



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۸

تجدیدنظر دوم

۱۳۹۴

INSO

198

2nd.Revision

2015

فراورده‌های نفتی - اندازه‌گیری نقطه اشتعال
و نقطه آتش‌گیری با دستگاه رو باز کلیولند
- روش آزمون

**Petroleum products – Measurement of
flash point and fire point by Cleveland
open cup tester - Test 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 مؤسسه 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. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع 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.

پیش نویس 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، به عنوان 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 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 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 استفاده کنندگان 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) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه 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) 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
«فراورده‌های نفتی - اندازه‌گیری نقطه اشتعال و نقطه آتش‌گیری با دستگاه رو باز کلیولند -
روش آزمون»
(تجدید نظر دوم)

رئیس:

تدین ، محمدصادق
(فوق لیسانس شیمی فیزیک)

سمت و / یا نمایندگی

شرکت نفت ایرانول

دبیر:

بیگلری ، حسن
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

گروه پژوهشی پتروشیمی - پژوهشگاه
استاندارد

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آسایی اردکانی، آمیتیس
(لیسانس شیمی کاربردی)

اداره استاندارد کاشان

امینیان ، وحید
(فوق لیسانس شیمی کاربردی)

پژوهشکده شیمی و پتروشیمی - پژوهشگاه
استاندارد

بنزاده، علیرضا
(دکتری شیمی تجزیه)

گروه پژوهشی پتروشیمی - پژوهشگاه
استاندارد

جمشیدی، پرینا
(فوق لیسانس شیمی آلی)

اتحادیه صادرکنندگان فراورده‌های نفت، گاز
و پتروشیمی

رادی، پانته‌آ
(لیسانس شیمی)

اداره نظارت بر اجرای استاندارد - سازمان
ملی استاندارد

رضانواز، ساناز
(فوق لیسانس شیمی آلی)

آزمایشگاه پتروسنجش آپادانا

زارع، مریم
(فوق لیسانس شیمی معدنی)

شرکت نفت پارس

گروه پژوهشی پتروشیمی - پژوهشگاه
استاندارد

سلیمی ، حمید
(دکتری شیمی آلی)

پژوهشگاه صنعت نفت

فرزین نژاد، نجمه
(دکتري شيمي تجزيه)

شرکت پارسيان تکنولوژی

فیروزی ، ربابه
(فوق لیسانس شیمی آلی)

شرکت نت لوب ایران (کاسترول)

کرم دوست ، ساناز
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

شرکت پارسيان تکنولوژی

معین خرازی، محمد
(لیسانس مکانیک)

پژوهشکده شیمی و پتروشیمی - پژوهشگاه
استاندارد

ولی بیگی، میلاد
(لیسانس مهندسی نساجی)

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 تعاریف و اصطلاحات
۳	۴ اصول آزمون
۳	۵ مواد
۳	۶ وسایل
۷	۷ نمونه برداری
۸	۸ آماده سازی دستگاه
۹	۹ کالیبراسیون و استانداردسازی
۹	۱۰ روش انجام آزمون
۱۴	۱۱ محاسبات
۱۴	۱۲ گزارش آزمون
۱۴	۱۳ دقت و اریبی
۱۷	پیوست الف (الزامی) دستگاه اندازه گیری نقطه اشتعال به روش باز کلیولند
۱۹	پیوست ب (الزامی) تأیید عملکرد دستگاه
۲۰	پیوست پ (اطلاعاتی) روش پیش گیری از تشکیل لایه سطحی در هنگام تعیین نقطه اشتعال نمونه های آسفالتی

پیش‌گفتار

استاندارد "فراورده‌های نفتی- اندازه‌گیری نقطه اشتعال و نقطه آتش‌گیری با دستگاه رو باز کلیولند- روش آزمون" نخستین بار در سال ۱۳۴۵ تدوین شد. این استاندارد براساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط سازمان ملی استاندارد ایران و تایید کمیسیون‌های مربوط برای دومین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در پنجاه و هشتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فراورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۴/۰۴/۰۶ تصویب شد. اینک 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 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.

استاندارد ملی ایران شماره ۱۱۷۵، سال ۱۳۸۷: قیرو مواد قیری-تعیین نقاط اشتعال و شعله وری با ظرف روباز کلیولند-روش آزمون؛ استاندارد ملی ایران شماره ۲۹۵۴، سال ۱۳۶۷: روش اندازه‌گیری نقطه اشتعال قیر به طریقه باز، باطل و این استاندارد جایگزین آن‌ها می‌شود.
این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۸: سال ۱۳۸۶ می‌شود.

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

ASTM D92, 2012: Standard Test Method for Flash and Fire Points by Cleveland Open Cup Tester.

• روش آزمون نقطه اشتعال و نقطه آتش‌گیری یک روش دینامیک می‌باشد که کنترل دقت این روش بستگی به میزان نرخ افزایش دما دارد؛ این روش بیشتر در مورد مواد ویسکوزی که نقطه اشتعال آن‌ها بالاتر از ۷۹ درجه سانتی‌گراد می‌باشد، کاربرد دارد. کاربرد دیگر این روش در تعیین نقطه آتش‌گیری (که دمایی بالاتر از دمای اشتعال است) آزمون‌هایی است که قابلیت اشتعال بیشتر از ۵ ثانیه را دارند. مقادیر نتیجه آزمون نقطه اشتعال به طراحی دستگاه مورد استفاده، نحوه استفاده از دستگاه و شرایط اجرای آزمون بستگی دارد. بنابراین تعیین نقطه اشتعال می‌بایستی حتماً در شرایطی که در این استاندارد ذکر شده است، انجام پذیرد و نمی‌توان رابطه عمومی و قابل اطمینانی بین نتایج به‌دست آمده از این روش و سایر روش‌های آزمون یا دستگاه‌های متفاوت آزمون برقرار نمود.

۱-۰ نقطه اشتعال معیاری برای سنجش تمایل به تشکیل مخلوط قابل اشتعال با هوا در شرایط آزمایشگاهی کنترل شده است. این تنها یکی از ویژگی‌هایی است که باید در ارزیابی کلی خطر اشتعال‌پذیری یک ماده بررسی شود.

۲-۰ نقطه اشتعال در قوانین و مقررات حمل و نقل و ایمنی برای تعیین مواد قابل اشتعال و آتش‌گیری کاربرد دارد.

۳-۰ نقطه اشتعال می‌تواند نشان دهنده احتمال وجود مواد بسیار فرار و قابل اشتعال در یک ماده نسبتاً غیرفرار و یا غیرقابل اشتعال باشد. برای مثال پایین بودن غیرعادی نقطه اشتعال یک آزمون روغن موتور می‌تواند نشان‌دهنده آلودگی با سوخت باشد.

۴-۰ این روش آزمون برای سنجش و توصیف خواص مواد و فراورده‌ها در پاسخ به گرما و منبع اشتعال، در شرایط کنترل شده آزمایشگاهی استفاده می‌شود و نباید برای ارزیابی خطرات حاصل از اشتعال آن مواد و فراورده‌ها در شرایط واقعی آتش‌گیری به کار رود. اگرچه نتایج این آزمون ممکن است به عنوان اصول ارزیابی احتمال خطر آتش‌سوزی (با در نظر گرفتن همه عوامل مرتبط) استفاده شود.

۵-۰ نقطه آتش‌گیری معیاری برای سنجش تمایل آزمون‌ها به تداوم سوختن است.

فراورده‌های نفتی – اندازه‌گیری نقطه اشتعال^۱ و نقطه آتش‌گیری^۲ با دستگاه رو باز کلیولند – روش آزمون

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 کاربردی قبل از استفاده به عهده کاربر می‌باشد.

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش اندازه‌گیری نقطه اشتعال و نقطه آتش‌گیری فراورده‌های نفتی به روش باز با استفاده از دستگاه دستی یا خودکار کلیولند می‌باشد.

یادآوری- در حال حاضر، دقت آزمون نقطه آتش‌گیری تعیین نشده است و اندازه‌گیری نقطه آتش‌گیری بجز در موارد معدودی معمول نیست.

۲-۱ این روش آزمون، برای اندازه‌گیری نقطه اشتعال انواع فراورده‌های نفتی با نقطه اشتعال باز حداقل 79°C و حداکثر 400°C به جز نفت کوره^۳ کاربرد دارد.

یادآوری- این روش آزمون گاهی ممکن است برای تعیین نقطه آتش‌گیری نفت کوره هم به کار رود. به منظور تعیین نقطه اشتعال نفت کوره از روش آزمون ذکر شده در استاندارد ملی ایران به شماره ۱۹۶۹۵ استفاده کنید. در مواردی که تعیین وجود احتمالی غلظت‌های اندک موادی با نقطه اشتعال پایین‌تر مورد نظر است از استاندارد ملی ۱۹۶۹۵ استفاده می‌شود (که ممکن است با این روش آزمون قابل شناسایی نباشند). در صورتی که نقطه اشتعال پایین‌تر از 79°C باشد می‌توان از استاندارد ملی ایران به شماره ۱۹۶۹۵ یا ASTM D1310 استفاده شود.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است :

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹، روش‌های نمونه برداری دستی از مواد و فراورده‌های نفتی.

1- Flash point
2- Fire point
3- Fuel oil

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۶۹۵، فراورده‌های نفتی – اندازه‌گیری نقطه اشتعال با دستگاه سربسته پنسکی – مارتنز – روش آزمون.

2-3 ASTM D 140, Practice for Sampling Bituminous Materials.

2-4 ASTM D 1310, Test Method for Flash Point and Fire Point of Liquids by Tag Open-Cup Apparatus

2-5 ASTM D 4177, Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products.

2-6 ASTM D 4206, Test Method for Sustained Burning of Liquid Mixture Using the Small Scale Open-Cup Apparatus.

2-7 ASTM E1, Specification for ASTM Liquid-in-Glass Thermometers.

2-8 ASTM E300, Practice for Sampling Industrial Chemicals.

2-9 Energy Institute Standard: Specifications for IP Standard Thermometers.

2-10 ISO Guide34, Quality Systems Guidelines for the Production of Reference Materials.

2-11 ISO Guide35, Certification of Reference Material –General and Statistical Principles.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و/ یا واژه‌ها با تعاریف زیر بکار می‌رود:

۱-۳

شرایط دینامیک^۱

درمورد فراورده‌های نفتی شرایطی است که هنگام بکارگیری منبع اشتعال^۲، دمای آزمون با دمای بخار جمع شده در بالای سطح آن در حالت تعادل نباشند. این حالت با گرم شدن نمونه با سرعت ثابت و مشخص همراه با بخار دارای دمای کمتر^۳ نسبت به آزمون به وجود می‌آید.

۲-۳

نقطه اشتعال

پایین‌ترین دمای تصحیح شده یک فراورده نفتی در فشار محیطی 101.3 kPa (760 mmHg) است که در آن دما، منبع اشتعال باعث شعله‌ور شدن بخارهای آزمون در شرایط مشخص شده در این آزمون شود.

1- Dynamic condition
2- Ignition source
3- Temperature Lagging

نقطه آتش‌گیری

پایین‌ترین دمای تصحیح شده یک فراورده نفتی در فشار محیطی $101,3 \text{ kPa}$ (760 mmHg) است که در آن دما، منبع اشتعال، باعث شعله‌ور شدن بخارهای آزمون می‌شود و حداقل به مدت پنج ثانیه در شرایط مشخص شده در این آزمون به سوختن ادامه دهد.

۴ اصول آزمون

ظرف برنجی آزمون^۱ را با 70 ml نمونه تا خط نشانه داخلی پر کنید. در ابتدا دمای آزمون را به سرعت و سپس با نزدیک شدن به نقطه اشتعال، آهسته‌تر و با سرعت ثابت افزایش دهید. در فواصل زمانی معین، شمعک آزمون (منبع اشتعال) را از روی ظرف آزمون عبور دهید. نقطه اشتعال، پایین‌ترین دمایی است که در آن، شمعک آزمون موجب شعله‌ور شدن بخارهای آزمون می‌شود. برای تعیین نقطه آتش‌گیری، آزمون را تا دمایی که شمعک آزمون باعث شعله‌ور شدن آزمون و تداوم سوختن آن به مدت حداقل پنج ثانیه شود، ادامه دهید.

۵ مواد

۱-۵ حلال‌های شستشو

از حلال‌هایی با خلوص صنعتی مناسب که قادر به پاک کردن نمونه‌های مورد آزمایش از ظرف نمونه و خشک کردن آن باشند استفاده کنید. تولوئن و استن از حلال‌هایی هستند که بطور معمول مورد استفاده قرار می‌گیرند. هشدار- تولوئن و استون و بسیاری از حلال‌ها قابل اشتعال و برای سلامتی خطرناک هستند. دور ریختن حلال‌ها و مواد زائد باید براساس مقررات ملی انجام شود.

۶ وسایل

۱-۶ دستگاه رو باز^۲ کلیولند، دستی

این دستگاه شامل: ظرف آزمون، صفحه گرم‌کن، شمعک آزمون، گرم‌کن و نگه‌دارنده‌ها است که در پیوست الف به تفصیل شرح داده شده است. مجموعه دستگاه، صفحه گرم‌کن و ظرف آزمون به ترتیب در شکل‌های ۱ تا ۳ نشان داده شده‌اند.

1- Bress test cup
2- Open cup apparatus

۲-۶ دستگاه رو باز کلیولند، خودکار

این دستگاه یک ابزار خودکار برای اندازه‌گیری نقطه اشتعال است و باید طبق بند ۱۰ برای آزمون استفاده شود. ابعاد ظرف نمونه و روش استفاده از شمعک آزمون در پیوست الف درج شده است.

۳-۶ وسیله اندازه‌گیری دما

دماسنج باید دارای گستره دمای نشان داده شده در جدول ۱ و مطابق با ویژگی‌های توصیه شده در استاندارد بند ۲-۷ باشد. همچنین می‌توان از یک دستگاه الکترونیک اندازه‌گیری دما نظیر یک دماسنج مقاومتی^۱ یا ترموکوپل استفاده نمود. به شرط آن که سنجش دمایی یکسان با دماسنج‌های جیوه‌ای داشته باشد.

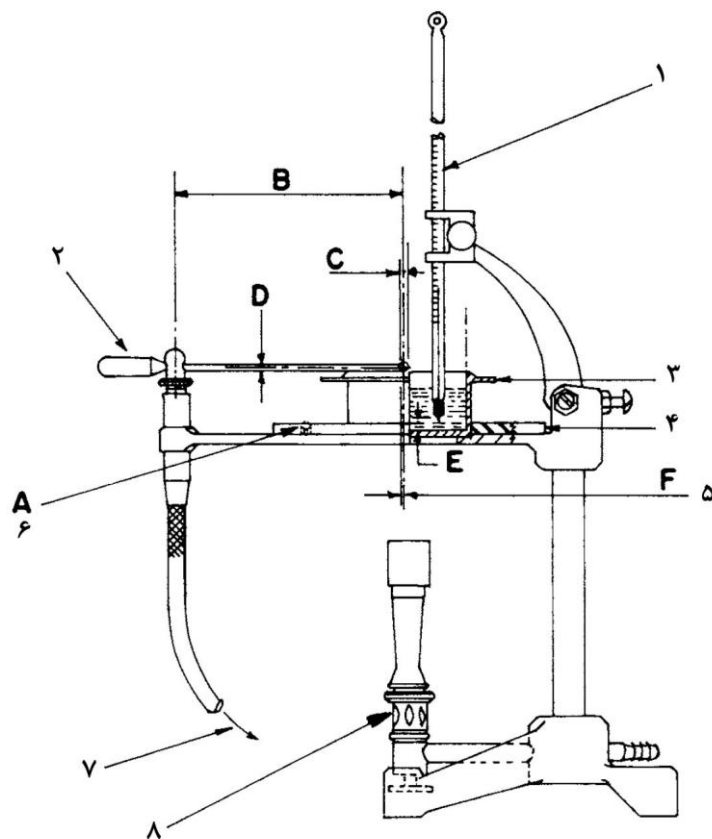
جدول ۱- گستره دمایی و نوع دماسنج

شماره دماسنج	گستره دماسنجی
ASTM 11C/IP 28C	۶°C - تا ۴۰۰°C +

۴-۶ منبع اشتعال (شمعک آزمون)

شمعک آزمون (شعله گاز طبیعی (متان) و یا گاز مایع (بوتان-پروپان))، یا المنت الکتریکی به عنوان منبع اشتعال، قابل قبول هستند. شمعک آزمون به‌طور کامل در پیوست الف توضیح داده شده است.

هشدار- فشار گاز ورودی به دستگاه نباید بیش از ۳ kPa باشد.



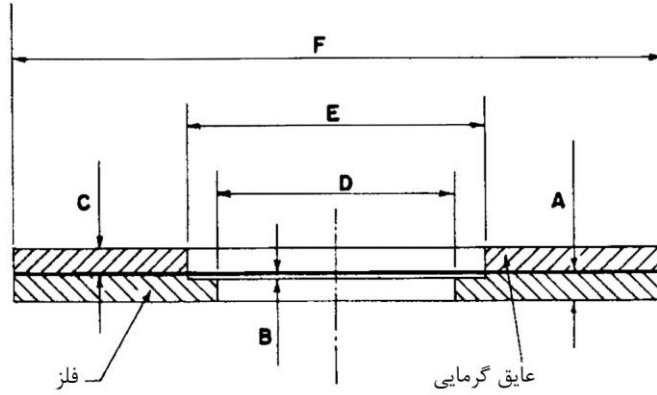
راهنما:

۱	دماسنج ASTM 11C / IP 28C	۵	روزنه شمعک
۲	شمعک آزمون (منبع اشتعال)	۶	مهبره فلزی
۳	ظرف آزمون	۷	اتصال به منبع گاز
۴	صفحه گرم کن	۸	گرم کن نوع شعله‌ای یا الکتریکی

نماد	توضیح	ابعاد بر حسب میلی‌متر	
		حداقل	حداکثر
A (قطر)	برای مقایسه و تنظیم شعله شمعک آزمون	۳,۲	۴,۸
B (شعاع)	شعاع کمائی مسیر حرکت شمعک	۱۵۲	مقدار اسمی ^۱
C (قطر)	قطر انتهای شمعک	۱,۶	مقدار اسمی
D	فاصله صفحه عبور شمعک از لبه ظرف آزمون	-	۲
E	فاصله دماسنج از کف ظرف آزمون	۶	۷
F (قطر)	قطر روزنه خروجی گاز شمعک	۰,۸	مقدار اسمی

شکل ۱- دستگاه رو باز کلیولند نوع دستی

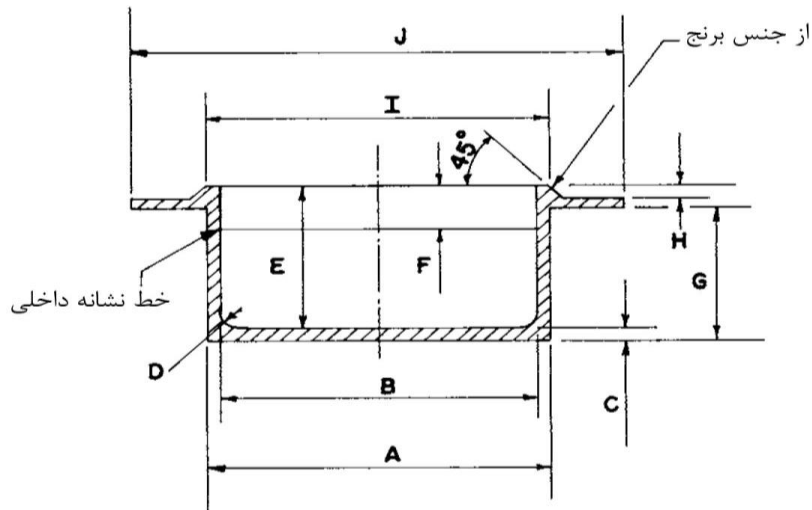
¹ Nominal



ابعاد برحسب میلی‌متر

نماد	حداقل	حداکثر
A	۶	۷
B	۰٫۵	۱٫۰
C	۶	۷
D (قطر)	۵۵	۵۶
E (قطر)	۶۹٫۵	۷۰٫۵
F (قطر)	۱۴۶	۱۵۹

شکل ۲- صفحه گرم‌کن



ابعاد برحسب میلی‌متر

نماد	حداقل	حداکثر	نماد	حداقل	حداکثر
A	۶۷٫۵	۶۹	F	۹	۱۰
B	۶۳	۶۴	G	۳۱	۳۲٫۵
C	۲٫۸	۳٫۵	H	۲٫۸	۳٫۵
D (شعاع)	۴	مقدار اسمی	I	۶۷	۷۰
E	۳۲٫۵	۳۴	J	۹۷	۱۰۰

شکل ۳- ظرف آزمون

۷ نمونه برداری

۱-۷ نمونه برداری را طبق استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹، استانداردهای ASTM D140، ASTM D4177 یا ASTM E300 انجام دهید.

۲-۷ برای هر آزمون حداقل ۷۰ ml نمونه لازم است. به استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹ مراجعه کنید.

۳-۷ در صورت عدم رعایت احتیاط‌های لازم برای جلوگیری از تبخیر مواد فرار نمونه، ممکن است نقطه اشتعال بالا و نادرستی به دست آید. در مواقع غیرضروری در ظرف را باز نکنید، تا از تبخیر مواد فرار و ورود احتمالی رطوبت جلوگیری شود. تنها زمانی که دمای نمونه حداقل 56°C پایین‌تر از نقطه اشتعال مورد انتظار باشد، اقدام به انتقال نمونه کنید. تا حد امکان سعی کنید اندازه‌گیری نقطه اشتعال، اولین آزمون انجام شده بر روی نمونه باشد و نمونه را در دمای پایین نگه‌داری کنید.

یادآوری- دمای مناسب برای نگه‌داری نمونه دمای معمولی اتاق یا پایین‌تر از آن می‌باشد.

۴-۷ نمونه‌ها را در ظروفی نگه‌داری کنید که امکان نشت نمونه و بخارات آن به بیرون نباشد. نتایج آزمون نمونه‌های موجود در ظروف نشت‌دار، مشکوک هستند و معتبر نمی‌باشند.

۵-۷ امکان دارد هیدروکربن‌های سبکی نظیر پروپان یا بوتان به صورت گاز حضور داشته باشند ولی به دلیل تبخیر در ضمن نمونه برداری یا پرکردن ظرف آزمون، در آزمون تشخیص داده نشوند. این موضوع به ویژه در مورد پسماندهای سنگین یا آسفالت‌های حاصل از فرآیندهای استخراج با حلال، مشهود است.

۶-۷ نمونه‌هایی با گرانیوی خیلی زیاد را می‌توان پیش از شروع آزمون گرم کرد تا به صورت سیال درآیند. هر چند هیچ نمونه‌ای نباید بیش از حد لازم گرم شود. هرگز نمونه را بیش از 56°C پایین‌تر از نقطه اشتعال مورد انتظار گرم نکنید. چنانچه نمونه بیش از این دما گرم شود، قبل از انتقال باید دمای آن حداقل تا 56°C پایین‌تر از نقطه اشتعال سرد شود.

یادآوری- معمولاً در ضمن گرم کردن، در ظروف این نوع نمونه‌ها بسته است.

۷-۷ نمونه‌های حاوی آب حل شده یا آزاد را با استفاده از کلسیم کلرید یا صاف کردن آن‌ها با کاغذ صافی (برای کاربردهای کیفی) و یا یک تکه پنبه جاذب رطوبت، آب‌گیری کنید. نمونه‌هایی با گرانیوی خیلی زیاد را قبل از صاف کردن تا زمانی که سیال شوند، گرم کنید. نمونه‌ها نباید برای مدت طولانی یا بیش از دمای 56°C پایین‌تر از نقطه اشتعال مورد انتظار گرم شوند.

یادآوری- اگر نمونه مشکوک به آلودگی مواد فرار است، اقدامات ذکر شده در بند ۶-۷ و ۷-۷ باید حذف شوند.

۸ آماده سازی دستگاه

۱-۸ دستگاه دستی یا خودکار را روی یک سطح تراز و ساکن (مانند یک میز) قرار دهید.

۲-۸ آزمون‌ها باید در محیطی بدون جریان هوا^۱ انجام شوند. نتایج حاصل از آزمون‌های انجام شده در زیر هود آزمایشگاهی یا هر مکانی که دارای جریان هوا است، معتبر نیستند.

یادآوری ۱- برای جلوگیری از پراکنده شدن بخارهای بالای ظرف آزمون توسط جریان هوا، استفاده از یک حفاظ پیشنهاد می‌شود. این حفاظ باید حداقل سه طرف ظرف آزمون را بپوشاند. بعضی از دستگاه‌ها ممکن است شامل این حفاظ باشند.

یادآوری ۲- در مورد نمونه‌هایی که بخارها یا فراورده‌های حاصل از تجزیه گرمایی آن‌ها ناخوشایند است، می‌توانید دستگاه را به همراه یک حفاظ، زیر هود قرار دهید که جریان داخل آن طوری تنظیم شده باشد که بدون ایجاد جریان هوا در بالای ظرف نمونه (طی افزایش دما در 56°C پایانی آزمون قبل از نقطه اشتعال) بخارهای حاصل از نمونه را خارج کند.

۳-۸ به منظور زدودن آثار باقی‌مانده از آزمون قبلی در ظرف آزمون، آن را با حلال شستشو بشوید. در صورت وجود رسوب کربن، آن را با ماده‌ای نظیر پشم فولادی^۲ با درجه نرم پاک کنید. قبل از استفاده مجدد از ظرف آزمون، از تمیز و خشک بودن آن مطمئن شوید. در صورت لزوم، ظرف آزمون را با آب سرد بشوید و برای چند دقیقه بر روی شعله یا صفحه گرم‌کن خشک کنید تا آخرین آثار حلال و آب از بین برود. ظرف آزمون را قبل از استفاده حداقل تا 56°C پایین‌تر از نقطه اشتعال مورد انتظار، سرد کنید.

۴-۸ وسیله اندازه‌گیری دما را در وضعیت عمودی طوری قرار دهید که انتهای آن با فاصله $(\pm 0.1) \text{mm}$ بالاتر از کف ظرف آزمون و در نقطه‌ای بین مرکز و لبه ظرف، روی قطر عمود برکمان (یا خط) عبور شمعی و در سمت مقابل محل قرار گیری شمعی باشد. همچنین می‌توان وسیله‌های اندازه‌گیری الکترونیکی دما را در وضعیت غیر عمودی قرار داد به شرطی که عملکرد آن مطابق با الزامات بند ۳-۶ باشد.

یادآوری ۱- زمانی که دماسنج IP یا ASTM به طور مناسب در داخل ظرف نمونه قرار گیرد، خط غوطه‌وری حک شده بر روی دماسنج $(\pm 0.1) \text{mm}$ پایین‌تر از خط نشانه جداره ظرف خواهد بود.

یادآوری ۲- برخی از دستگاه‌های خودکار قابلیت قراردادن وسیله اندازه‌گیری دما را به صورت خودکار دارا می‌باشند. برای نصب و تنظیم مناسب به دستورالعمل سازنده دستگاه مراجعه کنید.

۵-۸ به منظور کالیبراسیون، بازبینی و به‌کارگیری دستگاه دستی یا خودکار، مطابق دستورالعمل‌های سازنده دستگاه عمل کنید.

1- Draft-free room
2- Steel wool

۹ کالیبراسیون و استانداردسازی

۱-۹ سیستم آشکارسازی دستگاه اندازه‌گیری نقطه اشتعال خودکار را هنگام استفاده، مطابق با دستورالعمل سازنده دستگاه تنظیم کنید.

۲-۹ وسیله اندازه‌گیری دما را مطابق با دستورالعمل سازنده دستگاه کالیبره کنید.

۳-۹ عملکرد دستگاه دستی یا خودکار را حداقل یک‌بار در سال با تعیین نقطه اشتعال یک ماده مرجع گواهی شده^۱ (پیوست ب)، به گونه‌ای که نقطه اشتعال آن‌ها به‌طور مناسبی به گستره دمایی نمونه‌های مورد آزمون نزدیک باشند، بررسی کنید.

۴-۹ زمانی که عملکرد دستگاه تایید شد، نقطه اشتعال استانداردهای کاری ثانویه^۲ (SWSs) همراه با محدوده‌ی کنترلی آن‌ها می‌توانند تعیین شوند. این مواد ثانویه را می‌توان بعداً برای کنترل عملکرد دستگاه، به‌طور متناوب و با دفعات بیشتر مورد استفاده قرار داد (پیوست ب را ببینید).

یادآوری- سیال تایید کننده ماده‌ای است با دمای اشتعال از پیش تعیین شده در آزمون‌های بین آزمایشگاهی، که برای تایید عملکرد مناسب دستگاه استفاده می‌شود. چنانچه نتیجه بررسی خارج از تجدید پذیری ذکر شده باشد، آزمون کننده باید کالیبراسیون را طبق دستورالعمل سازنده دستگاه انجام دهد.

۵-۹ اگر نقطه اشتعال به‌دست آمده در گستره ذکر شده در بندهای ۳-۹ یا ۴-۹ نبود، وضعیت و عملکرد دستگاه را کنترل کنید تا از مطابقت آن با جزییات ذکر شده در پیوست الف، به‌خصوص در مورد محل قرارگیری وسیله اندازه‌گیری دما، کارکرد شمعی آزمون و نرخ گرم شدن مطمئن شوید. پس از تنظیم دستگاه، آزمون را با توجه ویژه به جزییات روش آزمون که در بند ۱۰ شرح داده شده، با یک آزمون جدید تکرار کنید. (۳-۹ را ببینید)

۱۰ روش انجام آزمون

۱-۱۰ دستگاه دستی

۱-۱-۱۰ ظرف آزمون را با نمونه پر کنید؛ به‌طوری‌که قسمت فوقانی هلال آزمون هم سطح خط نشانه ظرف آزمون شود. سپس آن را بر روی مرکز صفحه‌ی گرم‌کن قرار دهید. دمای ظرف آزمون و نمونه باید حداقل 56°C پایین‌تر از نقطه اشتعال مورد انتظار باشد. اگر آزمون به بیش از خط نشانه ریخته شد، آن را با استفاده از یک سرنگ یا وسیله مناسب دیگر به گونه‌ای خارج کنید که سطوح بیرونی ظرف آزمون آغشته نشود (در صورت آغشته شدن سطح بیرونی ظرف آزمون به نمونه، آن را خالی، تمیز و دوباره پر کنید). هرگونه حباب هوا یا کف موجود بر

¹ CRM (Certificated Reference Material)

² SWSs (Secondary Working Standards)

روی سطح آزمون را با یک وسیله تیز مناسب از بین ببرید و مجدداً سطح آزمون را تنظیم کنید. (چنانچه در مراحل پایانی آزمون هنوز کف وجود داشت، آزمون را خاتمه دهید و نتایج را در نظر نگیرید.)

۱۰-۱-۲ مواد جامد نباید در ظرف آزمون قرار گیرند. نمونه‌های جامد یا دارای گرانیوی بالا باید قبل از ریخته شدن در ظرف آزمون، گرم شوند تا به حالت سیال درآیند. دمای نمونه در حین گرم شدن نباید از 56°C پایین‌تر از نقطه اشتعال مورد انتظار بیشتر شود.

۱۰-۱-۳ شمعی را روشن کنید و قطر آن را به اندازه‌ی $3,2\text{mm}$ تا $4,8\text{mm}$ یا به اندازه مهره مقایسه (اگر بر روی دستگاه نصب شده باشد) تنظیم کنید. (پیوست الف را ببینید) هشدار ۱- فشار گاز وارد شده به شمعی دستگاه نباید بیشتر از 3 kPa شود.

هشدار ۲- هنگام استفاده از شعله گاز در آزمون احتیاط کنید. اگر شمعی خاموش شود بخارهای داخل ظرف نمونه را شعله‌ور نخواهد کرد و اگر گاز شمعی وارد فضای بخار شود بر روی نتیجه آزمون تاثیر خواهد گذاشت.

هشدار ۳- آزمون کننده باید مراقب باشد و تمام موارد ایمنی لازم را در اولین ورود و عبور شمعی از روی سطح نمونه در نظر گیرد، زیرا ممکن است نمونه‌های حاوی مواد فرار و نقطه اشتعال پایین، هنگام اولین ورود شمعی به طور غیر عادی اشتعال شدیدی را ایجاد کنند. (برای احتیاط بیشتر در مورد نمونه‌های مجهول یا مشکوک توصیه اکید می‌شود اشتعال آزمون در ابتدای آزمون و قبل از شروع گرم کردن نمونه یک بار در دمای اتاق با شمعی، اشتعال آزمون بررسی شود.)

هشدار ۴- برای ایمنی بیشتر هنگام استفاده از دستگاه دستی یا خودکار اکیدا توصیه می‌شود، برای بررسی حضور مواد فرار غیرعادی در ابتدای آزمون و قبل از شروع گرم کردن ظرف آزمون، در دمای اتاق، شمعی را یک بار از روی آزمون عبور دهید.

هشدار ۵- آزمون کننده باید اقدامات ایمنی مناسب را انجام دهد. گرم کردن نمونه تا 400°C می‌تواند بسیار خطرناک باشد.

یادآوری- در مراحل ابتدایی گرمادهی، عبور شمعی آزمون در تعیین وجود مواد فرار احتمالی در آزمون، مفید است. یک روش معمول و توصیه شده، عبور شمعی آزمون در آغاز گرمادهی و سپس در هر 10°C تا رسیدن به دمای استاندارد شروع آزمون برای کاربرد شمعی می‌باشد. (بند ۱۰-۱-۵ را ببینید)

۱۰-۱-۴ در ابتدا، نرخ گرم کردن را در حدود 5°C تا 17°C در دقیقه تنظیم کنید. هنگامی که دمای آزمون تقریباً به 56°C پایین‌تر از نقطه اشتعال مورد انتظار رسید، نرخ گرم کردن را کم کنید تا در 28°C پایانی قبل از مشاهده نقطه اشتعال، سرعت افزایش دما 5°C تا 6°C در دقیقه باشد.

یادآوری- برای مواد با نقطه اشتعال پایین یا گرانیوی بالا توصیه می‌شود از شروع تا پایان آزمون سرعت افزایش دما در حدود 5°C تا 6°C در دقیقه باشد.

۱۰-۱-۵ هنگامی که دمای نمونه تقریباً به 28°C پایین‌تر از نقطه اشتعال مورد انتظار رسید، شمعی آزمون را از سطح نمونه عبور دهید و پس از آن با هر 2°C افزایش دما، این کار را تکرار کنید. شمعی آزمون را از مرکز ظرف آزمون با زاویه درست نسبت به قطری که از میان وسیله اندازه گیری دما می‌گذرد عبور دهید. با حرکتی آرام و

پیوسته، شعله را در امتداد یک خط راست یا کمانی با حداقل شعاع (1 ± 0.15) mm عبور دهید. مرکز شمعک آزمون باید در یک صفحه افقی و با حداکثر فاصله 2 mm از لبه ظرف آزمون و فقط در یک جهت عبور کند. هنگام استفاده بعدی از شمعک، آن را در جهت مخالف کاربرد قبلی عبور دهید. مدت زمان عبور از روی ظرف آزمون باید تقریباً (1 ± 0.1) s باشد.

یادآوری ۱- بعضی از دستگاه‌های خودکار، شمعک آزمون را فقط در یک جهت عبور می‌دهند. معمولاً دستگاه‌هایی که به این شیوه عمل می‌کنند، گاز شعله‌ی شمعک را پس از هر کاربرد قطع می‌کنند و بدون ایجاد جریان هوا در نزدیکی و بالای ظرف آزمون، شمعک را به موقعیت اولیه برمی‌گردانند. شعله شمعک قبل از کاربرد بعدی دوباره به روشی که هیچ سوخت گازی وارد فضای بخار ظرف آزمون نشود، روشن می‌گردد.

یادآوری ۲- هنگام اندازه‌گیری نقطه‌ی اشتعال نمونه‌های آسفالتی، توصیه می‌شود لایه تشکیل شده در سطح آزمون را قبل از هر بار استفاده از شمعک با دقت کامل به وسیله قاشقک^۱ کنار بزنید. در صورت عدم انجام این کار، نقطه اشتعال در دمای بیشتری مشاهده می‌شود.

یادآوری ۳- برای برطرف کردن لایه تشکیل شده در سطح نمونه به پیوست پ مراجعه کنید.

۱۰-۱-۶ در 28°C پایانی افزایش دما قبل از نقطه اشتعال مورد انتظار، مراقب باشید که با حرکت سریع شمعک و یا جریان هوا، بخارهای تشکیل شده روی سطح آزمون پراکنده نشوند.

۱۰-۱-۷ اگر در 28°C پایانی افزایش دما قبل از نقطه اشتعال مورد انتظار، هنوز روی سطح آزمون کف وجود داشت، آزمون را پایان دهید و نتایج را در نظر نگیرید.

۱۰-۱-۸ برای دستیابی به نتایج مناسب، توجه دقیق به همه جزئیات مربوط به شمعک آزمون، اندازه شعله، سرعت افزایش دما و سرعت عبور شعله از روی آزمون ضروری است.

۱۰-۱-۹ هنگامی که دمای نقطه اشتعال مورد انتظار نمونه مشخص نیست، دمای آزمون را به حداکثر 50°C برسانید یا اگر نمونه برای انتقال به ظرف آزمون به گرم کردن نیاز دارد، آزمون را تا کم‌ترین دمای لازم برای سیال شدن حرارت دهید. شمعک را به روشی که در بند ۱۰-۱-۵ توضیح داده شده است، حداقل 5°C بالاتر از دمای شروع آزمون، از روی سطح آزمون عبور دهید. گرم کردن آزمون را به طوری که دما در هر دقیقه 5°C تا 6°C افزایش یابد ادامه دهید. آزمون را هر 2°C به روشی که در بند ۱۰-۱-۵ توضیح داده شد مورد آزمون قرار دهید تا نقطه اشتعال به دست آید.

یادآوری - نتایج به دست آمده از نمونه‌هایی با نقطه اشتعال نامشخص باید تقریبی در نظر گرفته شوند. این مقدار هنگامی که یک آزمون جدید از همان نمونه با این روش، مورد آزمون مجدد قرار می‌گیرد، می‌تواند به عنوان نقطه اشتعال مورد انتظار در نظر گرفته شود.

۱۰-۱-۱۰ هنگامی که عبور شمعک باعث درخشش واضحی داخل ظرف آزمون شود و یا شعله بزرگی به سرعت بر روی سطح نمونه گسترش یابد، دمای آزمون باید بلافاصله به عنوان دمای نقطه اشتعال مشاهده و ثبت شود.

۱۱-۱-۱۰ زمانی که منبع اشتعال، شعله گاز باشد، پیش از رسیدن به نقطه اشتعال و به دلیل حرارت اضافی داده شده به بخشی از سطح آزمون، ممکن است یک هاله آبی رنگ یا شعله کوچک در یک بخش کوچک از آزمون ایجاد شود^۱ که نباید نقطه اشتعال در نظر گرفته شود.

۱۲-۱-۱۰ اگر در اولین کاربرد شمعک آزمون، نقطه اشتعال یا نقطه آتش‌گیری مشاهده شد، باید آزمون را متوقف کنید و نتایج را نادیده بگیرید (بند ۱۰-۱-۵ را ببینید)، آزمون را با آزمون جدید تکرار کنید. دمای اولین عبور شمعک آزمون برای آزمون جدید باید حداقل 28°C پایین‌تر از دمای اشتعال مشاهده در شرایط آزمون اول باشد.

۱۳-۱-۱۰ پس از پایان آزمون و قطع گرمادهی، هنگامی که دمای دستگاه تا حدی که بتوان آن را با رعایت ایمنی جابجا کرد، پایین آمد (کمتر از 60°C)، ظرف آزمون را بردارید و آن را همراه با دستگاه، طبق توصیه سازنده دستگاه تمیز کنید.

یادآوری - هنگام تمیز کردن دستگاه، مراقب باشید تا به سیستم آشکارساز اشتعال خودکار و وسیله اندازه‌گیری دما آسیبی نرسد یا جابجا نشوند. برای مراقبت و نگهداری مناسب از دستگاه، دستورالعمل سازنده دستگاه را مطالعه کنید.

۱۴-۱-۱۰ برای اندازه‌گیری نقطه آتش‌گیری، بعد از ثبت نقطه اشتعال، گرمادهی به آزمون را ادامه دهید، به طوری که دمای آزمون در هر دقیقه 5°C تا 6°C افزایش یابد. شمعک آزمون را در فواصل دمایی 2°C (طبق بند ۱۰-۱-۵) از سطح آزمون عبور دهید تا آزمون شعله‌ور شود و حداقل به مدت پنج ثانیه به سوختن ادامه دهد. دمای آزمون در زمان شعله‌ور شدن را به عنوان نقطه آتش‌گیری ثبت کنید.

۱۵-۱-۱۰ پس از پایان آزمون و قطع گرمادهی، هنگامی که دمای دستگاه تا حدی که بتوان آن را با ایمنی جابجا کرد، پایین آمد (کمتر از 60°C) ظرف آزمون را بردارید و آن را همراه با دستگاه، طبق توصیه سازنده دستگاه تمیز کنید.

۲-۱۰ دستگاه خودکار

۱-۲-۱۰ دستگاه خودکار باید قابلیت انجام روش را طبق بند ۱۰-۱ (شامل کنترل نرخ گرمادهی، عبور شمعک، تشخیص و ثبت نقطه اشتعال یا نقطه آتش‌گیری یا هر دو) دارا باشد.

۱۰-۲-۲ ظرف آزمون را با نمونه پرکنید به طوری که قسمت فوقانی هلال آزمون هم سطح خط نشانه ظرف آزمون شود، سپس آن را بر روی مرکز صفحه گرم‌کن قرار دهید. دمای ظرف آزمون و نمونه باید حداقل 56°C پایین‌تر از نقطه اشتعال مورد نظر باشد. اگر آزمون اضافی در ظرف ریخته شد آن را با استفاده از یک سرنگ یا وسیله مناسب دیگر خارج کنید. اگر نمونه بر روی سطح بیرونی ظرف آزمون ریخته شد، آن را خالی، تمیز و دوباره پرکنید. هرگونه حباب یا کف موجود بر روی سطح آزمون را با یک وسیله تیز مناسب از بین ببرید و مجدداً سطح مورد نیاز آزمون را تنظیم کنید. چنانچه در مراحل پایانی آزمون هنوز کف وجود داشت آزمون را پایان دهید و از نتایج صرف نظر کنید.

۱۰-۲-۳ نمونه‌های جامد یا با گرانبوی بالا باید قبل از ریخته شدن در ظرف آزمون، گرم شوند تا به حالت سیال درآیند. دمای نمونه گرم شده باید حداقل 56°C پایین‌تر از نقطه اشتعال مورد انتظار باشد.

۱۰-۲-۴ شمعک را روشن کنید و قطر آن را به اندازه‌ی $3/2\text{mm}$ تا $4/8\text{mm}$ یا به اندازه مهره مقایسه (اگر بر روی دستگاه نصب شده باشد) تنظیم کنید. (پیوست الف را ببینید)
هشدار ۱- فشار گاز وارد شده به دستگاه نباید بیشتر از 3 kPa شود.

هشدار ۲- هنگام استفاده از شعله گاز در آزمون، احتیاط کنید. اگر شمعک خاموش شود بخارهای داخل ظرف نمونه را شعله‌ور نخواهد کرد و اگر گاز شمعک وارد فضای بخار شود بر روی نتیجه آزمون تاثیر خواهد گذاشت.

هشدار ۳- آزمون کننده باید مراقب باشد و تمام موارد ایمنی لازم را در اولین ورود و عبور شمعک از روی سطح نمونه در نظر گیرد، زیرا ممکن است نمونه‌های حاوی مواد فرار و نقطه اشتعال پایین، هنگام اولین ورود شمعک به طور غیر عادی اشتعال شدیدی را ایجاد کنند. (برای احتیاط بیشتر در مورد نمونه‌های مجهول یا مشکوک توصیه اکید می‌شود در ابتدای آزمون و قبل از شروع گرم کردن یک بار در دمای اتاق با شمعک، اشتعال آزمون بررسی شود).

هشدار ۴- آزمون کننده باید مراقب باشد و اقدامات ایمنی مناسب را هنگام انجام این روش آزمون به کار گیرد. انجام این آزمون ضمن افزایش دما تا 400°C خطرناک است.

یادآوری ۱- بعضی از دستگاه‌های خودکار می‌توانند در مراحل اولیه گرمادهی، شمعک آزمون را از سطح نمونه عبور دهند.

یادآوری ۲- بعضی از دستگاه‌های خودکار می‌توانند شعله را به طور خودکار روشن کنند، در این حالت اندازه شعله از پیش تنظیم شده است.

یادآوری ۳- نمونه‌های حاوی بیش از یک درصد مواد سیلیکونی در شرایط آزمون می‌توانند بر روی حلقه تشخیص نقطه اشتعال (مورد استفاده در دستگاه‌های خودکار) با ایجاد لایه، رسوب تشکیل دهند و منجر به ثبت نتایج نادرستی در این آزمون شوند. بنابراین در این موارد توصیه می‌شود از روش دستی آزمون نقطه اشتعال استفاده شود. حلقه تشخیص نقطه اشتعال مشکوک را می‌توان با یک حلال مناسب تمیز کرد.

۱۰-۲-۵ دستگاه خودکار را طبق دستورالعمل سازنده دستگاه روشن کنید. دستگاه باید جزییات ذکر شده در بندهای ۱۰-۱-۴ تا ۱۰-۱-۱۵ را دارا باشد.

۱۱ محاسبات

۱-۱۱ در هنگام انجام آزمون، فشار محیط را مشاهده و ثبت کنید. در صورتی که فشار با 101.3 kPa اختلاف داشت، نقطه اشتعال یا نقطه آتش‌گیری یا هر دو را به صورت زیر تصحیح کنید:

$$\text{نقطه اشتعال تصحیح شده} = C + 0.25(101.3 - P)$$

$$\text{نقطه اشتعال تصحیح شده} = C + 0.33(760 - P')$$

که در آن:

C نقطه اشتعال مشاهده شده بر حسب درجه سلسیوس؛

P فشار محیط بر حسب کیلو پاسکال (kPa).

P' فشار محیط بر حسب میلی‌متر جیوه (mmHg).

یادآوری - فشار هوای مورد استفاده در این محاسبات، فشار محیط آزمایشگاه در هنگام انجام آزمون می‌باشد. به منظور خواندن فشار، فشار سنج‌های بدون سیال^۱ (نظیر فشارسنج‌هایی که در ایستگاه‌های هواشناسی و فرودگاه‌ها استفاده می‌شوند) را به کار نبرید. چون این فشار سنج‌ها از قبل برای دستیابی به ارقام مربوط به سطح دریا تصحیح شده‌اند و قرائت‌های صحیح مربوط به این آزمون را ارائه نخواهند داد.

۲-۱۱ مقادیر نقطه اشتعال یا آتش‌گیری را پس از تصحیح (بند ۱۲-۱) با تقریب 1°C گرد و ثبت کنید.

۱۲ گزارش آزمون

۱-۱۲ مقادیر تصحیح شده نقطه اشتعال یا نقطه آتش‌گیری یا هر دو را به صورت زیر با ذکر شماره این استاندارد ملی، برای آزمون گزارش کنید:

« نقطه اشتعال به روش باز کلیولند » یا « نقطه آتش‌گیری به روش باز کلیولند »

۱۳ دقت و اریبی^۲

۱-۱۳ دقت

دقت این روش آزمون با استفاده از بررسی‌های آماری انجام شده بر روی نتایج آزمون‌های بین آزمایشگاهی، به شرح زیر است:

1- Aneroid barometers
2- Bias

۱-۱-۱۳ تکرارپذیری^۱

اختلاف بین نتایج متوالی بدست آمده توسط یک آزمایشگر با یک دستگاه، در شرایط کاری ثابت بر روی نمونه‌ی یکسان، در آزمون‌های مکرر مطابق این روش آزمون، تنها یک مورد از هر ۲۰ مورد، مجاز است از مقادیر زیر بیشتر شود:

نقطه اشتعال :	۸°C
نقطه آتش‌گیری :	۸°C

۲-۱-۱۳ تجدید پذیری^۲

اختلاف بین دو نتیجه مجزا و مستقل به دست آمده توسط آزمایشگرهای مختلف در آزمایشگاه‌های متفاوت بر روی نمونه‌ی یکسان، در آزمون‌های مکرر مطابق این روش آزمون، تنها در یک مورد از هر ۲۰ مورد، مجاز است از مقادیر زیر بیشتر شود:

نقطه اشتعال :	۱۸°C
نقطه آتش‌گیری :	۱۴°C

۲-۱۳ اطلاعات مربوط به دقت نقطه آتش‌گیری مشخص نشده‌است.

یادآوری ۱- نقطه آتش‌گیری معمولاً تعیین نمی‌شود، اگرچه ممکن است در مواردی مورد نیاز باشد. بنابراین در برنامه‌های رایج آزمون بین آزمایشگاهی تعیین نشده است.

یادآوری ۲- برای نمونه‌های آسفالتی که لایه سطحی تشکیل می‌دهند، دقت تعیین نمی‌شود.

یادآوری ۳- برای نمونه‌های آسفالتی که دستورالعمل گفته شده در پیوست پ در مورد آن‌ها به کار رفته است، دقت تعیین نمی‌شود.

۳-۱۳ اریبی

روش انجام این آزمون هیچ اریبی ندارد، زیرا نقطه اشتعال و نقطه آتش‌گیری فقط از طریق این روش می‌توانند تعیین شوند.

۴-۱۳ اریبی نسبی^۱

ارزیابی آماری اطلاعات، اختلاف معناداری بین واریانس تجدیدپذیری نتایج نقطه اشتعال به دست آمده از دستگاه‌های کلیولند دستی و خودکار (به استثناء روغن روان کننده چند درجه‌ای^۲ و روغن‌های سفید^۳) نشان نداده است. همچنین ارزیابی اطلاعات، اختلاف معناداری بین میانگین نتایج نقطه اشتعال به دست آمده از دستگاه‌های کلیولند دستی و خودکار (به استثناء روغن روان کننده چند درجه‌ای و پارافین مایع) نشان نداد. در صورت بروز اختلاف، نقطه اشتعال تعیین شده به روش دستی باید به عنوان آزمون مرجع در نظر گرفته شود.

۵-۱۳ اطلاعات مربوط به دقت نقطه اشتعال، طبق برنامه‌ای با استفاده از هفت نمونه شامل: روغن‌های پایه، آسفالت و روغن‌های روان کننده به دست آمد. پنج آزمایشگاه با دستگاه دستی و هشت آزمایشگاه با تجهیزات خودکار در این برنامه شرکت نمودند.

1- Relative bias

2 -Multi-viscosity lubricating oil

3 White mineral oil

پیوست الف

(الزامی)

دستگاه اندازه‌گیری نقطه اشتعال به روش باز کلیولند

الف-۱ ظرف آزمون

ظرف آزمون به همراه ابعاد آن در شکل ۳ نشان داده شده است. این ظرف باید از جنس برنج یا سایر فلزات ضدزنگ با هدایت گرمایی معادل باشد. ظرف آزمون ممکن است به یک دستگیره نیز مجهز باشد.

الف-۲ صفحه گرم‌کن

برای اطمینان از این که گرما تا حد امکان فقط به کف ظرف آزمون می‌رسد، صفحه گرم‌کن باید دارای ابعاد و هدایت گرمایی مناسب باشد. یک نمونه از دستگاه دستی که از چراغ بونزن یا المنت‌های حرارتی الکتریکی رو باز استفاده می‌کند در شکل ۲ نشان داده شده است.

الف-۳ منبع اشتعال

منبع اشتعال می‌تواند از هر نوع مناسبی باشد. پیشنهاد می‌شود به هنگام استفاده از شعله (شمعک)، قطر نوک آن در انتها (1.6 ± 0.05) mm و قطر روزنه تقریباً (0.8 ± 0.05) mm باشد. ممکن است وسیله‌ای برای راه‌اندازی شعله به نحوی نصب شود که حرکت رفت و برگشت آن را به‌طور خودکار امکان‌پذیر کند، در حالی که شعاع نوسان کمتر از ۱۵۰ mm نباشد. مرکز شعله آزمون باید به نحوی قرار گیرد تا در سطحی با فاصله حداکثر ۲ mm از بالای ظرف آزمون نوسان کند. بهتر است مهره‌ای به قطر ۳/۲ mm تا ۴/۸ mm در موقعیت مناسبی بر روی دستگاه نصب شود تا بتوان اندازه شمعک را با آن مقایسه کرد.

یادآوری - در زمان آزمون در صورت خاموش شدن شمعک، برای روشن کردن مجدد آن می‌توان از وسیله‌ای نظیر افروزک^۱ استفاده کرد. این وسیله باید طوری طراحی و استفاده شود که تا روشن شدن مجدد شعله آزمون، گاز نسوخته در بالای ظرف آزمون منتشر نشود.

الف-۴ گرم‌کن

گرما می‌تواند از هر منبع مناسبی تامین شود. استفاده از یک مشعل گازی یا چراغ الکلی مجاز است، اما در هیچ شرایطی نباید اجازه داده شود که فراورده‌های ناشی از سوختن یا شعله آزاد، به ظرف آزمون برسد. استفاده از گرم‌کن الکتریکی که به صورت خودکار یا توسط کاربر کنترل گردد، ارجحیت دارد. منبع گرما باید بدون

^۱ Pilot flame

هیچ‌گونه گرمادهی اضافی در زیر صفحه گرم‌کن قرار گیرد. گرم‌کن‌های نوع شعله‌ای را می‌توان به وسیله هرنوع حفاظ مناسبی که از سطح فوقانی صفحه گرم‌کن بالاتر نباشد، از جریان هوا یا تابش اضافی محافظت کرد.

الف-۵ نگره‌دارنده وسیله اندازه‌گیری دما

هر ابزار مناسبی که وسیله اندازه‌گیری دما را در زمان آزمون در وضعیت تعیین شده نگره‌دارد و نیز انتقال آسان آن را پس از پایان آزمون میسر سازد، می‌تواند استفاده شود.

الف-۶ نگره‌دارنده صفحه گرم‌کن

هر نگره‌دارنده مناسبی که صفحه گرم‌کن را تراز و ثابت نگره‌دارد، قابل استفاده است.

پیوست ب

(الزامی)

تایید عملکرد دستگاه

ب-۱ ماده مرجع گواهی شده (CRM)

ماده مرجع گواهی شده برای آزمون نقطه اشتعال، یک هیدروکربن پایدار و خالص (خلوص بالاتر از ۹۹ درصد مولی) یا فراورده نفتی پایدار، با نقطه اشتعال تعیین شده است که این نقطه اشتعال به روش ویژه‌ای از مطالعات بین آزمایشگاهی یا ISO Guide 34 و ISO Guide 35 بدست آمده است.

ب-۱-۱ نمونه‌ای از مقادیر نقطه اشتعال (تصحیح شده با توجه به فشار محیطی) برخی از مواد مرجع و گستره‌های مجاز آنها در جدول ب-۱ آمده است. تامین کنندگان مواد مرجع، گواهینامه‌هایی را ارائه می‌دهند که در آن، نقطه اشتعال برای هر سری تولیدی ذکر شده است.

جدول ب-۱- نمونه‌ای از مقادیر نقطه اشتعال و گستره مجاز برای CRM

هیدرو کربن	خلوص (mol%)	نقطه اشتعال ^a (°C)	گستره مجاز (°C)
تترا دکان نرمال	حداقل ۹۹	۱۱۵٫۵	±۸٫۰
هگزا دکان نرمال	حداقل ۹۹	۱۳۸٫۸	±۸٫۰

a - برای اطلاعات تکمیلی در این زمینه به گزارش تحقیقی ASTM RR:S15-1009 رجوع شود.

گستره مجاز سایر مواد مرجع را می‌توان از مقادیر تجدیدپذیری این روش آزمون، پس از کسر (تفریق) اثر بین آزمایشگاهی و سپس ضرب کردن در عدد ۰٫۷ محاسبه کرد.

یادآوری- گواهی عملکرد مواد مرجع گواهی شده باید قبل از استفاده مورد بررسی قرار گیرد، زیرا مقدار نقطه اشتعال هر دسته CRM بر حسب ترکیب متفاوت است.

ب-۲ استاندارد کاری ثانویه

استاندارد کاری ثانویه (SWS) یک هیدروکربن پایدار و خالص (خلوص بالاتر از ۹۹ درصد مولی) یا فراورده نفتی پایدار و با ترکیب مشخص است.

ب-۲-۱ با استفاده از روش‌های آماری استاندارد، میانگین نقطه اشتعال و گستره‌های کنترل آماری (۳σ) را برای استانداردهای کاری ثانویه تعیین کنید.

پیوست پ (اطلاعاتی)

روش پیش‌گیری از تشکیل لایه سطحی در هنگام تعیین نقطه اشتعال نمونه‌های آسفالتی

پ-۱ مقدمه

پ-۱-۱ این روش برای پیش‌گیری از تشکیل لایه سطحی در هنگام انجام آزمون نقطه اشتعال نمونه‌های آسفالتی توسط یک شرکت پالایشی^۱ ابداع شده است.

پ-۲ وسایل

پ-۲-۱ کاغذ صافی (برای کاربرد کیفی)

کاغذ صافی شماره ۴۱۷ (یا معادل آن) با قطر ۷/۵ cm.

پ-۲-۲ حلقه کششی نگه‌دانه^۲

یک سیم فلزی مدور می‌باشد که دو انتهای آن به طور مستقیم و موازی با یکدیگر به اندازه ۱۵ mm به سمت داخل خمیده شده است (شکل پ-۱ را ببینید). ابعاد سیم عبارتند از:

ضخامت: حدود ۲ mm؛

قطر خارجی: ۶۲ mm تا ۶۳ mm با دوانتهای خم شده به سمت داخل و به طول ۱۵ mm؛

طول کلی: حدود ۲۱۰ mm.

از یک قلاب معمولی با پوشش فلزی یا وسیله دیگر می‌توان برای ساختن حلقه کششی استفاده کرد.

پ-۲-۳ سوراخ کن

سوراخ کن یا وسیله مشابه که بتواند سوراخی به قطر ۶ mm در مرکز صافی ایجاد کند.

پ-۳ روش انجام آزمون

پ-۳-۱ مرکز کاغذ صافی را به وسیله خط‌کش مشخص کنید. با استفاده از سوراخ کن، در مرکز کاغذ صافی سوراخی به قطر ۶ mm ایجاد کنید.

¹ Imaran Hussami of Frontier El Dorado Refining Company

² Restraining tension-ring

پ-۳-۲ دور تا دور لبه‌های کاغذ صافی را به اندازه ۶ mm به سمت بالا خم کنید و آن را در کف ظرف آزمون تعیین نقطه اشتعال به نحوی قرار دهید که قسمت تا شده رو به بالا باشد (شکل پ-۱ را ببینید).

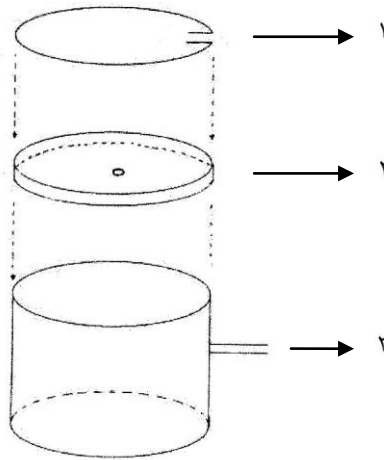
پ-۳-۳ حلقه کششی نگه‌دارنده را به آرامی روی قسمت خمیده کاغذ صافی در کف ظرف آزمون قرار دهید. این حلقه، در طول آزمون از حرکت کاغذ صافی به سمت بالا جلوگیری می‌کند.

پ-۳-۴ ظرف آزمون را با نمونه به نحوی پر کنید که سطح نمونه ۴mm تا ۵mm پایین‌تر از خط نشانه قرار گیرد. این عمل جبران آن مقدار از نمونه است که به وسیله کاغذ صافی جذب و طی آزمون آزاد می‌شود.

هشدار- پرکردن ظرف نمونه تا خط نشانه، می‌تواند موجب به دست آمدن نقاط اشتعال زود هنگام شود.

پ-۳-۵ آزمون را با استفاده از یک دستگاه دستی یا خودکار آغاز و نقطه اشتعال را تعیین کنید.

پ-۳-۵ نقطه اشتعال تصحیح شده با توجه به فشار محیط را با تقریب 1°C گزارش کنید.



راهنما:

۱ حلقه کششی نگه‌دارنده (قطر داخلی ۶۲ تا ۶۳ میلی‌متر)

۲ کاغذ صافی با لبه تا شده (۶ میلی‌متر لبه)

۳ ظرف آزمون باز کلیولند

شکل پ-۱- روش پیش‌گیری از تشکیل لایه سطحی در هنگام تعیین نقطه اشتعال نمونه‌های آسفالتی