INSO
2543
1st.Revision
2016

جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران
Iranian National Standardization Organization

استاندارد ملی ایران
۲۵۴۳
تجدیدنظر اول
۱۳۹۴

اندازه‌گیری نقطه ذوب موم‌های نفتی (منحنی سرد شدن)-روش آزمون

Determination of melting point of petroleum wax (Cooling Curve)-Test method

ICS: 75.140

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

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

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانهٔ صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیتهٔ ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به‌عنوان 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 کمیتهٔ ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به‌عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ تدوین و در کمیتهٔ 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)[1]، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)[2] و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)[3] است و به‌عنوان تنها رابط[4] کمیسیون کدکس غذایی (CAC)[5] در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی‌شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/ یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می‌تواند به‌منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه-بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینهٔ مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامهٔ 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

« اندازه‌گیری نقطه ذوب موم‌های نفتی (منحنی سرد شدن)-روش آزمون »

(تجدید نظر اول)

رئیس:	**سمت و/ یا نمایندگی**
بدری ، رشید (دکتری شیمی)	عضو هیئت علمی دانشگاه آزاد اهواز
دبیر:	
گیلاسی ، فهیمه (کارشناسی ارشد شیمی)	کارشناس شرکت زرگستر روبینا
اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)	
جولاباف، الهام (کارشناسی ارشد شیمی)	کارشناس
چرم زاده، مهرناز (کارشناسی ارشد شیمی)	کارشناس شرکت کیمیا کنکاش جندی شاپور
دایی ، مینا (کارشناسی ارشد شیمی)	کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان
رضایی نژاد، رامش (کارشناسی ارشد شیمی)	کارشناس مرکز تحقیقات دانشکده نفت اهواز
سلیمانی، مهدی (کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)	کارشناس شرکت نفت
عظیمی، مسعود (کارشناسی متالوژی)	کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان
علوی فاضل، سید علی (دکتری مهندسی شیمی)	عضو هیئت علمی دانشگاه آزاد ماهشهر
مهرمولایی ، فاطمه (کارشناسی ارشد شیمی)	کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

فهرست مندرجات

عنوان **صفحه**

	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران	ب
	کمیسیون فنی تدوین استاندارد	ج
	پیش گفتار	ه
	مقدمه	و
۱	هدف و دامنه کاربرد	۱
۲	مراجع الزامی	۱
۳	اصطلاحات و تعاریف	۱
۴	اصول آزمون	۲
۵	وسایل	۲
۶	آزمونه	۲
۷	روش انجام آزمون	۲
۸	محاسبات و گزارش کار	۴
۹	کنترل کیفیت (QC)	۴
۱۰	دقت و انحراف	۴
	پیوست الف (الزامی) دستگاه	۶
	پیوست ب (اطلاعاتی) پایش کنترل کیفیت	۸

پیش گفتار

استاندارد " اندازه‌گیری نقطه ذوب موم‌های نفتی (منحنی سرد شدن)-روش آزمون " نخستین بار در سال ۱۳۷۳ تدوین شد. این استاندارد بر اساس پیشنهاد های رسیده و بررسی توسط سازمان ملی استاندارد ایران و تایید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در هفتاد و چهارمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فراورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۴/۱۱/۲۰ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه،۱۳۷۱ به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های ملی و جهانی در زمینهٔ 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 تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۲۵۴۳: سال ۱۳۷۳ است.

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

ASTM D 87: 2014, Standard Test Method for Melting Point of Petroleum Wax (Cooling Curve)

مقدمه

نقطه ذوب (منحنی سرد شدن) آزمونی است که به طور وسیع توسط تولیدکنندگان و مصرف‌کنندگان موم به کار می‌رود. این آزمون به‌ویژه در مورد آن دسته از موم‌های نفتی که دارای ماهیت پارافینی یا کریستالی می‌باشند، مورد استفاده قرار می‌گیرد. در مورد نمونه‌های حاوی مقادیر قابل ملاحظه هیدروکربن که در دمای یکسانی کریستالیزه می‌شوند، یک خط صاف [1]در منحنی سرد شدن ایجاد شده که گرمای گداختگی را می-دهد و بدین ترتیب نرخ خنک شدن را به تاخیر می‌اندازد. عموما موم‌های نفتی با مقادیر زیاد از هیدروکربن‌های غیرنرمال یا جامدات بی‌شکل[2]، یک خط صاف را نمایش نمی‌دهند.

1- Plateau
2- Amorphous

اندازه‌گیری نقطه ذوب موم‌های نفتی (منحنی سرد شدن)-روش آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش اندازه‌گیری نقطه ذوب (منحنی سرد شدن) موم‌های نفتی است. این استاندارد برای موم‌های گروه پترولاتوم، موم‌های ریز بلور، یا مخلوطی از این قبیل موم‌ها با موم پارافینی یا موم پولک مانند[1] کاربرد ندارد.

یادآوری- علاوه بر این، روش‌های آزمون دیگری برای موم های نفتی در استاندارد ملی ایران شماره ۵۳۱۹ و ASTM D 938 ذکر شده است. با توجه به روش آزمون مورد استفاده، نتایج به دست آمده ممکن است متفاوت باشند. در مورد پترولاتوم برای مصارف دارویی معمولا از استاندارد ملی ایران شماره ۵۳۱۹ استفاده می 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.

درصورتی‌که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها موردنظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۲-۱ استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۴۷، دماسنج‌های آزمایشگاهی از نوع مایع در شیشه

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۵۳۱۹، فراورده‌های نفتی-تعیین نقطه ذوب قطره شدن موم نفتی از جمله پترولاتوم -روش آزمون

2-3 ASTM D 938, Test Method for Congealing Point of Petroleum Waxes, Including Petrolatum

2-4 ASTM D 6299, Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance

۳ اصطلاحات و تعاریف

۳-۱

نقطه ذوب (منحنی سرد شدن) موم نفتی

دمایی است که در آن موم‌های نفتی، به هنگام سرد شدن تحت شرایط تعیین شده، برای اولین بار حداقل نرخ تغییر دمایی را نشان می‌دهند.

1- Scale wax

یادآوری- اصطلاح "نقطه ذوب آمریکایی" به صورت قراردادی، ۱٫۶۵ °C (۳ °F) بالاتر از نقطه ذوب (منحنی سرد شدن) موم‌های نفتی است.

۴ اصول آزمون

در روش الف (روش دستی)، آزمونه‌ای از موم مذاب در یک لوله آزمایش مجهز به دماسنج یا یک وسیله معادل برای اندازه‌گیری دما، ریخته شده و لوله آزمایش در یک حمام هوا که آن نیز به وسیله یک حمام آبی که در دمای ۱۶ °C تا ۲۸ °C (۶۰ °F تا ۸۰ °F) نگه داری می‌شود، قرار می‌گیرد. در حالی که موم مذاب سرد می‌شود دمای آن در فواصل مناسب خوانده می‌شود. در طول جامد شدن موم، نرخ تغییرات دما کاهش یافته و یک خط صاف در منحنی سرد شدن حاصل می‌شود. دما در آن نقطه را، نقطه ذوب (منحنی سرد شدن) نمونه می‌گویند.

در روش ب از یک آنالیزکننده خودکار استفاده می‌شود. در حالی که موم مذاب سرد می‌شود، با خوانش در هر ۱۵ ثانیه، کاهش دمای نمونه با دقت ۰٫۰۱ °C (۰٫۱ °F) اندازه گیری می‌شود. زمانی که پنج اندازه‌گیری متوالی در بازه دمایی داده شده، معمولا با فاصله ۰٫۱ °C (۰٫۲ °F)، ثابت بماند، در این هنگام نقطه ذوب در نظر گرفته می‌شود.

۵ وسایل

۵-۱ دستگاه مورد نیاز برای روش الف در پیوست الف شرح داده شده است.

۵-۲ وسیله خودکار، از یک حمام (برای مثال، یک بلوک آلومینیومی با دو محل اندازه‌گیری، دو سوراخ جهت قرارگیری لوله‌های آزمایش و دو سوراخ برای پراب‌های دما) تشکیل شده است. دستگاه ممکن است دارای یک صفحه نمایش دیجیتال جانبی و یک چاپگر باشد.

۵-۲-۱ دمای حمام بین ۲۲ °C و ۲۶ °C (۷۲ °F تا ۷۹ °F) نگه داشته می‌شود. یک وسیله گرمایشی جهت افزایش دما و یک وسیله خنک کننده با گردش آب سرد، جهت کاهش دما استفاده می‌شود.

۵-۲-۲ دما را می‌توان با یک دماسنج کالیبره شده یا یک وسیله الکترونیکی اندازه‌گیری دما با دقت و درستی معادل پایش کرد.

۵-۳ انواع دیگری از دستگاه‌های خودکار معادل نیز قابل قبول هستند.

۶ آزمونه

یک نمونه نماینده موم را از محموله مورد آزمون، تهیه کنید. از هر واحد آزمون، بخشی از موم به وزن حداقل ۲۵ g برای هر اندازه‌گیری نقطه ذوب برداشته شود.

۷ روش انجام آزمون

۷-۱ روش آزمون الف (روش دستی)

۷-۱-۱ حمام هوا را در موقعیت مناسب در حمام آب قرار دهید. حمام آب را تا حدود ۱۳ mm پایین‌تر از لبه بالای آن با آب در دمای ۱۶ °C تا ۲۸ °C (۶۰ °F تا ۸۰ °F) پر کنید. دمای حمام را در طول آزمون در این محدوده نگه‌دارید.

۷-۱-۲ نمونه موم را حداقل تا ۸ °C (۱۵ °F) بالاتر از نقطه ذوب مورد انتظار (یادآوری را ببینید) حرارت دهید. نمونه موم را در گرمخانه یا حمام آب، با استفاده از یک ظرف مناسب که قادر به نگه-

داری دما حداکثر تا ۹۳ ºC (۲۰۰ ºF) است، گرم کنید. از حرارت مستقیم مانند شعله یا صفحه داغ اجتناب کنید. نمونه را در حالت مذاب بیشتر از ۱ ساعت نگه‌داری نکنید.

یادآوری- در صورتی که هیچ برآوردی از نقطه ذوب در دسترس نباشد، نمونه موم را تا ۱۰ ºC (۱۵ ºF) بالاتر از دمایی که موم کاملا مذاب می‌شود یا از ۹۰ ºC تا ۹۳ ºC (۱۹۵ ºF تا ۲۰۰ ºF) قبل از اقدام برای مرحله بعد، گرم کنید.

۷-۱-۳ لوله آزمایش را با نمونه مذاب تا ارتفاع ۵۱ mm (۲ in) پر کنید. وسیله اندازه‌گیری دمای نقطه ذوب را در سوراخ واقع در مرکز یک درپوش، مانند چوب پنبه قرار دهید. در مورد دماسنج، خط غوطه‌وری آن، ۷۹ mm (۱/۸in ۳) پایین‌تر از سطح زیرین درپوش قرار می‌گیرد. درپوش را روی لوله آزمایش به‌گونه‌ای قرار دهید که انتهای حباب دماسنج یا پراب اندازه‌گیری دما به اندازه ۱۰ mm (۳/۸in) از ته لوله آزمایش فاصله داشته باشد. درحالی که دمای موم مذاب هنوز حداقل ۸ ºC (۱۵ ºF) بالاتر از نقطه ذوب مورد انتظار (یادآوری بند ۷-۱-۲) است، لوله آزمایش را مطابق شکل الف-۱-۱ در حمام هوا نگه دارید.

۷-۱-۴ دما را هر ۱۵ ثانیه یک‌بار بخوانید. هر بار خواندن را با تقریب حداقل ۰/۰۵ ºC (۰/۱ ºF) ثبت کنید. تا زمان پیدایش خط صاف، این خوانش‌های متوالی را ادامه دهید. خط صاف زمانی شناسایی می‌شود که پنج خوانش متوالی اولیه، اختلافی بیش از ۰/۱ ºC (۰/۲ ºF) نداشته باشند. پس از دستیابی خط صاف با این پنج خوانش، می‌توانید آزمون را ادامه ندهید.

یادآوری- در صورتی که مطابق بند بالا هیچ خط صافی ظاهر نشود، تا زمانی که ۱) به ۳۸ ºC (۱۰۰ ºF) برسد یا ۲) به نقطه ۸ ºC (۱۵ ºF) زیر دمایی که موم منجمد می‌شود (به گونه‌ای که در یک حمام شفاف رویت می‌شود) برسد، فرایند خوانش ادامه داده می‌شود. در هر کدام از دو مورد، آزمون متوقف می‌شود و روش مورد نظر برای نمونه غیر قابل کاربرد درنظر گرفته می‌شود (یادآوری ۱ برای سایر روش ها را ببینید).

۷-۲ روش آزمون ب (روش خودکار)

۷-۲-۱ لوله آزمایش را در حلقه نگه‌دارنده از جنس پلی تترافلوئورواتیلن (PTFE)[1] در سوراخ موجود در دستگاه قرار دهید.

۷-۲-۲ پراب دمایی را در مرکز یک درپوش سوراخ شده قرار داده و آن را روی لوله آزمایش قرار دهید. ارتفاع پراب را کنترل کنید تا به ارتفاع پیشنهادی سازنده برسد. درپوش به همراه پراب را در پشت نگه‌دارنده ساکن ارائه شده قرار دهید.

۷-۲-۳ دمای نمونه را تا حداقل ۸ ºC (۱۵ ºF) بالاتر از نقطه ذوب مورد انتظار برسانید. نمونه را در حمام آب با دمای حداکثر ۹۳ ºC (۲۰۰ ºF) حرارت دهید.

۷-۲-۴ نمونه مذاب را در لوله آزمایش تا خط نشانه اضافه کنید. درپوش به همراه پراب را روی لوله آزمایش قرار دهید.

۷-۲-۵ مجموعه را داخل سوراخ بلوک آلومینیومی قرار دهید و آنالیز را مطابق دستورالعمل سازنده آغاز کنید.

۷-۲-۶ زمانی که نقطه ذوب نمایان می‌شود، آنالیز به طور خودکار متوقف می‌شود. به ازای هر گزینه موجود روی دستگاه، نقطه ذوب حاصل روی صفحه نمایش دیجیتال نمایان شده یا توسط چاپگر، چاپ شده یا توسط هر دو گزینه نمایش داده خواهد شد.

1- Polytetra fluoroethylene

۸ محاسبات و گزارش کار

۸-۱ هنگام استفاده از دستگاه دستی، میانگین خوانش پنج دمای متوالی اولیه خط صاف مشخص شده، که اختلافی بیش از ۰/۱ °C (۰/۲ °F) نداشته باشند را به دست آورید. در صورت لزوم میانگین به‌دست آمده را با توجه به خطاي درجات ترمومتر تصحیح نمایید.

۸-۲ دستگاه خودکار، میانگین خوانش پنج دمای متوالی اولیه پراب را در محدوده ۰/۱ °C ± (۰/۲ °F ±)خواهد داد.

۸-۳ نتایج را با تقریب حداقل ۰/۰۵ °C (۰/۱ °F) به عنوان نقطه ذوب موم نفتی (منحنی سرد شدن) و روش آزمون این استاندارد گزارش کنید. همچنین در صورت امکان گزارش شود که آزمون با دستگاه دستی یا خودکار انجام شده است.

۹ کنترل کیفیت (QC)[1]

۹-۱ عملکرد دستگاه یا روش آزمون را با آنالیز یک نمونه کنترل کیفیت (QC) تصدیق کنید.

۹-۱-۱ زمانی که پروتکل‌های کنترل کیفیت (QC)/تضمین کیفیت (QA)[2] قبلا در مرکز آزمون انجام شده باشند، ممکن است از آنها هنگامی که قابلیت اعتبار نتایج آزمون را تصدیق می‌کنند، استفاده شود.

۹-۱-۲ زمانی که هیچ پروتکل کنترل کیفیت (QC)/ تضمین کیفیت (QA) در مرکز آزمون وجود ندارد، پیوست الف می‌تواند به عنوان سیستم QC/QA استفاده شود.

۱۰ دقت و انحراف

۱۰-۱ **دقت**، دقت این روش آزمون تعیین شده با بررسی آماری نتایج بین آزمایشگاهی به صورت زیر می‌باشد.

۱۰-۱-۱ **تکرار پذیری**، اختلاف بین دو نتیجه آزمون که توسط یک آزمون‌گر با وسایل یکسان تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد یکسان به‌دست آمده است، در یک آزمون طولانی مدت در عملیات صحیح و معمول روش آزمون فقط در یک مورد از بیست مورد از ۰/۱۱ °C با روش دستی و ۰/۲۳ °C با روش خودکار بیش‌تر می شود.

۱۰-۱-۲ **تجدیدپذیری**، اختلاف بین دو نتیجه آزمون منفرد و مستقل که توسط آزمون‌گرهای مختلف در آزمایشگاه‌های مختلف روی مواد یکسان به‌دست آمده است، در یک آزمون طولانی مدت در عملیات صحیح و معمول روش آزمون فقط در یک مورد از بیست مورد از ۰/۴۱ °C با روش دستی و ۰/۵۰ °C با روش خودکار بیش‌تر می شود.

۱۰-۲ این روش آزمون برای موم‌های با نقطه ذوب بین ۳۸ °C (۱۰۰ °F) و ۸۲ °C (۱۸۰ °F) مناسب است. داده های دقت به دست آمده توسط بررسی آماری نتایج آزمون بین آزمایشگاهی از سال ۲۰۰۵ به‌دست آمده‌اند. این مقادیر بر اساس یک مطالعه بین ۱۴ آزمایشگاه با استفاده از هفت موم پارافینی با نقطه ذوب در محدوده ۵۲ °C تا ۷۰ °C (۱۲۶ °Fتا ۱۵۸ °F) به‌دست آمده است.

۱۰-۳ **انحراف**، از آنجایی که هیچ ماده مرجع استاندارد قابل قبولی برای این آنالیز در دسترس نیست، بنابراین انحراف این روش آزمون را نمی‌توان تعیین نمود.

1- Quality Control
2- Quality Assurance

۱۰-۴ **انحراف نسبی**، مجموعه نمونه با هر دو روش دستی و خودکار آنالیز می‌شوند. اختلاف بین دو مجموعه اندازه‌گیری خیلی قابل توجه نیست. نتایج حالت خودکار به میزان خیلی کم (به طور متوسط اختلافی معادل ۰٫۰۶۴) انحراف دارند.

۱۰-۵ با مقایسه آنالیز سه مجموعه نمونه موم با نقطه ذوب در محدوده ۱۱۵ °F تا ۱۵۹ °F (در مجموع ۷۰ نقطه داده برای هر روش) به وسیله هر دو روش دستی و خودکار در یک آزمایشگاه، ضریب همبستگی (r^2) برابر ۰٫۹۹۹۹ به دست آمد که نشان می‌دهد بین دو حالت اندازه‌گیری هیچ انحرافی وجود ندارد.

پیوست الف

(الزامی)

دستگاه

الف-۱ لوله آزمایش، یک لوله آزمایش شیشه‌ای استاندارد با قطر بیرونی ۲۵ mm (۱ in) و طول ۱۰۰ mm (۴ in). لوله آزمایش ممکن است با یک خط مرجع جهت پر شدن با نمونه تا ۵۱ mm بالاتر از کف لوله آزمایش و یک خط مرجع برای این‌که انتهای وسیله اندازه‌گیری دما در ۱۰ mm (۳/۸in) بالاتر از کف لوله آزمایش قرار گیرد، علامتگذاری شده باشد.

الف-۲ حمام هوا، استوانه‌ای با قطر داخلی ۵۱ mm (۲ in) و عمق ۱۱۴ mm (۴۱/۲in)، مجهز به وسیله نگه‌داری لوله آزمایش به صورت محکم و پایدار به حالت عمودی در مرکز حمام هوا است. به عنوان مثال از چوب پنبه محکم شونده[1] با سوراخ مرکزی یا یک صفحه فلزی بالای حمام به همراه گیره فنری که لوله آزمایش را به طور محکم در محل نگه می‌دارد، جهت استفاده مناسب تشخیص داده شد.

الف-۳ حمام آب، یک ظرف استوانه‌ای مناسب با قطر داخلی ۱۳۰ mm (۵ ۱/۸ in) و عمق mm ۱۵۲ (۶ in). مجهز به یک درپوش مناسب جهت نگه‌داری حمام هوا به صورت عمودی به طوری که سطوح جانبی و کف حمام هوا توسط لایه‌ای از آب به ضخامت ۳۸ mm (۱ ۱/۲) در بر گرفته شود. درپوش دارای سوراخی است که از طریق آن وسیله اندازه‌گیری دمای حمام می‌تواند در فاصله mm ۱۹ (۳/۴ in) از دیواره خارجی حمام آب آویزان شود.

یادآوری- حمام هوا، حمام آب و درپوش حمام آب می‌تواند در مجموعه‌ای به صورت نشان داده شده در شکل الف-۱، ساخته شوند.

الف-۴ دماسنج برای نقطه ذوب، دماسنجی برای نقطه ذوب موم با گستره‌ای که در جدول الف-۱ نشان داده شده و مطابق با الزامات استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۴۷ یا ویژگی‌های دماسنج‌های استاندارد IP مورد نیاز است.

جدول الف-۱- گستره دماسنج برای نقطه ذوب موم

گستره دمایی	شماره دماسنج	
	ASTM	IP
۳۸ °C تا ۸۲ °C	۱۴ C	۱۷ C
۱۰۰ °F تا ۱۸۰ °F	۱۴ F	۱۷ F

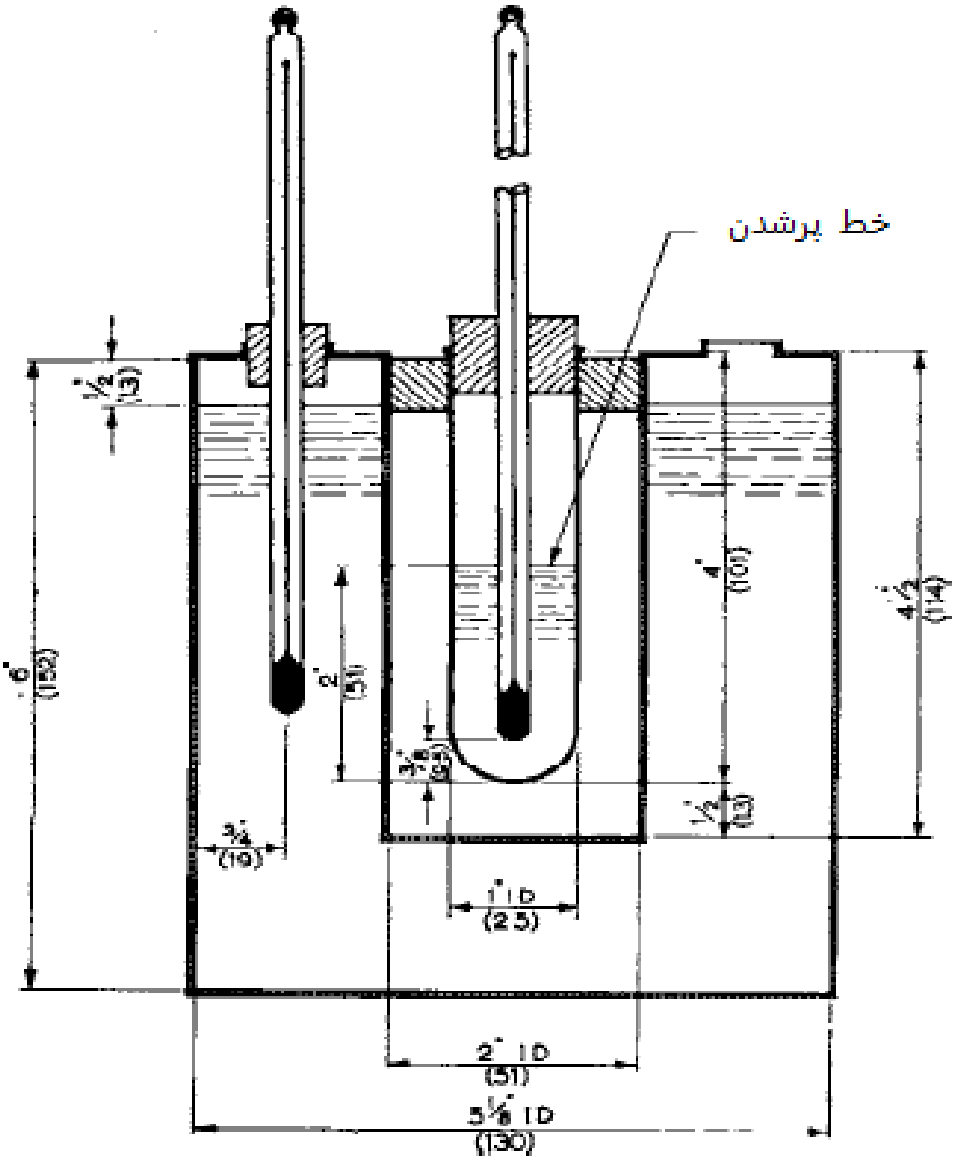
یادآوری- ابزارهای دیگر جهت مشاهده دما (برای مثال، یک آشکارساز مقاوم در برابر دما متصل به داده نگار یا کامپیوتر) ممکن است به جای دماسنج نقطه ذوب استفاده شود که نتایج آماری معادلی را ارائه می‌دهد و آزمایشگاه‌های جایگزین داده‌های لازم برای نشان دادن این برابری را جمع آوری می‌کنند.

الف-۵ وسیله اندازه‌گیری دمای حمام، هر دماسنج با غوطه‌وری جزئی مناسب، یا وسیله معادل دیگر، دارای درستی حداقل ۱/۰ °C (۲ °F) در سراسر محدوده مورد نیاز

الف-۶ زمان‌سنج، زمان‌سنج فاصله‌ای[2] یا کرنومتر

1- Tight-Fitting
1- Interval Timer

یاداوری- ابعاد برحسب اینچ (میلی‌متر)



شکل الف-۱- دستگاه اندازه‌گیری نقطه ذوب (منحنی سرد شدن) موم نفتی

پیوست ب

(اطلاعاتی)

پایش کنترل کیفیت

ب-۱ عملکرد دستگاه یا روش آزمون را به‌وسیله آنالیز نمونه (های) کنترل کیفیت (QC) تایید کنید.

ب-۲ نیاز است که کاربر روش آزمون، مقدار میانگین و محدوده پایش نمونه QC را قبل از بررسی فرایند اندازه‌گیری تعیین کند (استاندارد ASTM D 6299 و استاندارد MNL7[1] را ببینید).

ب-۳ نتایج QC را ثبت کرده و آنالیز را توسط نمودارهای کنترلی یا دیگر روش‌های معادل آماری انجام دهید تا وضعیت کنترل آماری فرایند کلی آزمون مشخص گردد (استاندارد ASTM D 6299 و استاندارد MNL7 را ببینید). (در صورت عدم وجود الزامات صریح و روشن در این روش آزمون، این بند تکرار روش آزمون را ارائه می‌دهد. دلیل یا دلایل اصلی هر داده خارج از محدوده کنترل را بررسی کنید.

ب-۴ در صورت عدم وجود الزامات صریح و روشن ارائه شده در روش آزمون، تکرار آزمون QC به میزان بحرانی بودن[2] کیفیت اندازه‌گیری‌شده، پایداری اثبات‌شده روش آزمون و نیازمندی‌های مشتری بستگی دارد. معمولا یک نمونه QC در هر روزی که آزمون انجام می‌شود با نمونه‌های معمول آنالیز می‌شود. اگر تعداد زیادی نمونه به‌صورت معمول آنالیز می‌شود، افزایش تعداد نمونه‌های QC توصیه می‌گردد. با این حال، هنگامی‌که آزمون تحت کنترل آماری است، کاهش تعداد آزمون QC مجاز است. به منظور اطمینان از کیفیت داده‌ها، توصیه می‌شود دقت نمونه QC در مقابل دقت روش آزمون این استاندارد بررسی گردد (استاندارد
ASTM D 6299 را ببینید).

ب-۵ توصیه می‌شود که در صورت امکان، نوع نمونه QC که معمولا آزمون می‌شود، نماینده ماده‌ای باشد که به‌صورت معمول آنالیز می‌گردد. توصیه می‌شود یک منبع فراوان از ماده نمونه QC برای دوره معین استفاده در دسترس باشد و باید تحت شرایط پیش‌بینی‌شده ذخیره‌سازی همگن و پایدار باشد.

ب-۶ برای راهنمایی بیشتر درمورد QC و روش‌های نموداری کنترل[3]، استاندارد ASTM D 6299 و استاندارد MNL7 را ببینید.

---

۱ - راهنمای معرفی آنالیز نمودار کنترل داده‌ها، چاپ ششم، ASTM International, W. Conshohocken, PA.

2-Criticality
3-Control charting techniques