



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۹۴۲

تجدید نظر اول

۱۳۹۲

INSO

2942

1st.Revision

2014

اندازه‌گیری نقطه آنیلین و نقطه آنیلین
مخلوط فرآورده‌های نفتی و حلال‌های
هیدروکربنی

**Determination of aniline point and mixed
aniline point of petroleum products and
hydrocarbon solvents**

ICS:71.080.01

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) 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
«اندازه‌گیری نقطه آنیلین و نقطه آنیلین مخلوط فرآورده‌های نفتی و حلال‌های هیدروکربنی»
(تجدیدنظر اول)

رئیس:

نظری، سیمین
(دکترای شیمی)

سمت و/یا نمایندگی

عضو هیات علمی دانشگاه آزاد اسلامی
واحد اهواز

دبیر:

حاتمی، امیر
(فوق لیسانس شیمی)

مدیرعامل شرکت پرشیا پژوهش شریف

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

احمدنژاد، سیدعبدالوهاب
(لیسانس نفت)

کارشناس شرکت نفت پاسارگاد

پولادزاده، اعظم
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

چرم زاده، مهرناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

دوستی خواه، سمیرا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

رافعی پور، مرجان
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکتدانش پیشرو اکسین

کارشناس شرکت پلرس خودرو

سبزی خباز، سینا
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت پارس فناوران
اروند

سیرکی، نرگس
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر تضمین کیفیت شرکت صنعتی دوده
فام

شادابی نژاد، مهسا
(فوق لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۲	۵ مواد و/یا واکنشگرها
۳	۶ وسایل
۴	۷ آماده سازی نمونه‌ها
۵	۸ روش انجام آزمون برای نقطه آنیلین
۵	۹ روش انجام آزمون برای نقطه آنیلین مخلوط
۵	۱۰ دقت و انحراف
۶	۱۱ گزارش آزمون
۷	پیوست الف (الزامی) روش آزمون الف
۹	پیوست ب (الزامی) روش آزمون ب
۱۲	پیوست پ (الزامی) روش آزمون پ
۱۴	پیوست ت (الزامی) روش آزمون ت
۱۵	پیوست ث (الزامی) روش آزمون ث

پیش گفتار

استاندارد "اندازه‌گیری نقطه آنیلین و نقطه آنیلین مخلوط فرآورده‌های نفتی و حلال‌های هیدروکربنی" نخستین بار در سال ۱۳۶۸ تدوین شد. این استاندارد بر اساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط سازمان ملی استاندارد ایران و تایید کمیسیون های مربوط، برای اولین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در یک‌هزار و دوپست و بیستمین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی مورخ ۹۲/۱۲/۰۷ 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 پیشرفت های 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 ارایه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۲۹۴۲ سال ۱۳۶۸ است.

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

ASTM D611: 2012, Standard Test Methods for Aniline Point and Mixed Aniline Point of Petroleum Products and Hydrocarbon Solvents 1

اندازه‌گیری نقطه آنیلین و نقطه آنیلین مخلوط فرآورده های نفتی و حلال‌های هیدروکربنی

هشدار - این استاندارد تمامی موارد ایمنی را بیان نمی‌کند. در صورت وجود چنین مواردی، وظیفه برقراری شرایط ایمنی و سلامتی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روشهای اندازه‌گیری نقطه آنیلین فرآورده‌های نفتی و حلالهای هیدروکربنی می‌باشد که به پنجروش زیر انجام می‌شود.

روش الف - برای نمونه‌های شفاف با نقطه جوش اولیه بالاتر از دمای اتاق و محیطی که نقطه آنیلین آن زیر نقطه حباب و بالاتر از نقطه جامد شدن مخلوط آنیلین-نمونه باشد، کاربرد دارد.

روش ب - یک روش فیلم نازک بوده، برای نمونه‌های بسیار تیره که با روش الف قابل آزمون نیستند، کاربرد دارد. **روش‌های پ و ت -** روش‌های پ و ت برای نمونه‌هاییکه در نقطه آنیلین ممکن است به مقدار زیادی تبخیر شوند و روش ت مخصوصا برای نمونه‌هاییکه به مقدار بسیار جزیی در دسترس می‌باشند کاربرد دارد.

روش ث - با استفاده از دستگاه اتوماتیک برای حدود ذکر شده در روشهای الف و ب کاربرد دارد. این استاندارد همچنین برای اندازه‌گیری نقطه آنیلین مخلوط فرآورده‌های نفتی و حلال‌های با نقطه آنیلین کمتر از دمای تبلور آنیلین از مخلوط آنیلین-نمونه کاربرد دارد. هیدروکربن کاربرد دارد.

نقطه آنیلین (یا نقطه آنیلین مخلوط) جهت تعیین نوع و گروه هیدروکربنهای خالص و نیز آنالیز مخلوط هیدروکربن‌ها مورد استفاده قرار می‌گیرد. هیدروکربن‌های آروماتیک دارای پایین‌ترین نقطه آنیلین بوده در صورتی که پارافین‌ها دارای بالاترین نقطه آنیلین می‌باشند. نقطه آنیلین سیکلوپارافین‌ها و الفین‌ها بین نقاط آنیلین پارافین‌ها و آروماتیک‌ها قرار دارند. نقطه آنیلین در سری دارای ترکیبات مشابه با زیاد شدن وزن ملکولی افزایش می‌یابد. باوجودیکه گاهی اوقات نقطه آنیلین و سایر خواص فیزیکی همراه سایر روشهای مربوطه در آنالیز هیدروکربن‌ها مورد استفاده قرار می‌گیرد، لیکن بیشترین استفاده نقطه آنیلین جهت تخمین مقدار هیدروکربن آروماتیک موجود در مخلوط‌ها می‌باشد.

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 جزیی 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 ایناستاندارد 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 ۲۰۳: سال ۱۳۸۰، فرآورده های نفتی - تعیین رنگ (مقیاس رنگ ASTM) روش آزمون

2-2 ASTM E1, Standard Specification for ASTM liquid-in-glass Thermometers

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود.

۱-۳

نقطه آنیلین

عبارت است از حداقل دمای تعادل محلول برای حجم‌های مساوی از آنیلین و نمونه.

۲-۳

نقطه آنیلینمخلوط

عبارت است از حداقل دمای تعادل محلول مخلوطی از دو حجم آنیلین، یک حجم نمونه و یک حجم هپتان نرمال با درجه خلوص معین.

۴ اصول آزمون

حجم‌های معین از آنیلین و نمونه یا آنیلین-نمونه همراه با هپتانرمال را در یک لوله آزمایش ریخته، با همزن مکانیکی مخلوط می‌شود. مخلوط با سرعت کنترل شده گرم شود تا دو فاز، کاملاً مخلوط شوند. سپس مخلوط با سرعت کنترل شده خنک می‌شود تا دو فاز مجدداً جدا شوند. این دما که در آن، دو فاز جدا می‌شوند، بعنوان نقطه آنیلین یا نقطه آنیلین مخلوط ثبت می‌شود.

۵ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۵ آنیلین، باید آنقدر خالص باشد که هنگامی که با هپتان نرمال طبق بند ۸ مورد آزمون قرار می‌گیرد، نقطه آنیلین $(69.3 \pm 0.2)^\circ\text{C}$ به دست آید ضمن اینکه میانگین دو آزمون مستقل اختلافی بیش از 0.1°C نداشته باشند. چنانچه نقطه آنیلین هپتان، بیشتر از مقدار آن در این استاندارد باشد، می‌توان آنیلین را با تقطیر خشک کرد. طوری که ۱۰٪ اول و آخر آن دور ریخته شود. اگر نقطه آنیلین کمتر باشد، می‌توان تا رسیدن آنیلین به این استاندارد به آن آب افزود.

هشدار - آنیلین را به علت مسمومیت شدید نباید مستقیماً با دهان برداشت؛ آنیلین همچنین به علت جذب از طریق پوست، هر چند به مقدار کم، سمی است و از این رو باید کاملاً با احتیاط استفاده شود.

یادآوری ۱- طبق بررسی‌ها حدوداً ۴۰۰ قسمت در میلیون تا ۱۴۰۰ قسمت در میلیون آب در آنیلین مورد نیاز است تا با ویژگی‌های هپتان برابری کند.

یادآوری ۲- به عنوان روش دیگری در تقطیر آنیلین برای روز مصرف، می‌توان آنیلین را مطابق بند ۵-۱ تقطیر نموده و مواد تقطیر شده را در آمپولهایی قرار داد. آمپولها را تحت خلا یا ازت خشک درزبندی و آنها را در جای تاریک و سرد برای کاربردهای آینده نگهداری کرد. به صورت جایگزین مجاز است مواد تقطیر شده، تحت نیتروژن خشک در بطری شیشه‌ای یا آمپول‌های یک‌بار مصرف در محلی سرد و تاریک نگهداری شود. به هر حال باید با دقت احتیاط نمود تا از آلودگی با رطوبت محیط مصون بماند (یادآوری بند ۶-۱) تحت چنین شرایطی قبول شده است که آنیلین برای مدت ۶ ماه بدون تغییر باقی بماند.

۲-۵ کلسیم سولفات بدون آب

۳-۵ هپتان نرمال، با درجه اسپکتروسکوپی یا HPLC

هشدار-هپتان نرمال قابل اشتعال بوده و استشمام آن مضر است. دور از حرارت، جرقه و شعله باز، نگهداری شود. درپوش ظرف نگهدارنده را بسته نگاه دارید. از تهویه مناسب هوا انجام استفاده کنید. از تنفس طولانی مدت بخارات آن خودداری کنید. از تماس طولانی مدت یا مکرر با پوست خودداری کنید.

۶ وسایل

۱-۶ برای جزییات دستگاه نقطه آنیلین مورد نیاز برای هر روش، پیوست الف، ب، پ، ت و ث را ببینید.

یادآوری- می‌توان از دستگاه جایگزین دیگری استفاده نمود، مانند روش لوله "U" شکل برای روغن‌های تیره، مشروط بر اینکه نتایجی با همان دقت و درستی دستگاههای شرح داده شده در پیوست را نشان دهد.

۲-۶ **حمام گرم کننده و سرد کننده**، یک حمام مناسب هوا یا یک حمام مایع شفاف و غیرفرار، یا یک لامپ مادون قرمز (۲۵۰w تا ۳۷۵w) مجهز به وسیله کنترل سرعت گرم کردن.

یادآوری- توصیه می‌شود از آب به عنوان مایع گرم کننده یا خنک کننده استفاده نشود زیرا آنیلین جذب کننده رطوبت می‌باشد و آنیلین مرطوب در نتایج آزمون ایجاد خطا می‌نماید، برای مثال چنانچه از آنیلین محتوی ۰/۱ درصد حجمی آب در اندازه‌گیری نقطه آنیلین - هپتان نرمال استفاده شود نتیجه‌ای در حدود 0.5°C بیش از آن مقداری خواهد بود که با استفاده از آنیلین خشک حاصل می‌گردد. اگر نقطه آنیلین پایین‌تر از نقطه شبنم محیط باشد، لوله آزمون نقطه آنیلین را با جریان آرامی از گاز بی‌اثر و خشک به منظور پوشاندن مخلوط نمونه و آنیلین مجهز کنید.

۳-۶ **دماسنج**، یا سایر وسایل اندازه گیری دما مانند ترموکوپل یا دماسنج‌های دارای مقاومت پلاتینی که دارای دامنه اندازه‌گیری مطابق با نمونه‌ها بوده و دارای درستی معادل و یا بهتر از دماسنج باشند نیز قابل جایگزینی می‌باشند. مشخصات لوازم اندازه گیری دما باید با توجه به دامنه اندازه گیری، مطابق با الزامات ASTM و یا مشخصات IP تعیین شده در جدول زیر باشند.

هشدار - جیوه توسط بسیاری از سازمان های نظارتی به عنوان عنصری خطرناک و تاثیرگذار بر سیستم عصبی، کبد و کلیه ها شناخته شده است. جیوه و بخارات آن برای سلامت زیان آور بوده و خاصیت خوردگی دارد. لذا ضروری است در هنگام جابجایی جیوه و سایر فرآورده های حاوی آن احتیاط لازم بعمل آید.

IP	ASTM E1	دامنه اندازه گیری °C
۲۰C	۳۳C، ۳۳F	+۳۸ تا +۴۲
۲۱C	۳۴C، ۳۴F	+۲۵ تا +۱۰۵
۵۹C	۳۵C، ۳۵F	+۹۰ تا +۱۷۰

۴-۶ پی پت ها، یا وسایل توزیع حجم معادل قادر به انتقال حجم با ظرفیت $ml(1.0 \pm 0.1)$ و $ml(0.2 \pm 0.05)$ جهت استفاده در آزمون ها.

۵-۶ ترازوی آزمایشگاهی با حساسیت $0.1g$ ، جهت توزین لوله و نمونه و هنگامی که نتوان به راحتی نمونه را با پی پت برداشت.

۶-۶ عینک ایمنی

۷-۶ دستکش پلاستیکی، نفوذناپذیر در مقابل آنیلین

۷ آماده سازی نمونه ها

نمونه را به مدت ۳ دقیقه تا ۵ دقیقه با مخلوط کردن ۱۰٪ حجمی از مواد خشک کننده مناسب مانند کلسیم سولفات بدون آب یا سدیم سولفات بدون آب به شدت تکان دهید تا نمونه خشک گردد. گرانیوی نمونه های غلیظ را با گرم کردن آنها تا زیر دمایی که سبب افت مواد سبک و یا بی آب شدن مواد خشک کننده نشود، کاهش دهید. هرگونه مواد خشک کننده معلق را به وسیله سانتریفوژ یا صاف کردن از نمونه جدا کنید. نمونه های محتوی موم تفکیک شده را حرارت دهید تا همگن شده و سپس در حالی که هنوز گرم است، سانتریفوژ یا صاف نمایید تا اطمینان حاصل کنید که موم از نمونه جدا نشده است. هنگامیکه آب موجود معلق در نمونه قابل رویت باشد و نمونه کمتر از ۰.۳٪ وزنی که در آب حل شود، استفاده از سانتریفوژ برای حذف آب معلق یک روش قابل قبول است.

۸ روش انجام آزمون برای نقطه آنیلین

۱-۸ روشهای زیر که به تفصیل در پیوستها توضیح داده شده اند به عنوان روشهای قابل استفاده بیان می-شوند.

۸-۱-۱ روش الف، برای نمونه‌های شفاف یا نمونه‌هاییکه دارای درجه رنگ کمتر از ۶/۵ (استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۳) هستند و همچنین دارای نقطه جوش ابتدایی بالاتر از نقطه آنیلین مورد نظر، کاربرد دارد (پیوست الف، روش الف).

۸-۱-۲ روش ب، برای نمونه‌های با رنگ روشن، نمونه‌های با تیرگی متوسط و نمونه‌های بسیار تیره به کار می‌رود. این روش برای اندازه‌گیری نقطه آنیلین نمونه‌هایی قابل استفاده است که به علت تیرگی زیاد با روش الف قابل آزمون نیستند (پیوست ب، روش ب).

۸-۱-۳ روش پ، برای نمونه‌های شفاف یا نمونه‌هاییکه دارای درجه رنگ کمتر از ۶/۵ (استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۳) بوده و نقطه جوش ابتدایی آنها به اندازه‌ای پایین است که اگر به روش الف مورد آزمون قرار گیرند، نتایج نادرستی برای نقطه آنیلین حاصل می‌شود کاربرد دارد، مانند بنزین هواپیما (پیوست پ، روش پ).

۸-۱-۴ روش ت، برای انواع نمونه‌هایی مانند آنچه که در روش پ، شرح داده شده، کاربرد دارد. این روش خصوصا برای نمونه‌هایی که فقط به مقادیر محدود در دسترس است کاربرد دارد (پیوست ت، روش ت).

۸-۱-۵ روش ث، این روش هنگام استفاده از دستگاه خودکار، مطابق دستور کار شرح داده شده در پیوست کاربرد دارد (پیوست ث، روش ث).

۹ روش انجام آزمون برای نقطه آنیلین مخلوط

این روش در مورد نمونه‌هایی که نقطه آنیلین آنها پایین‌تر از دمای تبلور آنیلین در مخلوط است، قابل اجرا می‌باشد. ۱۰ ml آنیلین (هشدار بند ۵-۱ را ببینید)، ۵ ml نمونه و ۵ ml هپتان نرمال را داخل دستگاه خشک و تمیز منتقل کنید. نقطه آنیلین مخلوط را با روش الف یا ب، شرح داده شده در پیوست الف یا پیوست ب تعیین کنید.

۱۰ دقت و انحراف

۱۰-۱ دقت روش‌های آزمون به دست آمده از طریق آماری و بر اساس نتایج بین آزمایشگاهی، مطابق زیر می‌باشد. ۱۰-۱-۱ تکرارپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون متوالی بدست آمده در یک سری مشاهدات شرح داده شده طبق بند ۱۱ توسط یک آزمون‌گر با وسایل یکسان تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمونیکسان در مدت طولانی و انجام روش آزمون به طور صحیح و معمول فقط در یک مورد از ۲۰ مورد آزمون از مقادیر جدول تجاوز می‌کند، در غیر این صورت نتایج بدست آمده باید مورد تردید قرار گیرد.

شرایط نمونه	حد تکرار پذیری نقطه آنیلین °C	حد تکرار پذیری نقطه آنیلین مخلوط °C
نمونه‌های با رنگ روشن و شفاف	۰٫۱۶	۰٫۱۶
نمونه‌های نسبتا تیره تا خیلی تیره رنگ	۰٫۳	۰٫۳

۱۰-۱-۲ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون منفرد و مستقل که به وسیله دو آزمون‌گر مختلف در آزمایشگاه‌های مختلف روی مواد آزمونیکسان در مدت طولانی و انجام روش آزمون به طور صحیح و معمول فقط در یک مورد از ۲۰ مورد آزمون از مقادیر جدول تجاوز می‌کند، در غیر این صورت نتایج بدست آمده باید مورد تردید قرار گیرد.

شرایط نمونه	حد تجدید پذیری نقطه آنیلین °C	حد تجدید پذیری نقطه آنیلین مخلوط °C
نمونه‌های با رنگ روشن و شفاف	۰٫۵	۰٫۷
نمونه‌های نسبتاً تیره تا خیلی تیره رنگ	^a ۱٫۰	۱٫۰

^a در آزمون‌های مشارکتی اخیر مشخص نشده است. با این حال نسبت‌ها با نسبت‌های داده شده در نسخه سال ۱۹۵۳ انطباق دارد.

۱۰-۲ انحراف، از آنجایی که هیچ ماده مرجع قابل قبول مناسبی برای تعیین انحراف این روش آزمون‌ها وجود ندارد، تا کنون میزان انحراف معین نشده است.

۱۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات ریز باشد:

- ۱-۱۱ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی؛
- ۲-۱۱ هر گونه جزئیات ضروری برای شناسایی کامل نمونه؛
- ۳-۱۱ هر گونه مورد غیر معمول مشاهده شده در حین اندازه‌گیری؛
- ۴-۱۱ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به‌طور اختیاری در نظر گرفته می‌شود.
- ۵-۱۱ اگر دامنه تغییرات سه مشاهده متوالی دمای نقطه آنیلین بیش از 0.1°C برای نمونه‌های با رنگ روشن یا 0.2°C برای نمونه‌های تیره نباشد، میانگین دمای این آزمون را که برای قرایت‌های دماسنج‌های تا تقریب $^{\circ}\text{C}$ 0.05 تصحیح شده‌اند بعنوان نقطه آنیلین گزارش دهید.
- ۶-۱۱ اگر چنین دامنه‌ای از تغییرات ضمن ۵ مشاهده متوالی حاصل نشد، آزمون را با استفاده از مقادیر تازه تهیه شده آنیلین و نمونه در دستگاه تمیز و خشک تکرار کنید. همچنین اگر قرایت‌های دمایی متوالی بیش از میزان تکرارپذیری که در بند ۱-۱-۱۰ داده شده است، باشد روش بکار رفته را غیرقابل استفاده گزارش نمایید.
- ۷-۱۱ تاریخ انجام آزمون؛
- ۸-۱۱ نام و امضای آزمون‌گر.

پیوست الف

(الزامی)

روش آزمون الف

الف-۱ دستگاه نشان داده شده در شکل الف-۱، باید شامل قسمت‌های زیر باشد:

الف-۱-۱ لوله با قطر تقریبی ۲۵ mm و طول ۱۵۰ mm، ساخته شده از شیشه مقاوم در مقابل حرارت.

الف-۱-۲ ژاکت^۱، با قطر تقریبی ۳۷ mm تا ۲۴ mm و طول ۱۵۷ mm ساخته شده از شیشه مقاوم در مقابل حرارت.

الف-۱-۳ همزن دستی، از سیم آهنی نمره ۱۴ با قطر تقریبی ۲ mm که دارای حلقه هم مرکزی به قطر mm ۱۹ در انتهای آن می‌باشد، ساخته شده است (شکل ۱) طول همزن تا راس زاویه $90^{\circ}C$ خمیدگی آن تقریباً mm ۲۰۰ باشد. قسمت خمیده شده سیم تقریباً mm ۵۵ است. از غلاف شیشه‌ای به طول تقریبی mm ۶۵ و قطر داخلی تقریبی mm ۳ باید به عنوان هدایت کننده همزن استفاده کرد. به طور جایگزین می‌توان از هرگونه وسیله مکانیکی مناسب دیگر برای همزدن بجای همزنی که مشخص شده است، برای روش دستی استفاده کرد.

الف-۲ روش انجام آزمون

الف-۲-۱ دستگاه را تمیز و خشک کنید. با کمک پی‌پت ۱۰ ml آنیلین (هشدار بند ۵-۱ را ببینید) و ۱۰ ml نمونه خشک را در لوله مجهز به دماسنج و همزن بریزید، اگر نمونه خیلی چسبنده و غلیظ باشد، مقداری از آن را با دقت ۰/۰۱ گرم معادل حجم ۱۰ ml در دمای محیط در لوله وزن کنید. دماسنج را در مرکز لوله طوری قرار دهید که علامت غوطه‌وری آن در سطح مایع باشد و اطمینان حاصل کنید که مخزن جیوه دماسنج با جدار لوله تماس حاصل نکند. لوله را در وسط لوله ژاکت قرار دهید، با استفاده از همزن، نمونه را با دامنه حرکت mm ۵۰ میلی‌متری به سرعت هم بزنید بطوریکه از ورود حباب‌های هوا جلوگیری شود.

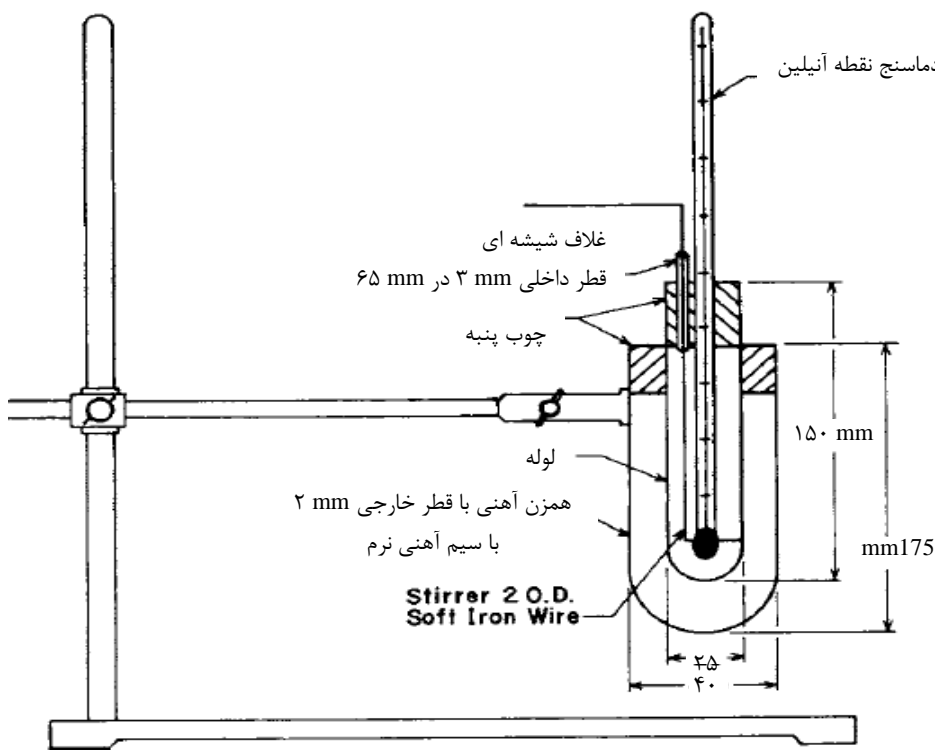
الف-۲-۲ اگر مخلوط آنیلین- نمونه در دمای اتاق قابل حل نبود، با استفاده از حرارت مستقیم ژاکت را گرم نمایید، دما را طوری تنظیم کنید که سرعت افزایش آن $1^{\circ}C$ تا $3^{\circ}C$ در دقیقه باشد. منبع حرارت را کم یا دور کنید تا امتزاج کامل حاصل گردد. همزدن را ادامه دهید و بگذارید مخلوط با سرعت $0,5^{\circ}C$ تا $1^{\circ}C$ در دقیقه سرد شود. به سرد کردن تا دمای $1^{\circ}C$ تا $2^{\circ}C$ پایین‌تر از ظهور اولین لحظه کدری ادامه دهید و دمایی که در آن کل مخلوط ناگهان تیره شود، بعنوان نقطه آنیلین ثبت کنید. این دما حداقل دمای تعادل محلول خواهد بود و دمای جدا شدن قسمت کمی از نمونه دمای تعادل نمی‌باشد.

یادآوری - نقطه آنیلین واقعی دمایی است که مخلوط سریعاً کدر شده و حباب دماسنج در داخل آن در نور منعکس شده دیده نشود.

الف-۲-۳ اگر مخلوط نمونه و آنیلین در دمای محیط کاملاً قابل امتزاج باشد، بجای منبع حرارتی از یک حمام سرد غیر آبی استفاده کنید. بگذارید مخلوط با سرعت شرح داده شده در بند الف-۲-۲ سرد شود و نقطه آنیلین را طبق روش شرح داده شده تعیین کنید.

الف-۲-۴ مشاهده دمایی نقطه آنیلین را با حرارت دادن و سرد کردن مکرر، تکرار کنید تا نتیجه‌ای مطابق بند ۱۱ به دست آید .

تمام ابعاد بر حسب میلی‌متر



شکل الف-۱ - دستگاه نقطه آنیلین، روش آزمون الف

پیوست ب

(الزامی)

روش آزمون ب

ب-۱ دستگاه فیلم نازک، این دستگاه از شیشه مقاوم در مقابل حرارت و فولاد زنگ نزن مطابق ابعاد داده شده در شکل ۳ ساخته شده است، مجموعه کامل دستگاه در شکل ب-۱ مشخص شده است.

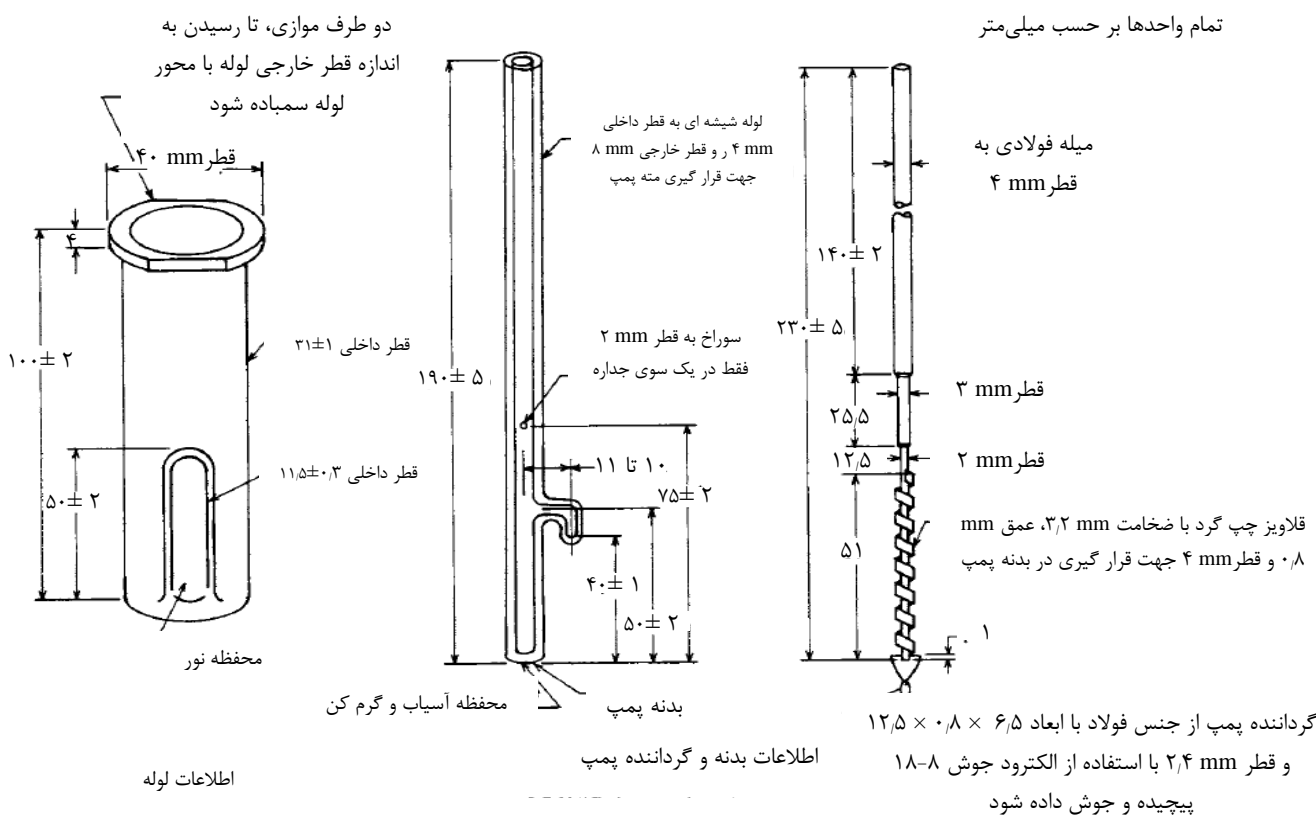
ب-۲ روش انجام آزمون

ب-۲-۱ دستگاه را تمیز و خشک کنید. با پی پت ۱۰ml آنیلین (هشدار بند ۵-۱ را ببینید) و ۱۰ml نمونه خشک طبق بند ۷ را در لوله‌ایکه دارای پمپ همزن و دماسنج است، بریزید. اگر نمونه برای پی پت کردن خیلی غلیظ و چسبنده بود، مقداری از آن را با تقریب ۰.۱g معادل حجم ۱۰ml در دمای محیط در لوله آزمایش وزن کنید. دماسنج را در مرکز لوله آزمایش طوری قرار دهید که محفظه انقباض دماسنج زیر سطح مایع قرار گیرد و حباب جیوه با جدار لوله در تماس نباشد. دستگاه را مطابق شکل ب-۲ سوار کنید.

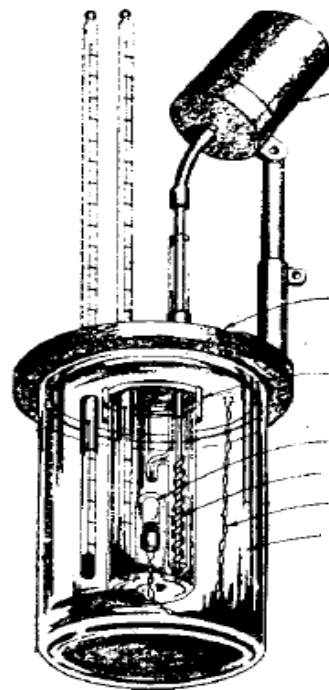
ب-۲-۲ سرعت پمپ همزن را طوری تنظیم کنید که جریان ممتدی از مخلوط آنیلین و نمونه به شکل لایه نازکی بر روی محفظه نوری عبور نماید. در مورد روغن‌های بسیار تیره، از پمپ همزن به نحوی استفاده نمایید که همواره جریان مخلوط به آرامی و یکنواخت از لایه نازک محفظه نوری عبور نماید. بدین ترتیب لایه‌ایکه پیوسته و به اندازه کافی نازک است، امکان مشاهده نقطه آنیلین را بوجود می‌آورد. ولتاژ لامپ را طوری تنظیم کنید تا زمانی که دقیقا نور کافی برای قابل مشاهده بودن رشته لامپ از میان فیلم نازک مایع امکان پذیر باشد. دمای مخلوط را با سرعت 1°C تا 2°C در دقیقه افزایش دهید تا آنکه از نقطه آنیلین (درخشان شدن ناگهانی و معین رشته لامپ و همچنین شرایط کم و بیش نیمه شفاف لایه نازک مایع) بگذرد (یادآوری بند ب-۲-۲ را ببینید). حرارت دادن را قطع کرده، ولتاژ لامپ را به اندازه‌ای تنظیم کنید که رشته آن واضح و مشخص باشد و موجب آزار چشم نشود. دمای حمام را طوری تنظیم کنید تا مخلوط آنیلین و نمونه با سرعت 0.5°C تا 1°C در دقیقه سرد شود. تشکیل لایه نازک و رشته لامپ را در نظر گرفته، دمایی که در آن دو لایه ظاهر می‌شود (تشکیل مجدد شرایط رنگین کمانی فیلم نازک مایع که معمولا با ایجاد هاله‌ای اطراف رشته لامپ و یا با تیرگی ناگهانی رشته لامپ یا هر دو همراه است.) را به عنوان نقطه آنیلین ثبت نمایید. در دماهای بالاتر از نقطه آنیلین لبه‌های رشته لامپ واضح و مشخص است. در دمای نقطه آنیلین هاله و تیرگی در اطراف رشته لامپ بجای خطوط واضح جانشین می‌شود که از نظر ظاهر به صورت مه آلودگی و ابری شکل است. تیرگی، بیشتر ابر تشکیل شده در اطراف رشته لامپ با کمتر شدن دما به وقوع می‌پیوندد، که نباید آن را بانقطه آنیلین اشتباه کرد.

یادآوری - روش انجام آزمون زیر برای اشخاصیکه بار اول این آزمون را انجام می‌دهند، ممکن است مفید باشد. تنظیم‌های عملیاتی آزمون‌های مقدماتی را با استفاده از مخلوط نمونه-آنیلین بی‌رنگ انجام دهید. تغییر اینکه در جسم مایع و لایه آن صورت می‌گیرد مشاهده کنید. با روغنهای تیره به منظور آشنا شدن با ظهور لایه و منبع نور، هنگامی که مخلوط از حالت واضح که بالاتر از نقطه آنیلین است گذشته و به حالت نیمه شفاف به پایین‌تر از نقطه آنیلین می‌رسد، چند آزمایش اجمالی به عمل آورید. اگر نمونه آنچنان باشد که اشکالی در مشاهده نقطه واقعی تغییر لایه داشته باشد، در آن صورت چند آزمایش با شدتهای مختلف از منبع نور و توجه کامل به ظهور روشنایی ناگهانی در اطراف لامپ، انجام دهید.

ب-۲-۳ مشاهده دمای نقطه آنیلین را با حرارت دادن و سرد کردن مکرر، تا آنکه نتیجه‌ای مطابق آنچه در بند ۱۱ بیان شده است، بدست آید، تکرار کنید.



شکل ب-۱ - جزییات دستگاه فیلم نازک نقطه آنیلین، روش آزمون ب



موتور همزن

پوشش و محافظ باکلیت^۱

خارهای فنری جهت ثابت نگاه
داشتن لوله نقطه آنیلین

قاب پمپ

پمپ / همزن

ولتاژ بین ۰.۷ تا ۸.۷

محفظه روغن

شکل ب-۲ - ساختار مجموعه دستگاه فیلم نازک، روش آزمون ب

پیوست پ

(الزامی)

روش آزمون پ

پ-۱ وسایل

پ-۱-۱ لوله نقطه آنیلین ساخته شده از شیشه مقاوم در مقابل حرارت و دارای شکل و ابعاد مطابق شکل ۴ مجهز به یک لوله شیشه‌ای با جداره نازک که انتهای پایینی آن درز بندی شده و دماسنج در آن قرار می‌گیرد. دماسنج به وسیله یک چوب پنبه به طور محکم درون لوله شیشه‌ای، به صورتیکه محفظه آن بر روی یک چوب پنبه دایره‌ای شکل که در انتهای لوله باشد، قرار گرفته است.

لوله شیشه‌ای را تا بالاتر از محفظه دماسنج از روغن سبک مبدل^۱ پر نمایید. لوله داخلی به وسیله چوب پنبه‌ای به طور محکم به قسمت فوقانی لوله نقطه‌آنیلین وصل گردیده است. جهت جلوگیری از کاهش بخارات نمونه، چوب پنبه توسط یک وسیله نگهدارنده کاملاً محکم می‌شود.

یادآوری - هرگونه وسیله مناسب دیگری مانند درپوش لاستیکی پیچ‌دار برای نگهداشتن دماسنج را که مانع کاهش بخار در دستگاه گردد می‌توان مورد استفاده قرار داد. در این صورت می‌توان لوله شیشه‌ای مخصوص دماسنج را حذف نمود و دماسنج را در مخلوط نمونه - آنیلین قرار داد.

پ-۱-۲ **محافظ**، به صورت توری فلزی محکم که لوله نقطه آنیلین را در بر می‌گیرد، این محافظ ترجیحاً باید با گیره‌ای برای نگهداری لوله دماسنج در محل خود در یک وضعیت همراه باشد.

پ-۲ روش انجام آزمون

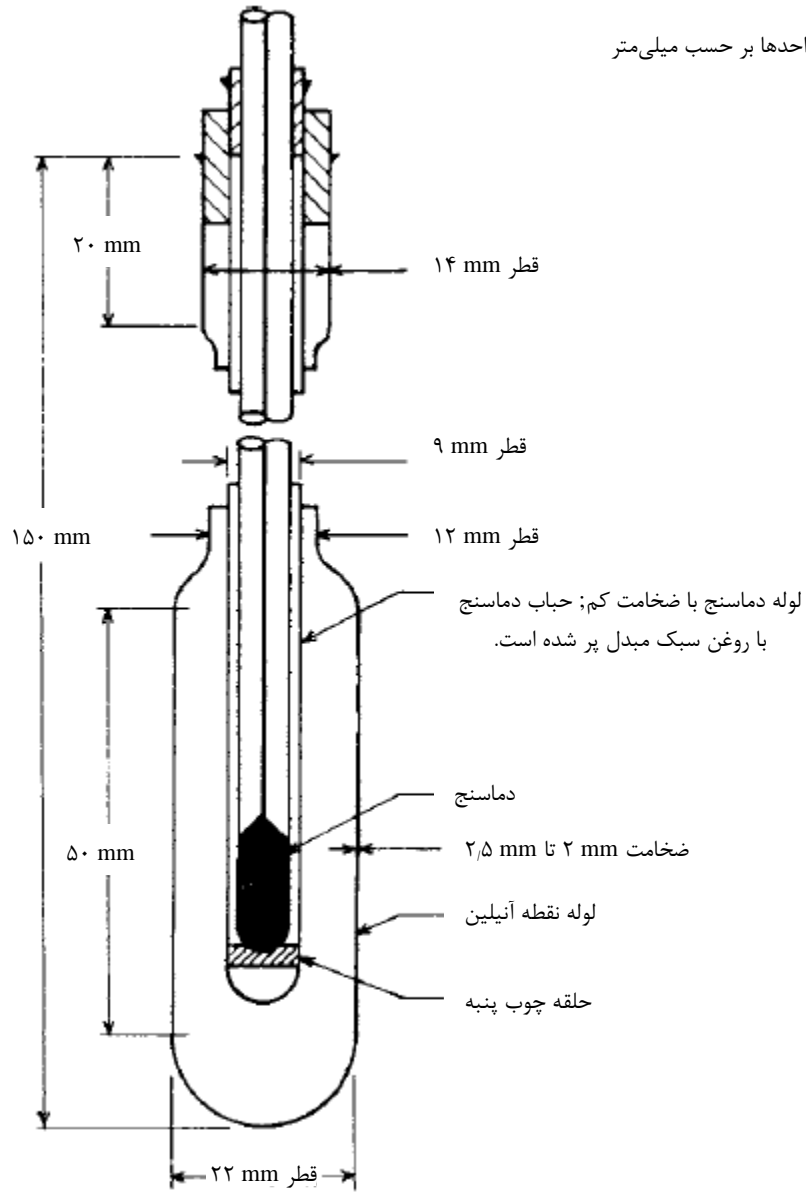
پ-۲-۱ دستگاه را تمیز و خشک کنید. ۵ ml آنیلین (هشدار بند ۵-۱ را ببینید) و ۵ ml نمونه خشک شده (بند ۷) را ابتدا تا دمای یکسان بطوریکه در آن دما بتوان بدون از دست دادن بخارات نمونه، اندازه‌گیری حجم را انجام داد خنک کنید. ۵ ml از هر کدام را به کمک پی‌پت به داخل لوله نقطه آنیلین بریزید. لوله را به کمک درپوش محکم ببندید و لوله دماسنج را در مرکز آن تعبیه کنید به شکلی که انتهای آن از انتهای لوله نقطه آنیلین mm ۵ فاصله داشته باشد. درپوش را محکم بسته و محافظ را به آن وصل کنید.

هشدار - از عینک ایمنی و دستکشهای پلاستیکی غیرقابل نفوذ در مقابل آنیلین استفاده نمایید.

پ-۲-۲ روش کار شرح داده شده در بندهای الف-۲-۲ و الف-۲-۳ را به کار ببرید، اما نمونه و آنیلین را به وسیله تکان دادن لوله مخلوط نمایید. چنانچه سرعت تغییر حرارت بیش از 1°C در دقیقه باشد، هنگام فرا رسیدن نقطه آنیلین، لوله را در یک ژاکت که قبلاً گرم یا سرد شده و به دمای مناسبی رسیده، قرار دهید.

پ-۲-۳ مشاهده دمای نقطه آنیلین را با حرارت دادن و سرد کردن مکرر، تا رسیدن به نتیجه‌ای مطابق آنچه در بند ۱۱ بیان شده، تکرار کنید.

تمام واحدها بر حسب میلی‌متر



شکل پ-۱ - دستگاه برای نمونه‌های فرار، روش آزمون پ

پیوست ت

(الزامی)

روش آزمون ت

ت-۱ وسایل

ت-۱-۱ حباب با ظرفیت ml ۱٫۵ تا ml ۲ ساخته شده از لوله شیشه‌ای مقاوم در مقابل حرارت با قطر خارجی mm ۵ و قطر داخلی mm ۳؛
ت-۱-۲ محافظ، مشابه روش پ.

ت-۲ روش انجام آزمون

ت-۲-۱ حباب را در یک گرم خانه در دمای $(5 \pm 150)^\circ\text{C}$ کاملاً خشک نمایید. سپس آن را تا دمای اتاق خنک کنید. به کمک پی‌پت ml ۰٫۵ آنیلین (هشداربند ۵-۱ را ببینید) و ml ۰٫۵ از نمونه خشک شده، (بند ۷) در آن بریزید. مخلوط را کاملاً خنک کرده و به سرعت آن را خارج کنید و انتهای باز حباب را در فاصله تقریباً ۱۰ mm از مرکز حباب، درزبندی کنید.

هشدار - از عینک ایمنی و دستکش پلاستیکی غیرقابل نفوذ در مقابل آنیلین استفاده نمایید.

ت-۲-۲ حباب را به کمک نوارهای لاستیکی به دماسنج، بطوریکه حباب در مجاورت مخزن دماسنج قرار گیرد، متصل کنید. محافظ توری را وصل کرده و از روش شرح داده شده در بندهای الف-۲-۲ و الف-۲-۳ استفاده کنید، اما نمونه و آنیلین را با تکان دادن مخلوط کنید.

ت-۲-۳ مشاهده دمای نقطه آنیلین را با حرارت دادن و سرد کردن مکرر تکرار کنید تا آنکه نتیجه‌ای مطابق آنچه در بند ۱۱ بیان شده است، به دست آید.

پیوست ث

(الزامی)

روش آزمون ث

ث-۱ وسایل

ث-۱-۱ دستگاه نقطه آنیلین خودکار، این دستگاه به صورت تجارتي موجود بوده و در آن از تکنیک لایه نازک اصلاح شده و حرارت دادن مستقیم مخلوط نمونه - آنیلین با گرمکن الکتریکی غوطه‌ور استفاده می‌شود. تشخیص تغییر کدرینمونه در نقطه آنیلین پاسخ یک سل فتوالکتریک به نور موازی تابانده شده از میان فیلم نازک نمونه انجام می‌شود.

ث-۲ روش انجام آزمون

ث-۲-۱ نقطه آنیلین خودکار را با توجه به دستور کار مربوط به دستگاه تعیین کنید.