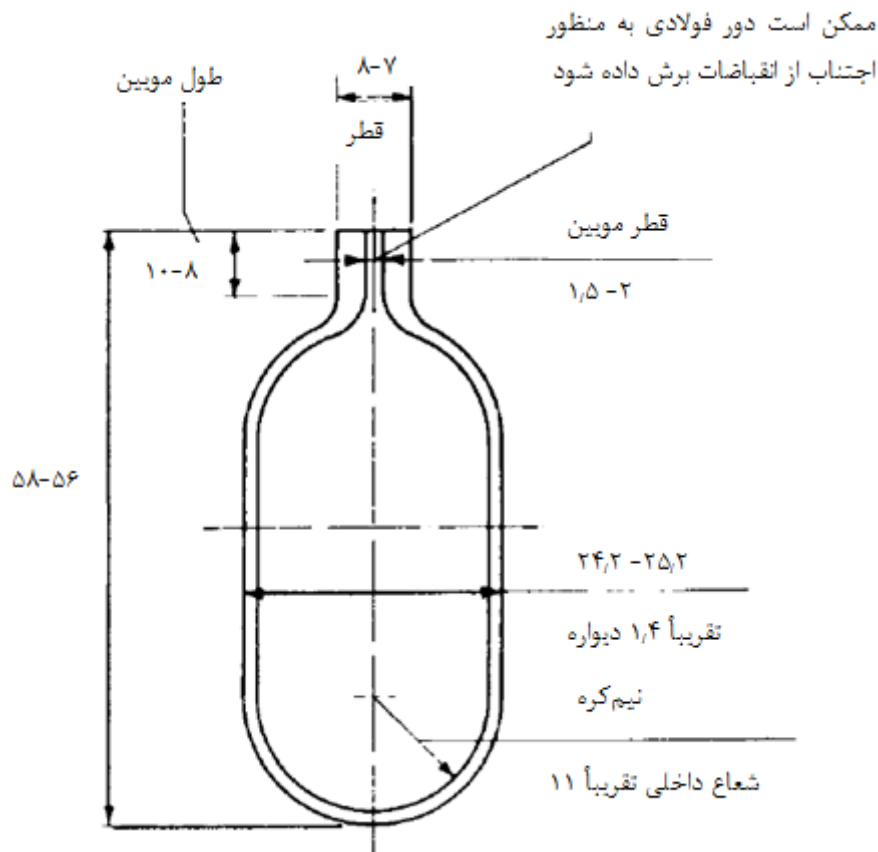
نمونه بعد از توزین به یک حباب شیشه ای مخصوص دارای دهانه موئین منتقل می شود و در یک کوره فلزی نگه داشته شده در دمای حدود 550°C قرار می گیرد. نمونه به سرعت تا نقطه ای که در آن تمام مواد فرار به صورت تجزیه شده یا تجزیه نشده به خارج از حباب تبخیر شوند، حرارت داده می شود در حالی که باقی مانده سنگین تر برجای مانده در حباب متحمل واکنش های کراکینگ^۱ و کک سازی^۲ می شود. در مرحله بعدی دوره حرارتی، کک یا باقی مانده کربن باز هم دستخوش تجزیه آرام و اکسایش جزئی می شود که ناشی از امکان نفوذ هوا درون حباب است. بعد از یک دوره حرارتی ویژه، حباب از حمام خارج، در دسیکاتور خنک و مجدداً توزین می شود. باقی مانده برجای مانده بر حسب درصد نمونه اصلی محاسبه می شود و به عنوان باقی مانده کربن رمزباتوم گزارش می شود.

این استاندارد برای تعیین مشخصات عملیاتی صحیح کوره مجهز به یک حباب کنترل حاوی یک ترموکوپل که باید یک همبستگی دما- زمان ویژه را ارائه دهد، فراهم شده است.

۵ وسایل

۱-۵ حباب کک سازی شیشه ای، از جنس شیشه مقاوم در برابر حرارت مطابق با ابعاد و رواداری های نشان داده شده در شکل ۱. قبل از استفاده از حباب، قطر دهانه موئین را بررسی کنید بدین ترتیب که قطر آن بیشتر از $1/5\text{ mm}$ باشد اما بیشتر از $2/0\text{ mm}$ نباشد. یک میله مته^۳ با قطر $1/5\text{ mm}$ از دهانه موئین عبور داده و در حباب وارد کنید و سعی کنید یک میله مته با قطر $2/0\text{ mm}$ از دهانه موئین عبور دهید. حباب هایی را که دهانه آن ها امکان ورود میله کوچک تر را فراهم می کند و حباب هایی که قطر دهانه موئین آن ها بزرگ تر از قطر میله بزرگتر است، را کنار بگذارید. همه ابعاد بر حسب میلی متر می باشد.

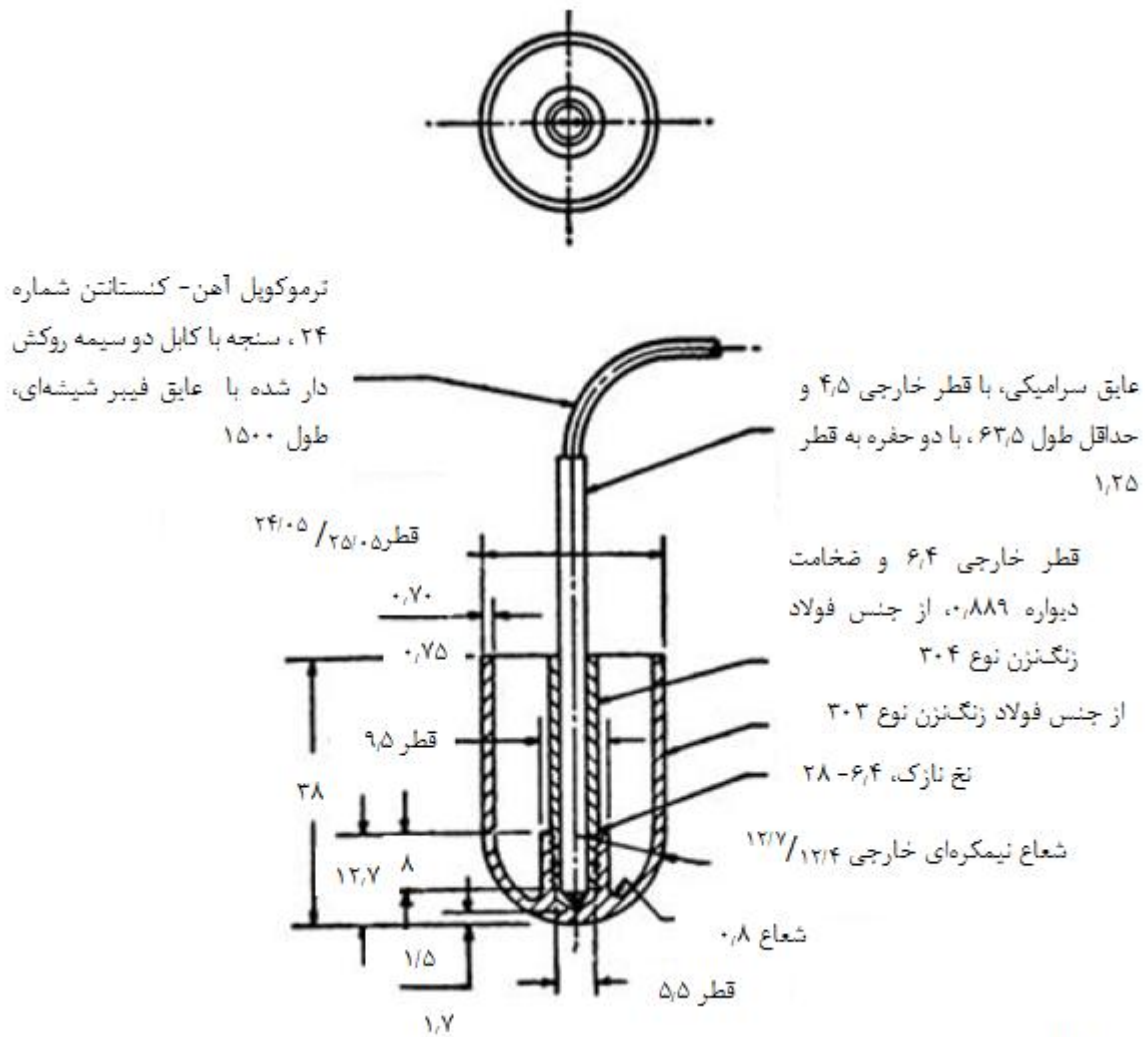
1-Cracking
2 - Coking
3 - drill rod



شکل ۱- حباب کک سازی شیشه‌ای

۲-۵ حباب کنترل، از جنس فولاد زنگ نزن، حاوی ترموکوپل، با ابعاد و رواداری‌های مطابق شکل ۲. به منظور استفاده در تعیین انطباق مشخصات کوره با الزامات عملکرد (بند ۶). حباب کنترل مطابق شکل ۲ باید کدر باشد و نباید جلا داده شود. یک حباب جلا داده دارای ویژگی‌های حرارتی متفاوتی نسبت به فرم کدر و جلا نداده است. یک آذرسنج^۱ ترموکوپلی مناسب برای مشاهده دمای صحیح با دقت $\pm 1^\circ\text{C}$ مورد نیاز است.

همه ابعاد بر حسب میلی‌متر می‌باشد.



یادآوری ۱- حباب کنترل را با حرارت دادن آن در یک کوره با دمای 900°C به مدت ۳۰ دقیقه اکسید کنید.

یادآوری ۲- وزن کل حباب کنترل بدون ترموکوپل معادل $(24 \pm 1)\text{g}$ می‌باشد. رواداری برای همه ابعاد کسری، ± 0.4 می‌باشد.

شکل ۲- حباب کنترل

۳-۵ **سرنگ بارگیری نمونه**، سرنگ تزریق زیر جلدی شیشه‌ای با حجم ۵ ml یا ۱۰ ml (یادآوری را ببینید) مجهز به سوزن شماره ۱۷ (با قطر خارجی ۱٫۵ mm) یا سوزن سرم شماره صفر (با قطر خارجی ۱٫۴۵ تا ۱٫۴۷ mm) برای انتقال نمونه به حباب کک‌سازی شیشه‌ای.

یادآوری- استفاده از سرنگی که سوزن آن روی نوک شیشه‌ای سمباده‌ای قرار گرفته، توصیه نمی‌شود. زیرا ممکن است هنگامی که به پیستون سرنگ فشار وارد می‌شود سوزن به بیرون پرتاب شود. استفاده از سرنگ‌های نوع لوئر-لاک^۱ رضایت‌بخش‌تر است، زیرا سوزن در پایین غلاف سرنگ قفل می‌شود و نمی‌تواند با وارد شدن فشار جدا شود.

۴-۵ کوره کک‌سازی فلزی، از جنس فلز جامد، دارای حفره‌های^۲ حباب کک‌سازی با قطر داخلی mm (۲۵/۴۵ ± ۰/۱) و عمق ۷۶ mm تا مرکز ته حفره، با آرایش مناسب برای حرارت دادن تا دمای یکنواخت °C ۵۵۰. ته حفره باید نیم‌کره‌ای باشد تا با ته حباب کک‌سازی شیشه‌ای منطبق باشد. از شکل‌های دیگر کوره با فضاهای خالی غیرضروری که مانع از انتقال گرما می‌شود، استفاده نکنید. چنانچه از کوره فلزی مذاب استفاده می‌شود باید در آن تعداد مناسب حفره حباب با ابعاد داخلی مطابق با ابعاد داخلی حفره‌ها در کوره فلزی جامد باشد. حفره‌های حباب باید به‌گونه‌ای در فلز مذاب شناور شوند که بیش از ۳ mm از حفره حباب در معرض سطح فلز مذاب با درجه حرارت‌های عملیاتی قرار نگیرد.

یادآوری- کوره‌های کک رمزباتوم که در حال حاضر استفاده می‌شوند ممکن است ابعاد متفاوتی از ابعاد ارائه شده در بند ۴-۵ داشته باشند. گرچه ضروری است که کوره‌های جدیدی که مورد استفاده قرار می‌گیرند پس از پذیرش این روش آزمون مطابق الزامات بند ۴-۵ باشند. یک نوع از این کوره‌ها که مورد قبول واقع شده در پیوست الف شرح داده شده است.

۵-۵ وسایل اندازه‌گیری دما، یک ترموکوپل قابل جابه‌جایی از جنس آهن-کنستانتن با یک آذرسنج حساس، یا هر وسیله مناسب دیگر مشخص کننده دما، که در بخش مرکزی نزدیک قسمت پایینی کوره قرار داده شده است و برای اندازه‌گیری دمای کوره به‌نحوی تنظیم شده است که سطح کارایی آزمون‌های مشخص شده در بند ۶ را مهیا کند. هنگامی که حمام مذاب استفاده می‌شود، برای محافظت از وسیله مشخص کننده دما استفاده از یک پوشش فلزی نازک یا کوارتزی مطلوب است.

یادآوری- هنگامی که کوره به طور دائم استفاده می‌شود، بهتر است، حدود هفته‌ای یک بار ترموکوپل یا سایر وسایل اندازه‌گیری دما در برابر ترموکوپل استاندارد یا استانداردهای مرجع کالیبره شوند.

۶ بررسی عملکرد دستگاه‌ها

۱-۶ عملکرد وسایل اندازه‌گیری دما و کوره را طبق توضیحات بندهای ۱-۶ تا ۱-۶-۳ به صورت دوره‌ای بررسی کنید و مطمئن شوید عملکرد آن‌ها مطابق با الزامات روش آزمون است. کوره را به عنوان یک کوره با عملکرد استاندارد در نظر بگیرید، هنگامی که الزامات عملیاتی شرح داده شده برای حفره حباب کک‌سازی فراهم باشد و در حالی که حمام کاملاً یا به صورت منفرد بارگذاری شده باشد کوره را با هر درجه‌ای از بارگذاری استفاده کنید. تنها کوره‌ای را که در آزمون‌های کنترل یا عملکرد به صورت رضایت‌بخش مورد پذیرش قرار گرفته است، استفاده کنید.

۱-۱-۶ ترموکوپل، حداقل هر ۵۰ ساعت یک‌بار پس از استفاده از حباب کنترل، ترموکوپل درون آن را در مقابل ترموکوپل استاندارد کالیبره کنید.

1- Luer-Lok
2 - Wells

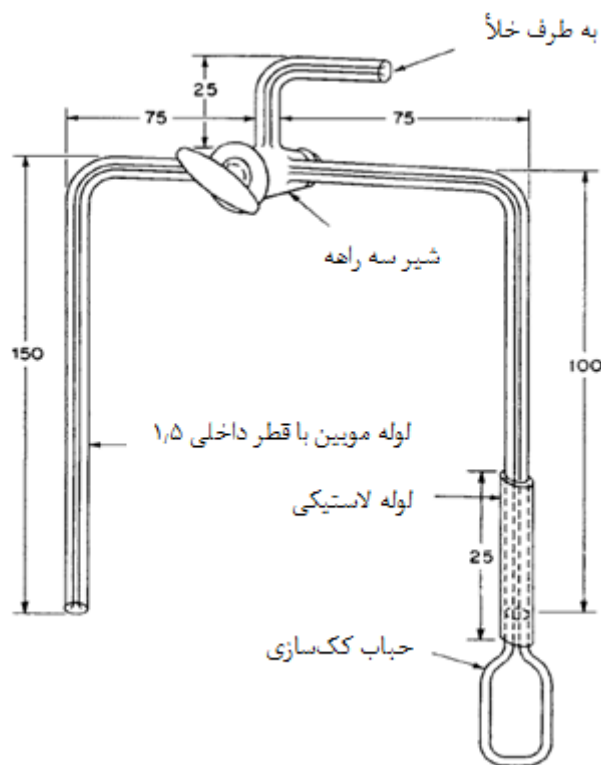
یادآوری- در دمای بالا، ترموکوپل‌های آهن-کنستانتن اکسید می‌شوند و منحنی‌های کالیبراسیون آن‌ها تغییر می‌کند.

۲-۱-۶ کوره کاملاً بارگذاری شده، هنگامی که دمای کوره در محدوده 2°C از گستره دمایی از قبل انتخاب شده است (این محدوده دمایی برای کوره موردنظر در هر دو عملیات عادی و استانداردسازی استفاده می‌شود) و محدوده دمایی کلی $(550 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ باشد، حباب کنترل را برای مدت ۱۵ ثانیه در یک حفره قرار دهید و در هر یک از حفره‌های دیگر یک حباب کک‌سازی شیشه‌ای حاوی $(4 \pm 0.1)\text{g}$ روغن روان‌کننده نفتی ویسکوز خنثی با گرانیوی حد SAE30 (انجمن مهندسیین خودرو)^۱ یا $60\text{ mm}^2/\text{s}$ تا $100\text{ mm}^2/\text{s}$ در دمای 40°C باشد، قرار دهید. با یک پتانسیومتر با درستی مناسب یا میلی‌ولت‌متر (با حساسیت دمایی 1°C یا کمتر) افزایش دما در حباب کنترل را در فواصل زمانی ۱ دقیقه برای مدت ۲۰ دقیقه مشاهده کنید. اگر دمای حباب کنترل از لحظه جای‌گذاری آن در کوره برای مدت زمانی حداقل ۴ دقیقه و حداکثر ۶ دقیقه به 547°C برسد و در باقی‌مانده زمان آزمون ۲۰ دقیقه‌ای در محدوده دمایی $(550 \pm 3)^{\circ}\text{C}$ ثابت باقی بماند، حفره حباب کک‌سازی را برای استفاده به عنوان حفره با عملکرد استاندارد هنگامی که کوره کاملاً بارگذاری شده باشد، مناسب در نظر بگیرید. در هر زمان هر حفره را با روشی مشابه با کوره‌ای که به‌طور کامل بارگذاری شده بررسی کنید.

۳-۱-۶ کوره منفرد بارگذاری شده، هنگامی که دمای کوره در محدوده 2°C از گستره دمایی از قبل انتخاب شده است (این محدوده دمایی برای کوره موردنظر در هر دو عملیات عادی و استانداردسازی به‌کار رفته است) و محدوده دمایی کلی $(550 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ باشد، حباب کنترل را در یک حفره همراه با حفره‌های باقی‌مانده اشغال نشده قرار دهید. با یک پتانسیومتر با درستی مناسب یا میلی‌ولت‌متر (با حساسیت دمایی 1°C یا کمتر) افزایش دما در حباب کنترل را در فواصل زمانی ۱ دقیقه برای مدت ۲۰ دقیقه مشاهده کنید. اگر دمای حباب کنترل از لحظه جای‌گذاری آن در کوره برای مدت زمانی حداقل ۴ دقیقه و حداکثر ۶ دقیقه به 547°C برسد و در باقی‌مانده زمان آزمون ۲۰ دقیقه‌ای در محدوده دمایی $(550 \pm 3)^{\circ}\text{C}$ ثابت باقی‌ماند حفره حباب کک‌سازی را برای استفاده به عنوان حفره با عملکرد استاندارد هنگامی که تنها یک آزمون انجام شود، مناسب در نظر بگیرید. در هر زمان هر حفره را با روشی مشابه با کوره‌ای که به‌طور منفرد بارگذاری شده بررسی کنید.

یادآوری ۱- ممکن است همه حفره‌های کوره‌های قدیمی الزامات موردنیاز کوره‌های کاملاً بارگذاری شده و کوره‌هایی که به طور منفرد بارگذاری شده‌اند را نداشته باشند و در این موارد هر حفره را برای هر درجه از بارگذاری کوره که ممکن است استفاده شود، بررسی کنید. برای مثال، زمانی که در یک کوره شش حفره‌ای در هر زمان بیش از سه حفره نتواند استفاده شود توصیه می‌شود این سه حفره با توجه به داده‌های عملکرد به‌دست آمده برای کوره‌های کاملاً بارگذاری شده و کوره‌هایی که به‌طور منفرد بارگذاری شده‌اند انتخاب شود. سپس باید هر سه حفره برای بارگذاری سه‌گانه، دو تا از آن‌ها برای بارگذاری دوگانه و یکی از آن‌ها برای بارگذاری منفرد بررسی شود. جز حفره‌های آزمون شده حفره‌های دیگر را در این روش آزمون به‌کار نبرید.

یادآوری ۲- در نمونه‌برداری روغن‌های حاوی مواد رسوبی (برای مثال روغن‌های کارکرده)، مهم است که عمل انتقال نمونه در کوتاه‌ترین زمان ممکن انجام شود تا از جداسازی رسوبات جلوگیری شود. نمونه‌های حاوی مواد رسوبی که رسوب آن‌ها بعد از هم زدن به سرعت ته‌نشین می‌شود را می‌توان با استفاده از آرایش نشان داده شده در شکل ۳ با سرعت بیشتری به حباب‌های کک‌سازی انتقال داد. وسایل نمونه‌برداری شامل یک شیر سه راهی ۲ mm است که با دو طول لوله موئین (با قطر داخلی mm ۱٫۵) ترکیب شده است. قسمت سوم شیر را با فشار دادن لوله به مسیر خلأ متصل کنید. حباب کک‌سازی شیشه‌ای را به‌وسیله‌ی یک شلنگ لاستیکی به طول mm ۲۵ به بازوی کوتاه لوله موئین محکم کنید. مراقب باشید دهانه موئین حباب شیشه‌ای در مقابل لوله موئین جفت شده باشند. انتهای بلند لوله موئین را در نمونه فرو ببرید. بعد از خروج حباب کک‌سازی، شیر را دست‌کاری کنید تا سبب شود نمونه همزده با جریان آزاد درون حباب میان دو لوله موئین رود. در صورت نیاز، برای جلوگیری از تجمع رسوب در طول انتقال، از لوله با اندازه مشابه لوله موئین در گردن حباب کک‌سازی استفاده کنید. همه ابعاد بر حسب میلی‌متر می‌باشد.



شکل ۳- وسیله نمونه‌برداری

۷ نمونه‌برداری

نمونه‌برداری را مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹ و استاندارد ASTM D4177 انجام دهید.

۸ روش انجام آزمون

۱-۸ یک حباب کک‌سازی شیشه‌ای جدید (یادآوری ۲) را در کوره کک‌سازی در دمای 550°C به مدت حدود ۲۰ دقیقه قرار دهید تا هر گونه ماده آلی خارجی تجزیه شود و آب موجود نیز حذف شود. حباب را در یک دسیکاتور در بسته روی ماده خشکاننده مناسب مانند کلسیم کلرید یا کلسیم سولفات برای مدت ۲۰ دقیقه تا ۳۰ دقیقه قرار دهید و سپس آن را با تقریب 0.1 mg وزن کنید.

یادآوری ۱- حباب کک‌سازی شیشه‌ای را مجدداً استفاده نکنید، زیرا در این گونه موارد گاهی نتایج غیر قابل پیش‌بینی به دست می‌آید. در آزمون‌های روزانه، حباب‌های جدید که عاری از ذرات یا آلودگی‌های دیگر قابل رؤیت هستند بدون عمل پیش اشتعال می‌توانند استفاده شوند. توصیه می‌شود چنین حباب‌هایی در یک گرم‌خانه با دمای 150°C گرم شده، در دسیکاتور قرار داده و سپس توزین شود.

یادآوری ۲- برای انجام یک آزمون، انتخاب شرایط دمایی مطابق بند ۶ مهم است، برای مثال، اگر دمای حمام $(553 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ باشد، هنگامی که حباب کنترل وارد می‌شود ضروری است که شرایط دمایی مشابه در آزمون کک‌سازی استفاده شود. هنگام برقراری عملیات معمول، دمای کوره گرم شده به طریق الکتریکی با کنترل‌های خودکار در یک محدوده دمایی ویژه به آرامی نوسان می‌کند. بنابراین هنگام انجام یک آزمون کک‌سازی، به‌طور کلی اهمیت دارد که حباب‌های آزمون هنگامی که در کوره قرار گیرند، کوره در دما و موقعیت یکسان با شرایط شروع آزمون بازرسی در چرخه دما باشد، مگر این که ثابت شود تغییرات دما نامحسوس است.

۲-۸ نمونه مورد آزمون را کاملاً تکان دهید، در صورت نیاز ابتدا به مدت نیم ساعت در دمای $(50 \pm 10)^{\circ}\text{C}$ حرارت دهید تا گرانیوی آن کاهش یابد. بلافاصله بعد از حرارت و تکان دادن، نمونه را به وسیله یک الک سیمی با مش ۱۰۰ صاف کنید. سپس مقداری از نمونه مطابق مقادیر جدول ۱ را با استفاده از یک سرنگ تزریق زیرجلدی یا وسیله نشان داده شده در شکل ۳ درون حباب کک‌سازی وارد کنید. مطمئن شوید روغنی بر روی سطح خارجی یا دهانه داخلی حباب باقی نمانده است. مجدداً حباب و محتویات آن را با تقریب میلی‌گرم وزن کنید. اگر نمونه کف کند یا پاشیده شود آزمون را با استفاده از مقدار نمونه مشابه لیست شده در جدول ۱ تکرار کنید. در گزارش نتایج، اندازه نمونه‌های کوچک استفاده شده را ذکر کنید. اگر در بارگذاری نمونه‌های با گرانیوی بالا یا آسفالتی در هر اندازه‌ای درون حباب کک‌سازی شیشه‌ای با اشکالاتی روبرو هستید، می‌توانید از دستگاه نشان داده شده در شکل الف-۲ استفاده کنید.

۳-۸ حباب کک‌سازی را در یک حفره با عملکرد استاندارد مجهز به کوره در دمای کنترل شده (یادآوری ۲) قرار دهید و به مدت (20 ± 2) دقیقه در آن دما باقی بماند. حباب را با انبر فلزی که نوک‌های آن تازه حرارت داده شده بردارید. وضعیت کوره و حباب استفاده شده را هنگام استاندارد کردن حفره حباب (بند ۶ و یادآوری بند ۶-۱-۳) مجدداً بررسی کنید. چنانچه کاهش روغن محسوس باشد، آزمون را کنار گذاشته و اندازه‌گیری‌ها را با استفاده از نمونه مشابه تکرار کنید (یادآوری).

یادآوری - کف کردن نمونه ممکن است به دلیل وجود آب در آن باشد که در این صورت قبل از پر کردن حباب می‌توان با حرارت دادن ملایم آن در خلاء و عبور بخار نیتروژن، آب آن را خارج نمود.

۴-۸ پس از برداشتن حباب، قبل از پر کردن آن را در یک دسیکاتور تحت همان شرایط (شامل زمان توزین) خنک کنید (بند ۸-۲). هنگامی که حباب را از دسیکاتور خارج کردید، آن را برای اطمینان از اینکه

هیچ ذره خارجی به آن نچسبیده باشد بررسی کنید، اگر هر گونه ذره‌ای یافتید، مانند ذرات سیاه که اغلب روی دهانه مویین هستند، آن‌ها را با یک تکه کاغذ یا برس موشتی^۱ جدا کنید. حباب را با تقریب ۰٫۱ mg وزن کنید. حباب کک‌سازی شیشه‌ای استفاده شده را کنار بگذارید.

یادآوری- در مطالعه مشخصات روغن، اغلب اطلاعات مفیدی را می‌توان با یک بررسی چشمی ساده حباب کک‌سازی بعد از آزمون جمع‌آوری کرد. بنابراین، می‌توان آن‌ها را با نتایج گزارش کرد، از جمله این یافته‌ها: کک تقریباً حباب را پرمی‌کند، ماده مایع، به‌صورت باقی‌مانده شفاف یا به‌صورت قطرات وجود دارد، باقی‌مانده سیاه و متورق^۲ نیست، اما رنگی و خردشونده است (احتمالاً به‌دلیل وجود مواد معدنی).

جدول ۱- اندازه‌های نمونه

مقدار نمونه (g)	باقی‌مانده کربن رمزباتوم (%)
۴٫۰±۰٫۱	کمتر از ۶٫۰
۱٫۰±۰٫۱	۶٫۰ تا ۱۴٫۰
۰٫۵±۰٫۱	۱۴٫۱ تا ۲۰٫۰

۹ روش انجام آزمون برای باقی‌مانده کربن بر روی ۱۰٪ (حجمی / حجمی) باقی‌مانده تقطیر
 ۱-۹ این روش آزمون در مورد مواد حاصل از تقطیر میانی از قبیل روغن‌های سوخت ASTM No.1 و ASTM No.2 کاربرد دارد.

۲-۹ به منظور جمع‌آوری مقدار کافی از ۱۰٪ (حجمی/حجمی) باقی‌مانده تقطیر در این آنالیز ml ۱۰۰ یا ml ۲۰۰ از حجم آغازی موردنیاز است. برای تقطیر ml ۱۰۰ دستگاه تقطیر را مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۶۲۶۱ یا استاندارد ASTM E133 نصب کنید. یک بالن تقطیر با حجم حباب ml ۱۲۵ و یک نگه‌دارنده بالن با قطر دهانه mm ۵۰ و یک استوانه مدرج با ظرفیت ml ۱۰۰ به‌کار ببرید. برای تقطیر ml ۲۰۰، دستگاه تقطیر را با استفاده از بالن D (با حجم حباب ml ۲۵۰)، نگه‌دارنده بالن با قطر دهانه mm ۵۰ و استوانه مدرج C (با ظرفیت ml ۲۰۰) مطابق استاندارد ASTM E133 نصب کنید. استفاده از دماسنج ضروری نیست اما توصیه می‌شود از دماسنج‌های ASTM از نوع F ۸ یا C ۸ مورد استفاده در تقطیر با دمای بالا^۳ مطابق استاندارد ASTM E1 یا دماسنج‌های IP نوع C ۶ مورد استفاده در دمای تقطیر بالا به‌کار ببرید.

۳-۹ ml ۱۰۰ یا ml ۲۰۰ از نمونه (در دمای محیط) را درون بالن تقطیر با دمای بین °C ۱۳ و دمای محیط قرار دهید. حمام متراکم‌کننده را در دمای °C (۰ تا ۶۰) نگه‌دارید تا تفاضل دمایی کافی برای میعان نمونه فراهم شود. از انجماد مواد پارافینی در لوله متراکم‌کننده جلوگیری شود. استوانه مدرج را که برای اندازه‌گیری نمونه استفاده می‌شود، بدون تمیزکاری زیر لوله متراکم‌کننده به‌گونه‌ای که نوک متراکم‌کننده با دیواره استوانه تماس نداشته باشد، قرار دهید. دمای ظرف دریافت‌کننده هنگامی که نمونه برای شروع آزمون

1- Camel's hair brush

2 - Flaky

3- ASTM High Distillation Thermometer

برداشته می‌شود باید در همان دما (محدوده $\pm 3^{\circ}\text{C}$) نگه‌داشته شود تا اندازه‌گیری حجم درست در بالن دریافت کننده به‌دست آید.

۴-۹ بالن را در یک سرعت دمایی یکنواخت به‌طور منظم گرم کنید. به‌طوری‌که اولین قطره تقطیر شده بعد از ۱۰ دقیقه تا ۱۵ دقیقه (برای ۲۰۰ ml نمونه) یا ۵ دقیقه تا ۱۵ دقیقه (برای ۱۰۰ ml نمونه) بعد از زمان آغاز حرارت از متراکم‌کننده خارج شود. اگر استوانه دریافت‌کننده دیگری استفاده نمی‌شود، بعد از افتادن اولین قطره سریعاً استوانه دریافت‌کننده را جابه‌جا کنید به‌گونه‌ای که نوک لوله متراکم‌کننده با دیواره داخلی استوانه تماس داشته باشد. سپس حرارت را طوری تنظیم کنید که فرایند تقطیر با سرعت یکنواخت 8 ml/min تا 10 ml/min (برای ۲۰۰ ml نمونه) یا 4 ml/min تا 5 ml/min (برای ۱۰۰ ml نمونه) انجام شود. برای ۲۰۰ ml نمونه عمل تقطیر را ادامه دهید تا مایع جمع شده حاصل از تقطیر تقریباً 178 ml شود و سپس حرارت را قطع کنید و به متراکم‌کننده اجازه دهید تا 180 ml (که معادل ۹۰٪ حجمی/حجمی) از حجم بالن پر شده است) مایع حاصل از تقطیر در استوانه جمع گردد. برای ۱۰۰ ml نمونه عمل تقطیر را ادامه دهید تا تقریباً 88 ml مایع حاصل از تقطیر جمع شود و سپس حرارت را قطع کنید و به متراکم‌کننده اجازه دهید تا 90 ml (که معادل ۹۰٪ حجمی/حجمی) از حجم بالن پر شده است) مایع حاصل از تقطیر در استوانه جمع گردد.

۵-۹ برای تخلیه نهایی، فوراً استوانه را با ظرف مناسب دیگری همچون یک ارلن مایر کوچک، جایگزین کنید. قطرات نهایی را در ارلن مایر جمع‌آوری کنید، در حالی که دستگاه تقطیر هنوز گرم است، باقی‌مانده تقطیر موجود در بالن تقطیر را به ارلن اضافه کنید و خوب مخلوط کنید. محتویات ارلن ۱۰٪ (حجمی/حجمی) باقی‌مانده تقطیر محصول اولیه حاصل از تقطیر است.

۶-۹ در حالی که باقی‌مانده تقطیر به حد کافی گرم و دارای جریان روان است، $g (4.0 \pm 0.1)$ از آن را در یک حباب کک‌سازی از قبل وزن شده، قرار دهید. یک سرنگ تزریق زیرجلدی وسیله‌مناسبی برای انجام این کار است. بعد از خنک‌سازی، حباب و محتویات آن را با تقریب 1 mg را وزن کنید و آزمون باقی‌مانده کربن را مطابق بند ۸ انجام دهید.

۷-۹ درصد باقی‌مانده کربن را به‌صورت باقی‌مانده کربن رمزباتوم روی ۱۰٪ (حجمی/حجمی) باقی‌مانده تقطیر گزارش کنید.

۱۰ محاسبات

باقی‌مانده کربن نمونه یا باقی‌مانده کربن رمزباتوم را با استفاده از رابطه ۱ محاسبه کنید.

$$(1) \quad \text{باقی‌مانده کربن} = (A \times 100) / W$$

که در آن:

A جرم باقی‌مانده کربن، بر حسب گرم؛

W جرم نمونه، بر حسب گرم.

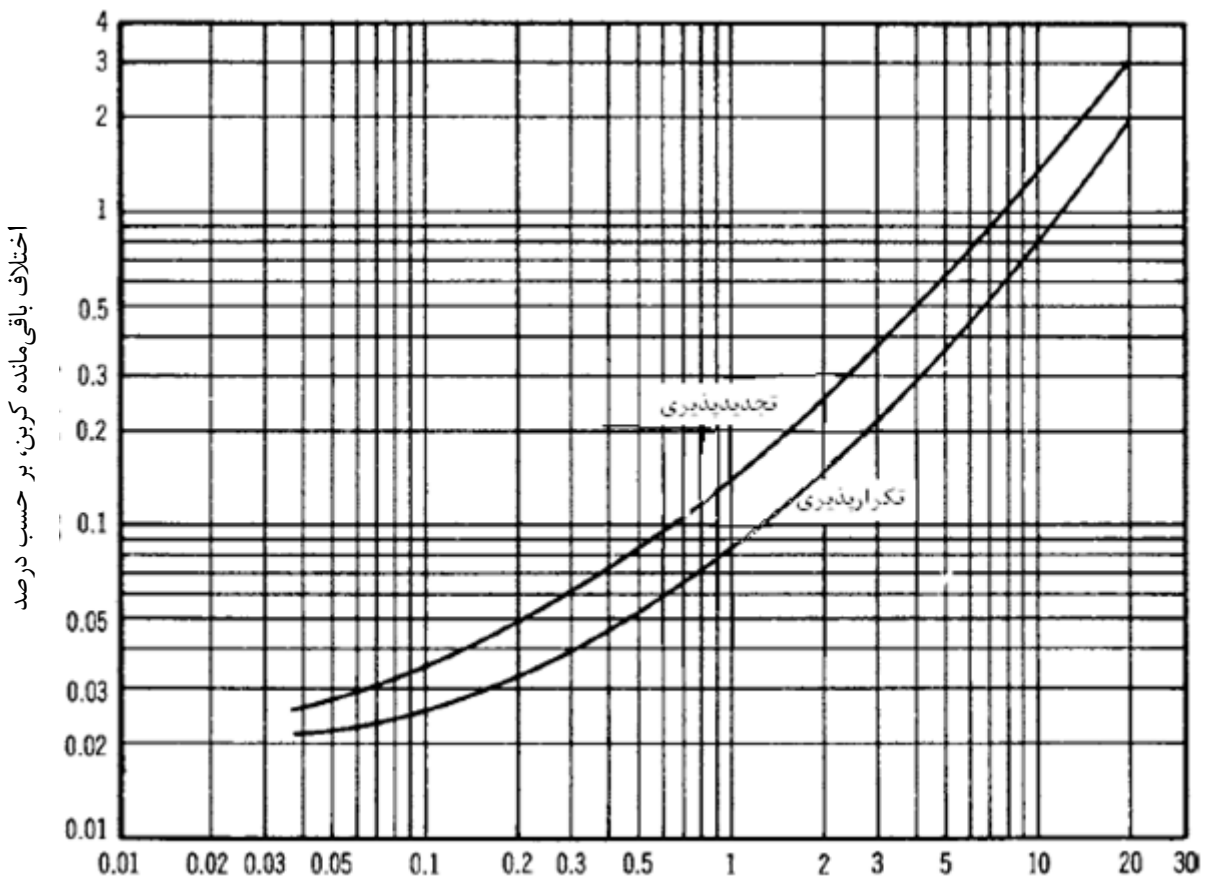
عدد به‌دست آمده را به عنوان درصد باقی‌مانده کربن رمزباتوم روی ۱۰٪ (حجمی/حجمی) باقی‌مانده تقطیر بر حسب درصد گزارش کنید.

۱-۱۱ دقت این روش آزمون با بررسی آماری نتایج آزمون بین آزمایشگاهی به شرح زیر تعیین می‌شود:

۱-۱-۱۱ تکرارپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون که توسط یک آزمون‌گر با استفاده از وسایل یکسان تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمون یکسان در مدت زمان طولانی در عملیات معمول و صحیح روش آزمون انجام شد، تنها در یک مورد از بیست مورد از مقادیر نشان داده شده در شکل ۴، بیشتر شد.

۲-۱-۱۱ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه منفرد و مستقل که در آزمایشگاه‌های متفاوت با روش آزمون یکسان توسط آزمون‌گرهای متفاوت در مدت زمان طولانی در عملیات معمول و صحیح روش آزمون به دست آمد، تنها در یک مورد از بیست مورد از مقادیر نشان داده شده در شکل ۴، بیشتر شد.

۲-۱۱ انحراف، این روش آزمون تجربی است و انحراف آن را نمی‌توان بیان کرد.



میانگین باقی‌مانده کربن رمزباتوم، بر حسب درصد

$$\text{Log } r = 0.75238 \log x + 0.23682 (\log x)^2 - 1.06940$$

$$\text{Log } R = 0.78907 \log x + 0.19014 (\log x)^2 - 0.85333$$

X= میانگین نتایج مقایسه شده

شکل ۴- داده‌های دقت

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۱۲ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی؛
- ۲-۱۲ هر گونه مورد غیرمعمول مشاهده شده در حین اندازه‌گیری؛
- ۳-۱۲ درصد باقی‌مانده کربن یا درصد باقی‌مانده کربن رمزباتوم روی 10% (حجمی / حجمی) باقی‌مانده تقطیر؛
- ۴-۱۲ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به طور اختیاری در نظر گرفته می‌شود؛
- ۵-۱۲ نام و نام خانوادگی آزمون‌گر؛
- ۶-۱۲ تاریخ انجام آزمون.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

کوره کک‌سازی رمزباتوم

الف-۱ بزرگترین اشکال در دستیابی به دقت رضایت‌بخش برای این روش آزمون تهیه کوره عملیاتی یکنواخت است. کوره نوعی شرح داده شده در این پیوست مشخصات عملکردی شرح داده شده در بند ۶ را برآورده می‌سازد.

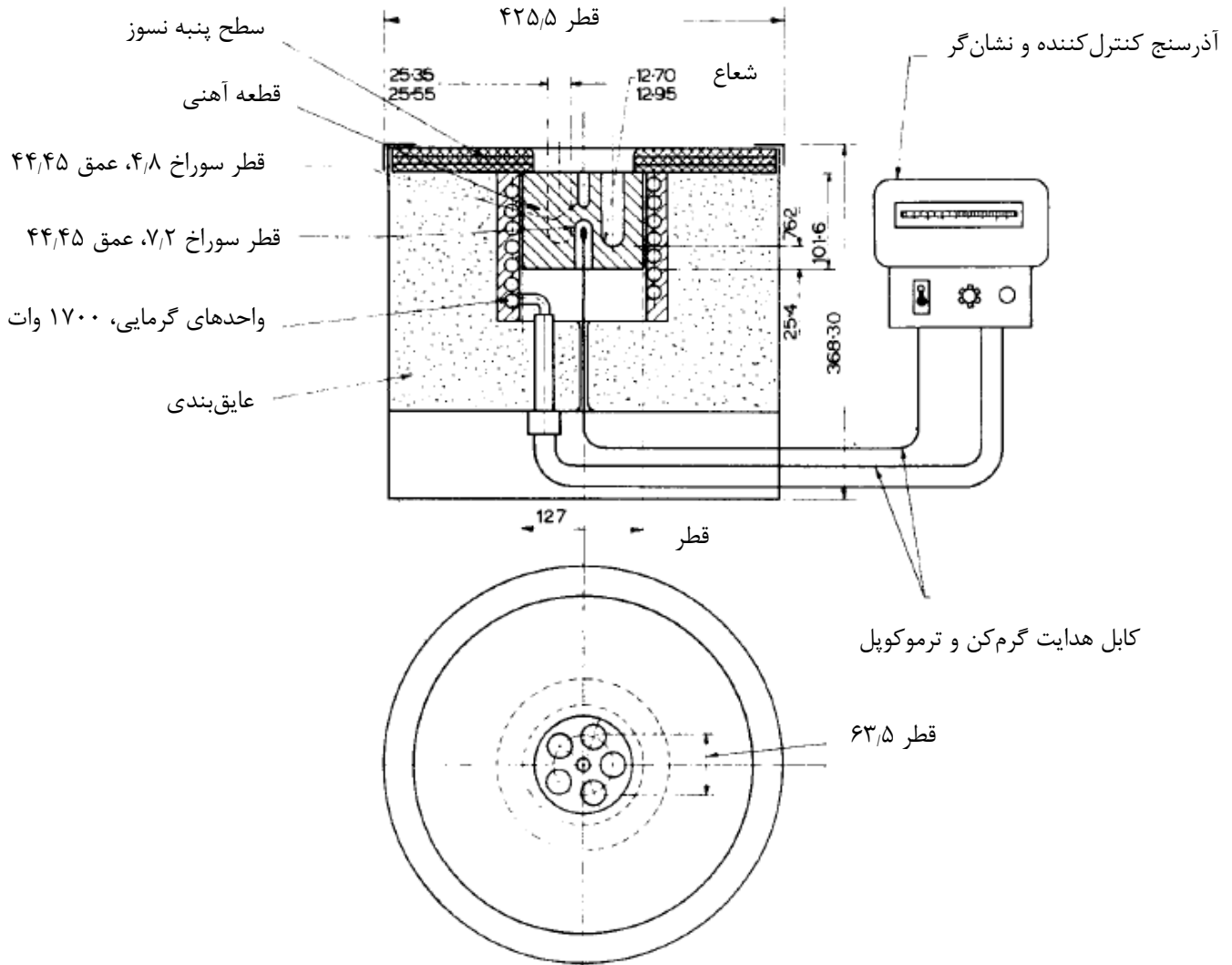
الف-۲ کوره فلز جامد، یک کوره فلز جامد ممکن است به‌گونه‌ای که شکل الف-۱ نشان داده شده، ساخته شده باشد. این کوره ممکن است از چدن یا فلز مناسب دیگر تحت شرایط دمایی بالا برای این آزمون به‌کار رود. مطلوب است که فلز بدون هر گونه فضای خالی غیر ضروری قالب‌ریزی شود. در صورت استفاده از مقدار بیشتر فلز برای تهیه بلوک‌ها از ایجاد حرارت الکتریکی بیشتر اجتناب کنید، که این می‌تواند سبب ایجاد نوسانات گسترده در دمای این بلوک‌ها شود مگر این‌که کنترل‌های خیلی دقیقی به عمل آمده باشد.

الف-۳ وسیله پر کردن حباب کک‌سازی، وسیله پر کردن حباب کک‌سازی شیشه‌ای نشان داده شده در شکل الف-۲ برای استفاده با هر مایع سیالی که دارای گرانیوی بالا باشد در دمای اتاق مناسب است. بست (تکیه‌گاهی) بیان شده از جنس صفحه برنجی ۳ mm برای نگه‌داری پنج سرنگ ۱۰ ml ساخته شده است. برای سهولت، تکیه‌گاه می‌تواند برای نگه‌داری هر تعداد سرنگ ۵ ml یا ۱۰ ml اصلاح شود.

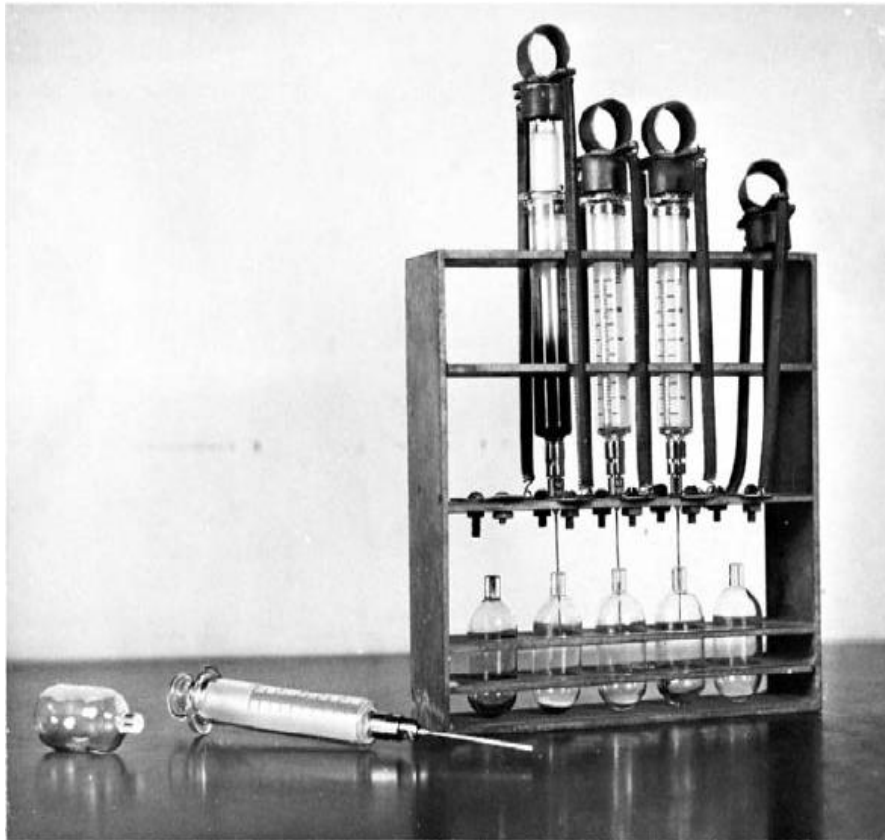
الف-۳-۱ نمونه مورد آزمون را تا زمانی که روان شود حرارت دهید، حباب کک‌سازی را در زیر سرنگ قرار داده و پیستون سرنگ را از غلاف آن بیرون آورید. مقداری از نمونه نماینده را در غلاف سرنگ بریزید، پیستون را با یک قطره یا دو قطره از نفت سفید روان کنید و در غلاف قرار دهید. سپس سرنگ بارگذاری شده را در مقرر نشان داده شده در شکل الف-۲ قرار دهید. با گیره سرنگ بارگذاری شده قرار گرفته روی سر پیستون و نوک سوزن فرورفته در حباب قرار دهید. مجموعه را به‌طور کامل در یک گرم‌خانه که در پایین‌ترین دما نگه‌داشته شده قرار دهید، اجازه دهید نمونه به قدر کافی روان شده تا حباب بارگذاری شود.

الف-۳-۲ به محض این‌که نمونه به‌قدر کافی درون حباب کک‌سازی وارد شد، حباب و محتویات آن را مطابق بند ۸-۳ برداشته و توزین کنید. از آنجایی‌که دوره حرارتی طولانی‌تر ممکن است مقدار باقی‌مانده کربن را تغییر دهد، دستگاه نصب شده را در اسرع وقت از گرم‌خانه خارج کنید.

همه ابعاد بر حسب میلی متر می باشد.



شکل الف-۱- کوره فلزی جامد



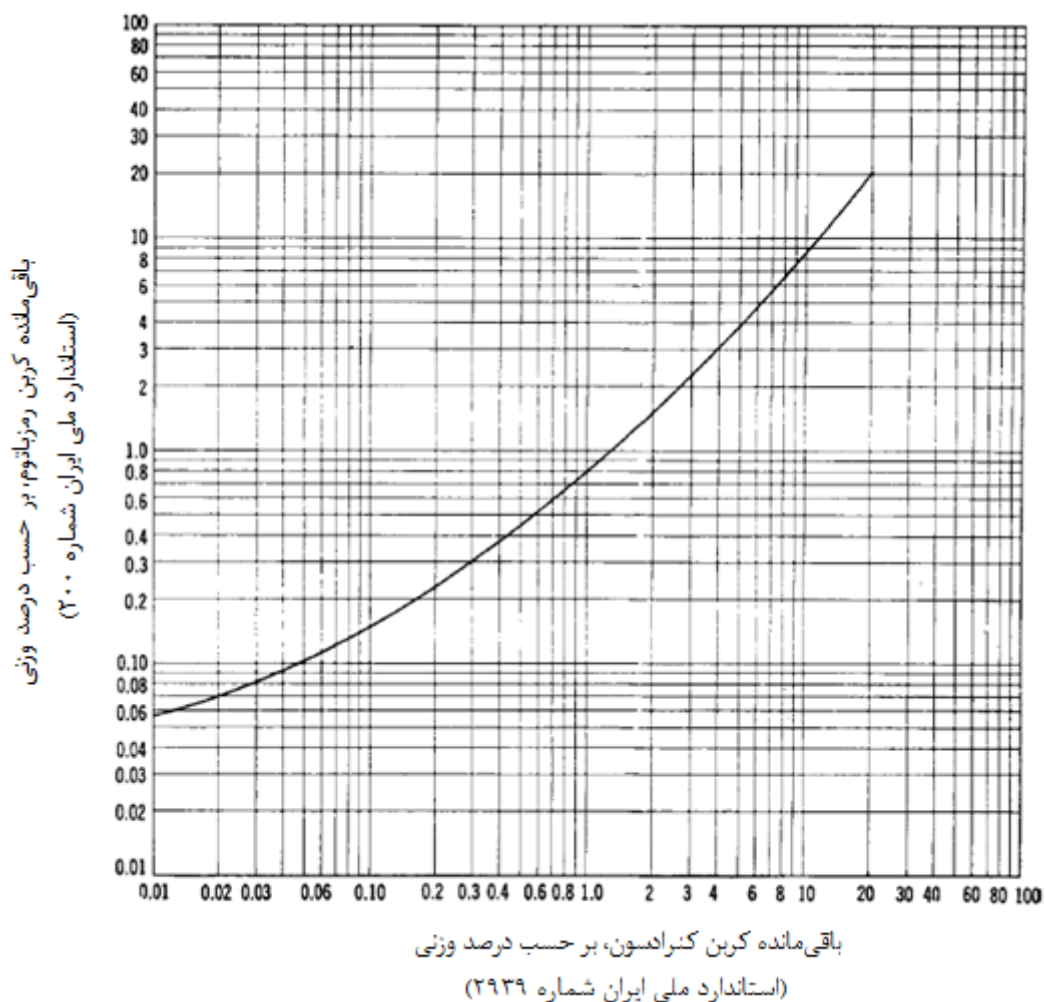
شکل الف-۲- وسیله پر کردن حباب کک سازی

پیوست ب (اطلاعاتی)

اطلاعاتی در خصوص ارتباط نتایج باقی مانده کربن تعیین شده بین این روش آزمون و روش آزمون استاندارد ملی ایران شماره ۲۹۳۹

ب-۱ هیچ رابطه دقیقی بین نتایج به دست آمده از طریق این دو روش آزمون به سبب ماهیت تجربی این دو آزمون وجود ندارد. گرچه یک ارتباط تقریبی (شکل ب-۱) از آزمون‌های مشترک انجام شده توسط کمیته D02 مؤسسه ASTM بر روی ۱۸ نماینده فراورده نفتی به دست آمده که این نتایج با اطلاعات بیشتر بر روی حدود ۱۵۰ نمونه که به صورت مشترک آزمون نشده‌اند مورد تایید قرار گرفتند. نتایج آزمون دو روش بر روی فراورده‌های نفتی غیر معمول ممکن است نزدیک خط انطباق در شکل ب-۱ قرار نگیرد.

ب-۲ توصیه می‌شود در کاربرد این رابطه برای نمونه‌های با باقی مانده کربن کم احتیاط شود. همه ابعاد بر حسب میلی‌متر می‌باشد.



شکل ب-۱- داده‌های همبستگی