



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۲۰۱
تجدیدنظر چهارم
۱۳۹۷

INSO

201

4th Revision

2019

Identical with
ASTM D97:
2017

فرآورده‌های نفتی -
اندازه‌گیری نقطه‌ریزش - روش آزمون

Petroleum products-
Determination of pour point- Test method

ICS:75.080

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.gov.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No. 2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.gov.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

Email: standard@isiri.gov.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد 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.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران 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 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، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود 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 به عنوان 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 پیش‌بینی شده 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 کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. 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 واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد 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، 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 for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« فرآورده‌های نفتی - اندازه‌گیری نقطه‌ریزش - روش آزمون »

رئیس:

مسعودی، هوشنگ
(کارشناسی شیمی)

دبیر:

گرگانی فیروزجائی، فرج‌اله
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اکبری، سعید
(کارشناسی ارشد شیمی دریا)

آقاگلزاده، غلامرضا
(کارشناسی ارشد مدیریت صنعتی)

آهنگرکانی، جمال
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

بصیری، فرشید
(دکتری مهندسی شیمی)

درویش عمران، فائزه
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

راضی اسرمی، میلاد
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

زارع، مجتبی
(کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)

طالبی، جواد
(دکتری شیمی کاربردی)

سمت و/یا محل اشتغال:

شرکت فنی و مهندسی البرز تدبیرکاران

اداره کل استاندارد استان مازندران

اداره کل استاندارد استان مازندران

اداره کل صنعت، معدن و تجارت استان مازندران

شرکت پالایش شمال

اداره کل استاندارد استان مازندران

شرکت خزر کاوه گستر مروارید

اداره کل استاندارد استان مازندران

شرکت تعاونی تولیدکنندگان پارافین ایران

دانشگاه آزاد اسلامی جویبار

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

طبری‌نیا، فرزانه

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

ملاتبار فیروزجائی، سمیه

(کارشناسی شیمی)

ویراستار:

نوحی، ساناز

(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

سمت و/یا محل اشتغال:

اداره کل استاندارد استان مازندران

اداره کل کار تعاون، کار و رفاه اجتماعی استان مازندران

اداره کل استاندارد استان مازندران

فهرست مندرجات

| صفحه | عنوان |
|------|---|
| ز | پیش‌گفتار |
| ۱ | ۱ هدف و دامنه کاربرد |
| ۱ | ۲ مراجع الزامی |
| ۲ | ۳ اصطلاحات و تعاریف |
| ۴ | ۴ اصول آزمون |
| ۴ | ۵ اهمیت و کاربرد |
| ۴ | ۶ وسایل |
| ۷ | ۷ مواد و/یا واکنشگرها |
| ۸ | ۸ روش انجام آزمون |
| ۱۱ | ۹ محاسبه و گزارش |
| ۱۱ | ۱۰ دقت و اریبی |
| ۱۳ | ۱۱ پیوست الف (آگاهی‌دهنده) مقادیر واقعی به دست آمده |

پیش‌گفتار

استاندارد «فرآورده‌های نفتی - اندازه‌گیری نقطه‌ریزش - روش آزمون» که نخستین بار در سال ۱۳۵۴ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای چهارمین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در صد و سی و نهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع تجهیزات و فرآورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۷/۱۲/۱۵ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران - ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت 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 ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۱: سال ۱۳۹۲ می‌شود.

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

ASTM D97: 2017, Standard test method for pour point of petroleum products

فرآورده‌های نفتی - اندازه‌گیری نقطه‌ریزش - روش آزمون

هشدار - این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی را دربر نمی‌گیرد. مسئولیت برقراری شرایط ایمنی و سلامتی مناسب و اجرای آن، بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد^۱

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، اندازه‌گیری نقطه‌ریزش فرآورده‌های نفتی می‌باشد^۲. روش اندازه‌گیری مناسب نقطه‌ریزش نمونه سیاه، روغن سیلندر و نفت کوره تقطیرنشده در زیربند ۸-۸ شرح داده شده است. آزمون نقطه‌ابری شدن قبلاً بخشی از این استاندارد بوده که در حال حاضر در استاندارد ASTM D2500 ارائه شده است.

۲-۱ این استاندارد شامل اندازه‌گیری نقطه‌ریزش به روش خودکار نمی‌باشد.

۳-۱ استانداردهای متعددی برای آزمون خودکار نقطه‌ریزش وجود دارد. در صورتی که روش خودکار به کار گرفته شود، شماره استاندارد مربوط باید در گزارش آزمون درج گردد. روش آزمون نقطه‌ابری شدن نفت خام در استاندارد ASTM D5853 شرح داده شده است.

۴-۱ مقادیری که در واحد SI ارائه شده‌اند باید به عنوان استاندارد مورد توجه قرار گیرند. واحد اندازه‌گیری دیگری در این استاندارد وجود ندارد.

۵-۱ هشدار - جیوه توسط بسیاری از سازمان‌ها یا نهادهای قانونی به عنوان یک ماده خطرناک معرفی شده است که می‌تواند به سیستم عصبی مرکزی، کلیه‌ها و کبد آسیب برساند. جیوه یا بخار آن برای سلامتی خطرناک است و باعث خوردگی مواد می‌شود. هنگام کار کردن با جیوه و فرآورده‌های حاوی آن باید احتیاط شود. به منظور آگاهی از جزییات به برگه‌های اطلاعات ایمنی مواد (MSDS)^۳ و برای اطلاعات بیشتر به وبسایت «<http://www.epa.gov/mercury/faq.htm>» مراجعه شود. کاربران باید درباره منع فروش جیوه و/یا فرآورده‌های حاوی آن طبق قوانین ملی آگاهی کسب کنند.

۱ - توضیحات تکمیلی در خصوص دامنه کاربرد این استاندارد، در بند اهمیت و کاربرد (به بند ۵ مراجعه شود) ارائه شده است.

۲ - شرح‌های مربوط به این آزمون و اهمیت آن زمانی که برای روغن‌های عایق الکتریک با پایه معدنی به کار برده می‌شود در راهنمای ASTM D117 آمده است.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ASTM D117 , Guide for sampling, test methods, and specifications and specifications for electrical insulating oils of petroleum

2-2 ASTM D396, Specification for fuel oils

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۱۴۲: سال ۱۳۹۲، نفت کوره- ویژگی‌ها و روش‌های آزمون، با استفاده از استاندارد 2013: D396 تدوین شده است.

2-3 ASTM D2500, Test method for cloud point of petroleum products and liquid fuels

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۸: سال ۱۳۹۲، فراورده‌های نفتی - اندازه‌گیری نقطه ابری - روش آزمون، با استفاده از استاندارد ASTM D 2500: 2011 تدوین شده است.

2-4 ASTM D5853, Test method for pour point of crude oils

2-5 ASTM D6300, Practice for determination of precision and bias data for use in test methods for petroleum products and lubricants

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۷۳۱: سال ۱۳۹۲، فراورده‌های نفتی تعیین کاربرد داده‌های دقت-روش‌های آزمون، با استفاده از استاندارد ISO 4259:2006 تدوین شده است.

2-6 ASTM D7962, Practice for determination of minimum immersion depth and assessment of temperature sensor measurement drift

2-7 ASTM E1, Specification for ASTM liquid-in-glass thermometers

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۳۱۳: سال ۱۳۸۷، دماسنج‌های مایع در شیشه، با استفاده از استاندارد OIML R 133 Edition 2002(E) تدوین شده است.

2-8 ASTM E644, Test methods for testing industrial resistance thermometers

2-9 ASTM E1137, Specification for industrial platinum resistance thermometers

2-10 ASTM E2877, Guide for digital contact thermometers

2-11 Energy Institute Standards: Specifications for IP standard thermometers

۳ اصطلاحات و تعاریف

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

۱-۳

روغن سیاه

black oil

روان‌کننده‌ای که شامل مواد آسفالتی است. روغن سیاه در تجهیزات با شرایط کاری سخت، مانند معدن کاری، جایی که چسبندگی زیاد مطلوب است به کار گرفته می‌شوند.

۲-۳

روغن سیلندر

cylinder stock

روان‌کننده‌ای که منحصراً برای روان کردن سیلندرهای موتور مانند موتورهای بخار و کمپرسورهای هوا، روان کاری شیرها و سایر اجزا در ناحیه سیلندر مورد استفاده قرار می‌گیرد.

۳-۳

دماسنج تماسی دیجیتالی

digital contact thermometer (DCT)

وسیله‌ای الکترونیکی شامل یک نمایش‌گر دیجیتالی و پراب^۱ دما است.

این وسیله شامل یک حس‌گر دمای متصل به یک ابزار اندازه‌گیری است که کمیت وابسته دمایی حس‌گر را اندازه‌گیری می‌کند. دما را از مقدار اندازه‌گیری شده محاسبه و یک خروجی دیجیتالی فراهم می‌سازد. این خروجی دیجیتالی به یک نمایش‌گر و/یا وسیله ثبت دیجیتالی ارسال می‌شود که ممکن است داخل یا خارج وسیله باشد. این وسایل «دماسنج‌های دیجیتالی» نامیده می‌شوند.

دماسنج‌های الکتریکی قابل حمل (PET)^۲ نوعی از دماسنج‌های تماسی دیجیتالی می‌باشند.

۴-۳

نقطه ریزش

pour point

در فراورده‌های نفتی، کم‌ترین دمایی که حرکت آزمون^۳ تحت شرایط معین آزمون مشاهده می‌شود.

1 - Sensing probe

2 - Portable electronic thermometers

3 - Test specimen

۵-۳

نفت کوره

residual fuel

سوخت مایع که شامل ته مانده تقطیر نفت خام یا شکست حرارتی می باشد؛ گاهی عنوان نفت کوره سنگین به آن نسبت داده می شود.

نفت کوره ها طبق استاندارد ASTM D396 شامل درجه های ۴ و ۵ و ۶ می باشند.

۴ اصول آزمون

بعد از گرم کردن اولیه، نمونه با سرعتی معین سرد می شود و در فواصل هر 3°C کاهش دما، سیالیت آن بررسی می شود و کمترین دمایی که در آن جریان نمونه مشاهده می شود به عنوان نقطه ریزش نمونه ثبت می گردد.

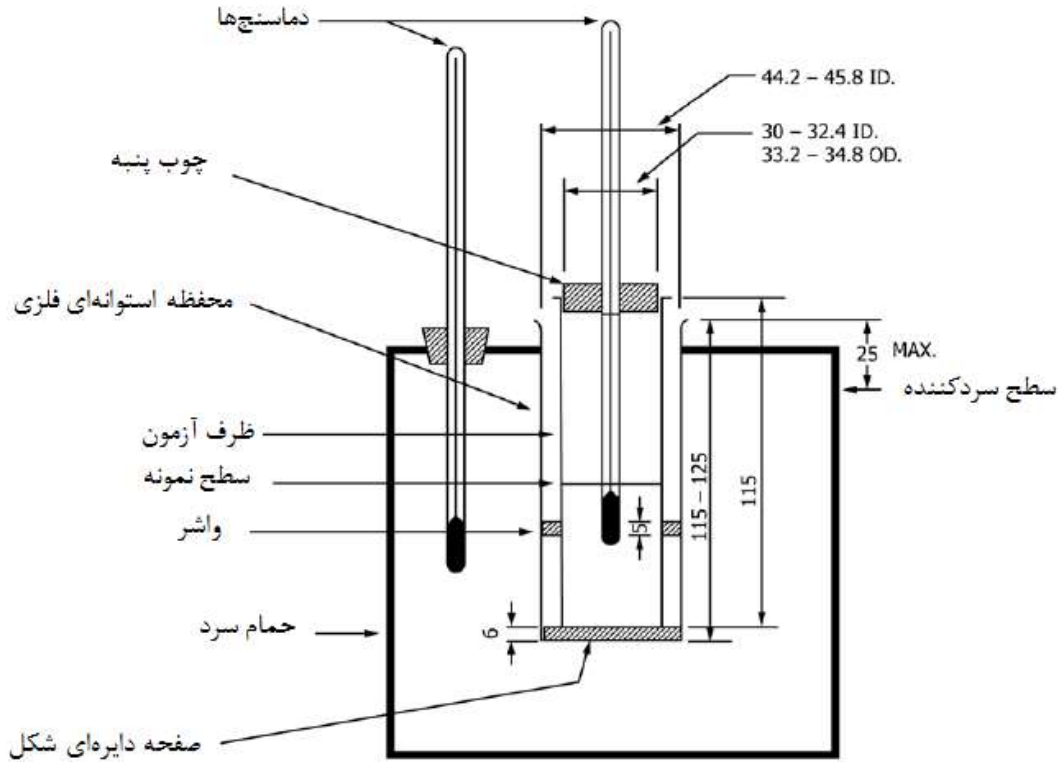
۵ اهمیت و کاربرد

نقطه ریزش یک نمونه نفتی شاخصی از کمترین دمای قابل استفاده آن در کاربردهای معین است.

۶ دستگاه

۶-۱ ظرف آزمون، شیشه استوانه ای شکل شفاف و کف صاف که دارای قطر خارجی 33.2 mm تا 34.8 mm و ارتفاع 115 mm تا 125 mm است. قطر داخلی ظرف می تواند از 30.0 mm تا 32.4 mm باشد و ضخامت دیواره ظرف بیش از 1.6 mm نباشد. ظرف آزمون باید از کف داخلی آن به اندازه $(3\pm 54)\text{ mm}$ برای تعیین ارتفاع نمونه با یک خط علامت گذاری شود (به شکل ۱ مراجعه شود).

ابعاد بر حسب میلی متر



شکل ۱- دستگاه آزمون نقطه‌ریزش

۲-۶ وسایل اندازه‌گیری دما، یا دماسنج مایع در شیشه طبق زیربند ۱-۲-۶ یا دماسنج تماسی دیجیتالی (DCT) طبق الزامات زیربند ۲-۲-۶ نیاز می‌باشد.

۱-۲-۶ دماسنج‌های مایع در شیشه، دماسنج‌های مایع در شیشه با گستره نشان داده شده در زیر و الزامات تعریف شده در استاندارد ASTM E1 یا ویژگی‌های دماسنج‌های استاندارد IP می‌باشند.

| شماره دماسنج | | گستره دما | دماسنج |
|--------------|------|-------------|---------------------------------|
| IP | ASTM | (°C) | |
| 1C | 5C | +۵۰ تا -۳۸ | نقطه ابری شدن و ریزش دمای بالا |
| 2C | 6C | +۲۰ تا -۸۰ | نقطه ابری شدن و ریزش دمای پایین |
| 63C | 61C | +۳۲ تا +۱۲۷ | نقطه ذوب |

۶-۲-۱-۱ از آنجایی که مایع ستون دماسنج‌ها در برخی مواقع جدا شده و باعث خطای اندازه‌گیری می‌شود، دماسنج باید بلافاصله قبل از آزمون بررسی و زمانی استفاده شود که با روشی دقت آن تا $\pm 1^\circ\text{C}$ تأیید شده باشد (برای مثال نقطه یخ بستن^۱).

۶-۲-۲ الزامات دماسنج تماسی دیجیتالی به صورت زیر است:

| پارامتر | الزام |
|-----------------------|---|
| DCT | راهنمای استاندارد ASTM E2877 طبقه G یا بهتر |
| گستره دمایی | 90°C تا -65°C |
| تفکیک‌پذیری نمایش | کمینه 1°C ، ترجیحاً 0.1°C |
| نوع حس‌گر | ترموکوپل، دمایاب ^۲ ، دماسنج مقاومتی پلاتینی (PRT) |
| غلظت حس‌گر | قطر خارجی: ۳ mm |
| طول حس‌گر | کم‌تر از ۱۰ mm |
| عمق غوطه‌بری | کم‌تر از ۴۰ mm طبق استاندارد ASTM D7962 |
| عمق غوطه‌بری در نمونه | بین ۱۰ mm و ۱۵ mm در نمونه. طبق شکل ۱ |
| درستی نمایش | $\pm 500\text{ mK}$ ($\pm 0.5^\circ\text{C}$) برای ترکیب میله و حس‌گر |
| زمان پاسخ | کم‌تر یا معادل ۲۵ s طبق استاندارد ASTM E1137 |
| انحراف اندازه‌گیری | کم‌تر از ۵۰۰ mK (0.5°C) در سال |
| خطای کالیبراسیون | کم‌تر از ۵۰۰ mK (0.5°C) خارج از گستره مورد نظر |
| گستره کالیبراسیون | 85°C یا کم‌تر تا -40°C |
| داده کالیبراسیون | چهار داده که به طور یکنواخت در گستره کالیبراسیون توزیع شده‌اند و با گستره کاربرد سازگار هستند. داده‌های کالیبراسیون باید در گزارش کالیبراسیون وجود داشته باشند. |
| گزارش کالیبراسیون | تهیه شده از یک آزمایشگاه کالیبراسیون با صلاحیت تأیید شده در کالیبراسیون دما که قابل ردیابی به یک آزمایشگاه ملی کالیبراسیون یا عضو استانداردهای اندازه‌شناسی باشد. |

^a Thermistor

یادآوری ۱- وقتی که صفحه DCT در انتهای پوشش میله قرار می‌گیرد، ظرف آزمون با میله در آن پایدار نخواهد بود. برای حل این مشکل پیشنهاد می‌شود که طول میله کم‌تر از ۱۵ cm و بیش‌تر از ۳۰ cm نباشد. چوب‌پنبه A با طول ۵ cm با هدایت گرمایی پایین که حدود نصف آن در لوله نمونه قرار گرفت پایداری را بهبود می‌دهد.

۶-۲-۲-۱-۱ انحراف کالیبراسیون DCT باید سالانه هم با استفاده نقطه یخ بستن یا در برابر یک دماسنج مرجع در یک حمام با دمای ثابت با عمق غوطه‌وری مشخص طبق زیربند ۶-۲-۲ بررسی شود (به استاندارد ASTM D7962 مراجعه شود).

یادآوری ۲- وقتی که انحراف‌های کالیبراسیون DCT در چند بررسی کالیبراسیون، یعنی نقطه یخ بستن، در یک جهت باشد ممکن است نشانه خرابی DCT باشد.

۳-۶ چوب‌پنبه، متناسب با اندازه ظرف آزمون دارای یک سوراخ مرکزی به منظور قراردادن دماسنج.

۴-۶ محفظه استوانه‌ای فلزی، کف صاف غیر قابل نفوذ به آب، با عمق معادل (115 ± 3) mm و قطر داخلی $44,2$ mm تا $45,8$ mm که باید به حالت عمودی در داخل حمام سرد (به زیربند ۶-۷ مراجعه شود) قرار گیرد به طوری که بیش از 25 mm خارج از سیال خنک‌کننده نباشد و قابل تمیز کردن باشد.

۵-۶ صفحه دایره‌ای چوب‌پنبه‌ای یا نمدی، به ضخامت 6 mm که به حالت آزاد داخل محفظه قرار گیرد.

۶-۶ واشر حلقه‌ای، به ضخامت حدود 5 mm، که به قسمت خارجی ظرف آزمایش چسبیده و نسبت به داخل محفظه آزاد باشد. جنس واشر از لاستیک، چرم یا سایر موادی است که خاصیت کشسانی کافی برای چسبیدن به ظرف آزمون و قدرت کافی برای حفظ شکل خود را داشته باشد. هدف از این کار جلوگیری از تماس ظرف شیشه‌ای آزمون به دیواره محفظه می‌باشد.

۷-۶ حمام یا حمام‌ها، باید در دمای معین ثابت نگه‌داشته شوند، هم‌چنین باید دارای یک تکیه‌گاه محکم برای نگه‌داشتن محفظه آزمون در حالت عمودی باشند. دمای حمام موردنیاز در صورت امکان با فرایند سردسازی تأمین می‌شود در غیر این صورت با استفاده از یک مخلوط سرماساز باید به آن رسید. مخلوط‌های سرماساز معمول که برای پایین آوردن دمای حمام استفاده می‌شوند در جدول شماره ۱ نشان داده شده‌اند.

جدول ۱- سرماسازها و دماهای حمام

| دمای حمام (°C) | نوع مخلوط سرماساز |
|-------------------|---|
| $0 \pm 1,5$ | یخ و آب |
| $-18 \pm 1,5$ | یخ خردشده و کریستال سدیم کلراید یا استون یا پترولیوم نفتا یا متانول یا اتانول (به بند ۷ مراجعه شود) با کربن دی‌اکسید جامد برای به دست آمدن دمای مورد نیاز |
| $-33 \pm 1,5$ | استون یا پترولیوم نفتا یا متانول یا اتانول (به بند ۷ مراجعه شود) با کربن دی‌اکسید جامد اضافه شده برای به دست آمدن دمای مورد نیاز |
| $-51 \pm 1,5$ | استون یا پترولیوم نفتا یا متانول یا اتانول (به بند ۷ مراجعه شود) با کربن دی‌اکسید جامد اضافه شده برای به دست آمدن دمای مورد نیاز |
| $-69 \pm 1,5$ | استون یا پترولیوم نفتا یا متانول یا اتانول (به بند ۷ مراجعه شود) با کربن دی‌اکسید جامد اضافه شده برای به دست آمدن دمای مورد نیاز |

۷ مواد و/یا واکنشگرها

حلال‌های صنعتی زیر به عنوان ماده سردکننده حمام در دمای پایین مناسب هستند.

۱-۷ استون (هشدار - بسیار اشتعال‌پذیر)

۲-۷ الکل، اتانول (هشدار - اشتعال پذیر)

۳-۷ الکل، متانول (هشدار - اشتعال پذیر با بخارات مضر)

۴-۷ پترولیوم نفتا (هشدار - اشتعال پذیر با بخارات مضر)

۵-۷ کربن دی اکسید جامد یا یخ خشک (هشدار - بسیار سرد $^{\circ}\text{C} -78.5$).

۸ روش انجام آزمون

۱-۸ نمونه را داخل ظرف آزمون تا محل خط نشانه بریزید. در صورت لزوم نمونه را داخل حمام آب گرم قرار دهید تا سیالیت لازم جهت اضافه شدن در ظرف آزمون به دست آید.

یادآوری - برخی نمونه‌ها زمانی که ۲۴ h قبل تا دمای بالاتر از $^{\circ}\text{C} 45$ حرارت داده شده باشند، نسبت به زمانی که ۲۴ h قبل در دمای اتاق قرار داده شوند، نقطه ریزش یکسانی ندارند. از جمله این مواد نفت کوره، روغن سیاه و روغن سیلندر هستند.

۱-۱-۸ نمونه‌های از نفت کوره، روغن سیاه و روغن سیلندر که ۲۴ h قبل بیش از $^{\circ}\text{C} 45$ حرارت دیده‌اند، یا وقتی که سابقه حرارتی این گروه از نمونه‌ها معلوم نیست، باید به مدت ۲۴ h قبل از آزمون در دمای اتاق نگهداری شوند. نمونه‌هایی که برای کاربر مشخص است که نسبت به سابقه حرارتی حساسیت ندارند نیازی به نگهداری آن‌ها به مدت ۲۴ h در دمای اتاق قبل از آزمون نیست.

۲-۱-۸ از روی شواهد تجربی حذف دوره انتظار ۲۴ h برخی نمونه‌ها را می‌توان با گزارش تحقیقی به دست آورد^۱.

۲-۸ اگر نقطه ریزش بالاتر از $^{\circ}\text{C} 36$ باشد، از دماسنج با گستره دمایی بالاتر نظیر دماسنج IP 63C یا ASTM 61C، یا دماسنج دیجیتالی تماسی استفاده کنید. دهانه ظرف آزمون را با چوب‌پنبه‌ای که داخل آن دماسنج (به زیربند ۲-۶ مراجعه شود) قرار دارد ببندید. موقعیت چوب‌پنبه و دماسنج را طوری تنظیم کنید که چوب‌پنبه کاملاً محکم شود، دماسنج و ظرف آزمون هم محور باشند، و دماسنج با عمق درست در آزمون غوطه‌ور شود.

۱-۲-۸ برای دماسنج مایع در شیشه، باید حباب دماسنج غوطه‌ور شود و تا ۳ mm از ابتدای لوله موئین آن زیر سطح آزمون باشد.

۱ - داده‌های تأیید شده در دفاتر مرکزی موسسه بین المللی ASTM فهرست‌بندی شده‌اند و می‌توان با درخواست گزارش تحقیقی RR: DO2- 1377 را بدست آورد.

۲-۲-۸ برای دماسنج تماسی دیجیتالی، پراب باید شناور شود طوری که انتهای پراب ۱۰ mm تا ۱۵ mm زیر سطح آزمون باشد.

جدول ۲- گستره دمایی حمام و نمونه

| گستره دمایی نمونه، (°C) | تنظیم دمای حمام، (°C) |
|---|---|
| پیش گرم کردن حداقل ۴۵ یا ۹ بالاتر از نقطه ریزش مورد انتظار | ۴۸ ± ۱٫۵ یا ۱۲ بالاتر از نقطه ریزش مورد انتظار |
| از شروع تا ۲۷ | ۲۴ ± ۱٫۵ |
| ۹ تا ۲۷ | ۰ ± ۱٫۵ |
| ۹ تا -۶ | -۱۸ ± ۱٫۵ |
| -۶ تا -۲۴ | -۳۳ ± ۱٫۵ |
| -۲۴ تا -۴۲ | -۵۱ ± ۱٫۵ |
| -۴۲ تا -۶۰ | -۶۹ ± ۱٫۵ |

۳-۸ برای اندازه گیری نقطه ریزش، آماده سازی مقدماتی زیر را برای آزمون داخل ظرف آزمون انجام دهید:

۱-۳-۸ نمونه هایی که نقطه ریزش بالاتر از 33°C دارند: نمونه را بدون هم زدن تا 9°C بالاتر از نقطه ریزش مورد انتظار و حداقل 45°C ، در حمامی با 12°C بالاتر از نقطه ریزش مورد انتظار و حداقل تا 48°C تنظیم شده است، گرم کنید. ظرف آزمون را به حمامی که در $(24 \pm 1.5)^{\circ}\text{C}$ تنظیم شده است انتقال دهید و شروع به مشاهده نقطه ریزش کنید. هنگام استفاده از حمام مایع، مطمئن شوید که سطح مایع حمام بین خط نشانه روی ظرف آزمون تا قسمت بالایی آن باشد.

۲-۳-۸ نمونه هایی که نقطه ریزش 33°C و کمتر دارند: نمونه را بدون هم زدن در حمامی که در دمای $(48 \pm 1.5)^{\circ}\text{C}$ تنظیم شده است حداقل تا 45°C گرم کنید. سپس ظرف آزمون را به حمامی که در $(24 \pm 1.5)^{\circ}\text{C}$ تنظیم شده است انتقال دهید. هنگام استفاده از حمام مایع، مطمئن شوید که سطح مایع بین خط نشانه روی ظرف آزمون و بالای ظرف آزمون باشد. وقتی دمای نمونه به 27°C رسید و در صورت استفاده از دماسنج های مایع در شیشه، دماسنج با نقطه ریزش و نقطه ابری بالا را برداشته و دماسنج با نقطه ریزش و ابری پایین را جایگزین کنید. ظرف آزمون را به حمام سردکننده منتقل کنید (به بند ۸-۶-۱ مراجعه شود).

۴-۸ توجه کنید که صفحه گرد، واشر و داخل محفظه تمیز و خشک باشد. صفحه گرد را در کف محفظه قرار دهید. واشر را دور ظرف آزمون و به فاصله ۲۵ mm از انتهای آن قرار دهید. ظرف آزمون را داخل محفظه قرار دهید. هرگز ظرف را مستقیماً در محیط سردکننده قرار ندهید.

۵-۸ برای تشکیل کریستال‌های پارافینی دقت شود که توده نمونه برهم زده نشود و دماسنج در داخل نمونه حرکت نکند. زیرا هرگونه اختلال در شبکه اسفنجی بلورهای پارافینی، منجر به نتایج کمتر از مقدار واقعی و ایجاد خطا در نتیجه آزمون خواهد شد.

۶-۸ نقطه‌ریزش به صورت اعداد صحیح مثبت یا منفی که مضربی از 3°C است بیان می‌شود. هنگامی که دمای روغن به 9°C بالاتر از نقطه‌ریزش موردانتظار رسید (با تخمین مضربی از 3°C) بررسی وضعیت ظاهری روغن را آغاز کنید. برای هر بار خواندن دمای دماسنج که مضربی از 3°C زیر دمای اولیه است ظرف آزمون را از محفظه بردارید. برای از بین بردن رطوبت میعان‌شده اطراف ظرف آزمون که باعث محدودیت در مشاهده می‌شود، سطح آن را با پارچه‌ای تمیز که به وسیله الکل (اتانول یا متانول) مرطوب شده است پاک کنید. ظرف نمونه را به اندازه کافی کج کنید تا حرکت نمونه داخل آن مشخص شود. اگر حرکت نمونه داخل ظرف آزمون دیده شد فوراً آن را در محفظه قرار دهید و آزمون جاری‌شدن را در درجه حرارت بعدی (3°C) پایین‌تر) تکرار کنید. به طور کلی برداشتن، تمیز کردن و جایگزینی ظرف آزمون نباید بیش‌تر از ۳s باشد.

۱-۶-۸ هنگامی که دمای نمونه به 27°C رسید اگر جاری‌شدن روغن متوقف نشد، ظرف آزمون را به محفظه سردکننده با دمای $(0 \pm 1,5)^{\circ}\text{C}$ منتقل کنید. همین‌طور که نمونه سردتر می‌شود ظرف آزمون را به محفظه دیگری با درجه حرارت پایین‌تر مطابق جدول ۴ منتقل کنید.

۲-۶-۸ به محض این‌که با کج کردن ظرف آزمون روغن حرکت نداشت ظرف را به مدت ۵s در موقعیت افقی نگه‌دارید، و با دقت آن را مشاهده کنید. اگر نمونه هرگونه علامتی از حرکت قبل از ۵s را نشان دهد، ظرف آزمون را فوراً در محفظه قرار دهید و آزمون جاری‌شدن را برای 3°C پایین‌تر تکرار کنید.

۷-۸ این روش را به همین صورت ادامه دهید تا زمانی که با افقی نگه‌داشتن ظرف آزمون به مدت ۵s، نمونه هیچ‌گونه حرکتی نداشته باشد. در این شرایط دمای دماسنج را یادداشت کنید.

۸-۸ برای نمونه سیاه‌رنگ، روغن سیلندر و سوخت تقطیرنشده، نتیجه به دست آمده مطابق روش شرح داده شده در زیربندهای ۱-۸ تا ۷-۸، نقطه ریزش بالاتر (بیشینه) نامیده می‌شود. اگر نیاز باشد، با گرم کردن نمونه حین هم‌زدن، تا $10,5^{\circ}\text{C}$ ، به ظرف آزمون اضافه کرده، اندازه‌گیری نقطه‌ریزش طبق زیربندهای ۴-۸ تا ۷-۸، نقطه‌ریزش پایین‌تر (کمینه) را اندازه‌گیری کنید.

۹-۸ برخی مشخصات باعث قبول شدن یا رد شدن آزمایش می‌شوند و یا دارای محدودیت‌های دمایی نقطه‌ریزش هستند که به صورت مضربی از 3°C نیستند. در این موارد باید سعی شود تا طبق برنامه زیر اندازه‌گیری نقطه‌ریزش انجام شود: زمانی که دمای نمونه به 9°C بالای دمای نقطه‌ریزش مشخصات آن رسید وضعیت ظاهری نمونه را بررسی کنید. مشاهدات خود را در فواصل دمایی 3°C طبق روش شرح داده شده در زیربندهای ۶-۸ و ۷-۸ ادامه دهید تا این‌که به دمای مشخص برسید. نتایج آزمون را به صورت این‌که حد مشخص شده دما را گذرانده یا مردود شده است گزارش کنید.

۹ محاسبه و گزارش

به دمای یادداشت شده در زیربند ۷-۸، 3°C اضافه کنید و نتیجه را به عنوان نقطه ریزش طبق این استاندارد گزارش کنید. برای روغن‌های سیاه و غیره 3°C به دمای ثبت شده در زیربند ۷-۸ اضافه کنید و نتیجه را به عنوان نقطه ریزش بالاتر یا نقطه ریزش پایین تر طبق این استاندارد گزارش کنید.

۱۰ دقت و اریبی

۱-۱۰ دقت: دقت این روش آزمون به وسیله آزمون آماری مقایسه‌های بین آزمایشگاهی تعیین شده و نتایج آن به شرح زیر است:

یادآوری - بیان دقت با استفاده از دماسنج مایع در شیشه طبق استاندارد ASTM E1 یا دماسنج‌های استاندارد IP توسعه یافته است.

۱-۱-۱۰ روغن‌های روان کننده^۱

۱-۱-۱-۱۰ تکرارپذیری

اختلاف بین نتایج آزمون‌های متوالی به دست آمده توسط یک آزمایش‌گر با استفاده از دستگاه یکسان تحت شرایط ثابت با ماده آزمونی یکسان در مدت طولانی و انجام روش به طور صحیح و معمول، فقط در یک مورد از هر ۲۰ مورد آزمون می‌تواند از 6°C بیش تر شود. اختلاف بیش از این مقدار باعث تردید در نتایج به دست آمده خواهد شد.

۲-۱-۱-۱۰ تجدیدپذیری

اختلاف بین دو نتیجه جدا و مستقل به دست آمده به وسیله دو آزمایش‌گر مختلف در دو آزمایشگاه متفاوت و با ماده یکسان مورد آزمون قرار می‌گیرد در مدت طولانی و در صورت انجام روش آزمون به طور صحیح و معمول، به دست آمده در یک مورد از هر ۲۰ مورد آزمون می‌تواند از 9°C بیش تر شود. اختلاف بیش از این مقدار باعث تردید در نتایج به دست آمده خواهد شد.

۳-۱-۱-۱۰ گزارش دقت روش

۱ - داده‌های مورد تأیید (نتایج به دست آمده از کار مشترک برنامه مقایسه‌های بین آزمایشگاهی در سال ۱۹۹۸ میلادی) در دفاتر مرکزی موسسه بین‌المللی ASTM نگهداری می‌شود و می‌توان با درخواست گزارش تحقیقات D02-1499-RR آن‌ها را به دست آورد.

از برنامه آزمون مقایسه‌های بین آزمایشگاهی طبق استاندارد ASTM D6300 در سال ۱۹۹۸ میلادی به دست آمده است. شرکت کننده‌ها پنج سری روغن پایه، سه سری روغن موتور چند درجه‌ای، یک سری از هر نوع گروه روغن هیدرولیک و سیال انتقال خودکار در گستره دمایی 11°C تا 51°C - را دو بار مورد بررسی قرار دادند. هفت آزمایشگاه با روش آزمون دستی این استاندارد نمونه‌های ذکر شده را آزمایش کردند. اطلاعات هر گروه از نمونه‌ها و نقطه‌ریزش میانگین آن‌ها در بخش گزارش تحقیقات RR: 1499-DO2 موجود می‌باشد.

یادآوری - گزارش‌های دقت روش از نتایج به دست آمده برای استفاده در آزمون‌های بعدی جمع‌آوری شده است. دقت واقعی روش در جدول پیوست الف-۱ آمده است.

۲-۱-۱۰ سوخت تقطیری میانی و نفت کوره

۱-۲-۱-۱۰ تکرارپذیری

اختلاف بین نتایج آزمون‌های متوالی به دست آمده توسط یک آزمایش‌گر با استفاده از دستگاه یکسان تحت شرایط ثابت با ماده آزمونی یکسان در مدت طولانی و انجام روش به طور صحیح و معمول، فقط در یک مورد از هر ۲۰ مورد آزمون می‌تواند از 3°C بیش‌تر شود. اختلاف بیش از این مقدار باعث تردید در نتایج به دست آمده خواهد شد.

۲-۲-۱-۱۰ تجدیدپذیری

اختلاف بین دو نتیجه جدا و مستقل به دست آمده به وسیله دو آزمایش‌گر مختلف در دو آزمایشگاه متفاوت و با ماده یکسان مورد آزمون قرار می‌گیرد در مدت طولانی و در صورت انجام روش آزمون به طور صحیح و معمول، به دست آمده در یک مورد از هر ۲۰ مورد آزمون می‌تواند از 9°C بیش‌تر شود. اختلاف بیش از این مقدار باعث تردید در نتایج به دست آمده خواهد شد.

۳-۲-۱-۱۰ گزارش دقت روش، با آزمون ۱۶ نوع سوخت تقطیر میانی و نفت کوره توسط ۱۲ شرکت کننده به دست آمده است. گستره نقطه‌ریزش سوخت‌ها از 33°C - تا 51°C + بوده است.

یادآوری - گزارش‌های دقت روش از نتایج به دست آمده برای استفاده در آزمون‌های بعدی جمع‌آوری شده است. دقت واقعی روش در جدول پیوست الف-۱ آمده است.

یادآوری - دقت‌های بحث شده در بند ۲-۱-۱۰ طبق استاندارد ASTM D6300 به دست نیامده‌اند.

۲-۱۰ اریبی

در آزمون این فرآورده‌های ترکیبی معیاری برای اندازه‌گیری اریبی وجود ندارد بنابراین هیچ‌گونه اظهارنظری در مورد اریبی نمی‌توان کرد.

پیوست الف

(آگاهی دهنده)

مقادیر دقت واقعی به دست آمده

جدول الف - ۱ - مقادیر دقت واقعی به دست آمده

| برنامه تحقیقاتی سال ۱۹۹۳ سوخت‌های تقطیری میانی و نفت کوره، °C | برنامه تحقیقاتی سال ۱۹۹۸ روغن‌های روان کننده، °C | سطح اطمینان ۹۵٪ |
|---|---|-----------------|
| ۲/۵ | ۵/۳ | تکرارپذیری |
| ۶/۶ | ۸/۰ | تجدیدپذیری |

جدول الف - ۲ - ویژگی‌های دماسنج

| نقطه ذوب | نقطه‌ریزش و ابری شدن دمای بالا | نقطه‌ریزش و ابری شدن دمای پایین | | |
|------------|-----------------------------------|------------------------------------|----|----------------------------------|
| ۱۲۷ تا ۳۲ | +۵۰ تا -۳۸ | +۲۰ تا -۸۰ | °C | گستره |
| ۷۹ | ۱۰۸ | ۷۶ | mm | غوطه‌وری |
| ۰/۲ | ۱ | ۱ | °C | درجه‌بندی در هر |
| ۱ | ۵ | ۵ | °C | خطوط بزرگ‌تر در هر |
| ۲ | ۱۰ | ۱۰ | °C | عدد نویسی شده در هر |
| ۰/۲ | ۰/۵ | ۱ (تا -۳۳) ۲ (>-۳۳) | °C | بیشینه زینه‌بندی خطا |
| ۱۵۰ | ۱۰۰ | ۶۰ | °C | محفظه انبساط با امکان گرم شدن تا |
| ۳۸۰±۵ | ۲۳۰±۵ | ۲۳۰±۵ | mm | طول کلی |
| ۸ تا ۶ | ۸ تا ۶ | ۸ تا ۶ | mm | قطر ساقه |
| ۲۸ تا ۱۸ | ۱۰ تا ۷/۰ | ۱۰ تا ۷/۰ | mm | طول حباب |
| ۶/۰ تا ۵/۰ | ۵/۵ تا ساقه | ۵/۰ تا ساقه | mm | قطر حباب |
| ۳۲ | -۳۸ | -۷۰ | °C | فاصله از پایین حباب تا خط در |
| ۱۱۵ تا ۱۰۵ | ۱۳۰ تا ۱۲۰ | ۱۲۰ تا ۱۰۰ | mm | |
| ۲۴۰ تا ۲۰۰ | ۸۵ تا ۶۵ | ۱۰۰ تا ۷۰ | mm | طول زینه‌بندی / گستره |