



دستگاه تعیین مقدار روغن

دستگاه آزمون نفوذ سوزن

موم‌های پارافینی در بسیاری از کاربردهای صنعتی و مصرفی استفاده می‌شوند. ما تجهیزات آزمون و تحلیل موم پارافینی را برای تعیین طیف گسترده‌ای از خواص شیمیایی و فیزیکی تولید می‌کنیم. آنالیز پارافین می‌تواند شامل خلوص، آلودگی، اجزای جزئی، نقطه ذوب، مقدار روغن و موارد دیگر باشد.

- نقطه ذوب، ASTM D87
- نقطه ذوب قطره‌ای، ASTM D127
- مقدار روغن، ASTM D721
- رنگ، شماره ASTM D156 Saybolt
- بو، ASTM D1833
- نفوذ، ASTM D1321
- آروماتیک‌های چندحلقه‌ای FDA 121-1156، FDA
- چگالی، ASTM D1298
- ناخالصی‌های مکانیکی
- مقدار آب
- مقدار حلال، (بنزن، تولوئن)
- اسید و قلیای محلول در آب
- آنالیز عناصر کم‌مقدار
- آنالیز آلودگی
- و آزمون‌های دیگر

در ادامه، برخی از این آزمون‌ها را به اختصار بررسی می‌کنیم.

## الف - نقطه ذوب قطره‌ای، ASTM D127

### 6. تجهیزات

- 6.1 لوله‌های آزمایش - لوله‌های آزمایش استاندارد با قطر خارجی 25 mm (1 in.) و طول 150 mm (6 in.) لوله‌های آزمایش باید از درپوش‌های چوب‌پنبه‌ای دارای شیار در طرفین، برای امکان گردش هوا، و سوراخ‌دار در مرکز برای قرارگیری دماسنج استفاده کنند.
- 6.2 حمام - ظرفی شفاف با ظرفیت حداقل 1500 mL که امکان غوطه‌وری لوله‌های آزمایش تا عمق حداقل 90 mm را فراهم کند و درعین‌حال، عمق تقریبی 15 mm آب در زیر کف لوله‌های آزمایش باقی بماند.
- 6.3 دماسنج، دارای محدوده‌ای مطابق جدول زیر و منطبق با الزامات تعیین‌شده در Specification E 1 یا مشخصات دماسنج‌های استاندارد IP:

| Thermometer Range | Thermometer Number |     |
|-------------------|--------------------|-----|
|                   | ASTM               | IP  |
| 32 to 127°C       | 61C                | 63C |
| 90 to 260°F       | 61F                | ... |

- 6.4 دماسنج حمام، از هر نوع مناسب، با دقت 0.5°C (1°F) در سراسر محدوده موردنیاز.

### 7. روش اجرا

- 7.1 مقدار کافی و نماینده‌ای از ماده مورد بازرسی تهیه کنید. برای هر مجموعه شامل دو اندازه‌گیری، از بخش تازه‌ای از نمونه استفاده کنید. نمونه را به آرامی ذوب کنید تا دما به 93°C (200°F) یا حدود 11°C (20°F) بالاتر از نقطه ذوب قطره‌ای مورد انتظار برسد؛ هرکدام بیشتر است. مقدار کافی از نمونه را در ظرفی با کف تخت قرار دهید تا عمق نمونه 12 + 1 mm باشد. با استفاده از هر دماسنج آزمایشگاهی عمومی مناسب برای اندازه‌گیری، دمای نمونه را به 6 تا 10°C (11°F تا 20°F) (یادداشت 2) بالاتر از نقطه ذوب قطره‌ای آن تنظیم کنید. یکی از حباب‌های دماسنج آزمون را تا حدود 4°C (40°F) سرد کنید. آن را خشک کنید و سریع اما با دقت، حباب سردشده را به صورت عمودی در نمونه گرم فرو ببرید تا با کف ظرف تماس پیدا کند (حدود 12 mm غوطه‌وری) و بلافاصله بیرون بکشید. دماسنج را به صورت عمودی و دور از گرما نگه دارید تا سطح آن کدر شود؛ سپس آن را حداقل به مدت 5 min در آبی با دمای 16 + (- 2°F) (60 + 1°C) قرار دهید. با استفاده از همین روش، نمونه آزمون دیگری از همان

نمونه تهیه کنید.

یادداشت 2 - دمای فروربردن  $11^{\circ}\text{C}$  ( $20^{\circ}\text{F}$ ) بالاتر از نقطه انجماد، مطابق روش آزمون D 938، معمولاً 6 تا  $10^{\circ}\text{C}$  ( $20^{\circ}\text{F}$ ) تا  $11^{\circ}\text{C}$  بالاتر از نقطه ذوب قطره‌ای واقعی خواهد بود.

7.2 دماسنج‌ها را با استفاده از چوب‌پنبه‌ها به‌طور محکم در لوله‌های آزمایش ثابت کنید، به‌گونه‌ای که نوک هر دماسنج تقریباً 15 mm بالاتر از کف لوله آزمایش قرار گیرد. لوله‌های آزمایش را در حمام آبی با دمای  $16 \pm 1^{\circ}\text{C}$  ( $60 \pm 2^{\circ}\text{F}$ ) وارد کنید و ارتفاع لوله‌ها را طوری تنظیم کنید که نشانه‌های غوطه‌وری روی دماسنج‌ها هم‌سطح با سطح بالایی آب باشند. دمای حمام را با نرخ تقریبی  $2^{\circ}\text{C}$  ( $3^{\circ}\text{F}$ )/min تا  $38^{\circ}\text{C}$  ( $100^{\circ}\text{F}$ ) افزایش دهید؛ سپس با نرخ تقریبی  $1^{\circ}\text{C}$  ( $2^{\circ}\text{F}$ )/min ادامه دهید تا نخستین قطره ماده از هر دماسنج جدا شود. در هر مورد، دمایی را که نخستین قطره از دماسنج سقوط می‌کند ثبت کنید.

## ب - آزمون نفوذ، ASTM D1321

### 6. تجهیزات

6.1. برای اعمال سوزن استاندارد بر سطح نمونه آزمون و اندازه‌گیری میزان نفوذ در پایان آزمون، پترومتر باید به‌گونه‌ای ساخته شود که نوک سوزن با دقت در سطح افقی نمونه آزمون قرار گیرد و هم‌زمان مقدار «صفر» روی نشانگر حفظ شود. دستگاه نشان‌داده‌شده در شکل 1، ترسیمی ترکیبی از دو نوع موجود دستگاه است؛ نوعی با میز قابل تنظیم و نوعی با مجموعه سوزن قابل تنظیم؛ استفاده از هر یک از این دو نوع مجاز است. سوزن دارای وزنه باید هنگام رها شدن، بدون اصطکاک قابل‌توجه سقوط کند. دستگاه باید به پیچ‌های تراز و تراز حبابی مجهز باشد تا محور پیستون در وضعیت کاملاً عمودی حفظ شود. مقیاس نشانگر باید برحسب تقسیمات یک‌دهم میلی‌متر کالیبره شده و حداقل محدوده 250 دهم میلی‌متر را داشته باشد.

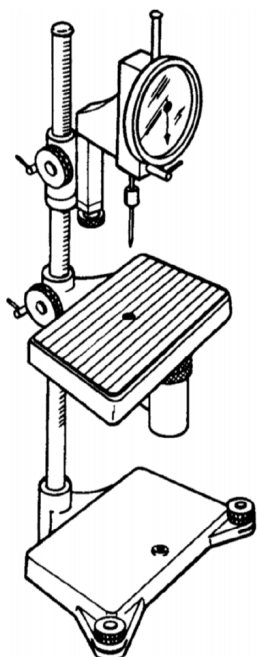
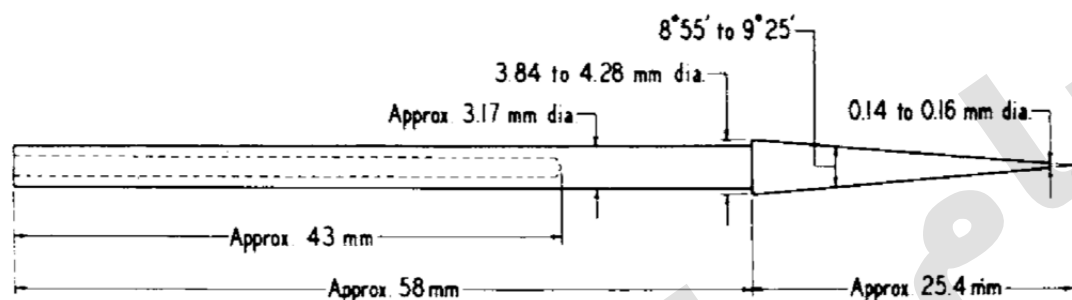


FIG. 1 Penetrometer

6.2. **تجهیزات و مواد** - می‌توان از مکانیزم آزادسازی خودکار زمان‌سنج متصل به پنترومتر استفاده کرد. در روش جایگزین، استفاده از کرنومتر مدرج با فواصل  $s-0.1$  مجاز است.

6.3. **روش آزمون** - طول سوزن باید تقریباً  $83\text{ mm}$  باشد و با ابعاد نشان‌داده‌شده در شکل 2 مطابقت داشته باشد. سوزن باید در یک انتها به صورت متقارن به مخروطی با زاویه‌ای در محدوده  $8^\circ$  تا  $55\text{ min}$ ،  $9^\circ$  در سراسر طول مخروط باریک شود. محور مخروط باید در محدوده حداکثر  $0.13-0.005\text{ mm}$  (0.005-in.) لنگی، با محور میله منطبق باشد (قرائت کل نشانگر). بخش مخروطی سوزن باید از فولاد زنگ‌نزن کاملاً سخت‌کاری و تمپر شده،

Grade 440-C یا معادل آن، با سختی راکول C57 تا 60 ساخته شود. پس از مخروطی کردن، نوک باید به صورت مخروط ناقص سنگ زده شود؛ قطر قاعده کوچک آن باید 0.14 تا 0.16 mm باشد. سطح قطع شده باید با محور سوزن زاویه ای حداکثر 2° داشته و لبه آن تیز و عاری از پلیسه باشد. سطح مخروطی و بخش قطع شده باید تا زبری 0.2 (rms) ( $8 \mu\text{in.}$ ) پرداخت شوند. وزن نهایی سوزن باید 2.5 g  $\pm$  0.05 باشد. وزن کل پیستون باید 47.5 g  $\pm$  0.05 باشد؛ برای نصب روی پیستون، وزنه ای با وزن 50 g  $\pm$  0.05 مورد نیاز است.



Shaft drilled out and length adjusted to give final weight of  $2.5 \pm 0.05$  g

**FIG. 2 Standard Needle**

یادداشت 2 - مؤسسه ملی استانداردها و فناوری، دقت سوزن های نفوذ را مطابق این تلورانس های مجاز اندازه گیری و تأیید می کند.

6.4. قطر داخلی 25.4  $\pm$  1.6 mm (1 1/16-in.  $\pm$  1.6 mm)، ارتفاع 31.8  $\pm$  1.6 mm (1 1/4-in.  $\pm$  1.6 mm)، شامل استوانه ای برنجی با دو انتهای باز، با قطر داخلی 25.4  $\pm$  1.6 mm (1 1/16-in.  $\pm$  1.6 mm) و ضخامت دیواره 3.2  $\pm$  0.6 mm (1/16-in.  $\pm$  0.6 mm).

1.6-in.  $\pm$  1/16-in. (1.6  $\pm$  1/8 mm). برای جلوگیری از لغزش موم های بسیار سخت، باید چند رزوه یا شیار در بخش مرکزی دیواره داخلی استوانه ایجاد شود. هنگام ریخته گری نمونه آزمون، استوانه باید روی صفحه پایه ای از جنس برنج قرار گیرد که با مخلوطی با حجم های مساوی از گلیسیرین و آب مرطوب شده

6.5. **توانایی های فنی و تخصصی**، قادر به حفظ دمای

2.2°C (75 6 4°F). 6 23.9

6.6. با ظرفیت حداقل L-10، قادر به حفظ دمای آزمون در محدوده ( 60.2°F ( 60.1°C (یادداشت 4). حمام آب باید از شیشه یا ماده شفاف مناسب دیگری ساخته شده باشد یا پنجره‌ای داشته باشد تا امکان مشاهده افقی نمونه آزمون فراهم شود. باید امکان غوطه‌وری نمونه آزمون در حمام تا عمق حداقل 102 mm (4 in.) و نگهداری آن روی قفسه مشبک آماده‌سازی در فاصله حداقل 51 mm (2 in.) از کف حمام وجود داشته باشد. حمام همچنین باید به قفسه مشبک و صلب آزمون مجهز باشد که حدود 51 mm پایین‌تر از سطح آب قرار گیرد تا نمونه آزمون را هنگام نفوذ سوزن نگه دارد.

6.7. 64C یا 64F طبق Specification E1، یا دماسنج S64C یا S64F طبق Specification E2251، دارای محدوده 25 تا 55°C یا 77 تا 131°F و منطبق با الزامات

6.8. ابعاد  $63.5 \text{ mm} \pm 1.6 \text{ mm}$  در  $38 \text{ mm} \pm 1.6 \text{ mm}$  در  $1.6 \text{ mm} \pm 0.16 \text{ in}$  در  $1.6 \text{ mm} \pm 0.16 \text{ in}$  در  $1/4 \text{ in} \pm 0.16 \text{ in}$  برای نگهداری نمونه آزمون هنگام آماده‌سازی نمونه. تکیه‌گاه نمونه آزمون در دوره سردشدن روی ماده عایق، مانند چوب‌پنبه یا درپوش‌های لاستیکی، قرار می‌گیرد.

## 7. آمادہ سازی نمونہ آزمون

7.1 نمونه موم را با استفاده از حمام آب یا آون که در دمای  $17^{\circ}\text{C}$  ( $30^{\circ}\text{F}$ ) بالاتر از نقطه انجماد یا نقطه ذوب مورد انتظار آن نگه داشته شده است، گرم کنید (به ترتیب طبق روش آزمون D938 یا روش آزمون D87) و از گرم شدن موضعی بیش از حد جلوگیری کنید. اطمینان حاصل کنید که نمونه همگن و عاری از حباب‌های هوا باشد.

در اتاق یا محفظه آزمون که در دمای  $23.9 \pm 2.2^{\circ}\text{C}$  ( $75 \pm 4^{\circ}\text{F}$ ) نکه داشته می‌شود، صفحه برنجی را روی تکیه‌گاهی پایدار، مانند دریوش‌ها یا چوب‌پنبه‌ها، قرار دهید و سطح بالایی صفحه را با مخلوطی از حجم‌های مساوی گلیسیرین و آب مرطوب کنید. ظرف نمونه آزمون را روی صفحه قرار دهید و سپس موم ذوب‌شده را به‌گونه‌ای در آن بریزید که یک منیسک محدب تشکیل شود. اجازه دهید ظرف و محتویات آن به مدت 1 h در اتاق و در دمای  $23.9 \pm 2.2^{\circ}\text{C}$  سرد شوند. سپس موم اضافی را از قسمت بالایی ظرف بتراشید و صفحه برنجی را جدا کنید. سطح صاف موم را رو به بالا قرار دهید. نمونه آزمون را به مدت 1 h در حمام و در دمای آزمون، با دقت  $0.1^{\circ}\text{C}$  ( $0.2^{\circ}\text{F}$ )، آماده‌سازی دمایی کنید.

یادداشت 3 - موم‌های بسیار سخت گاهی از دیواره‌های ظرف نمونه آزمون فاصله می‌گیرند؛ در چنین مواردی، گوه‌گذاری نمونه آزمون در ظرف مجاز است.

## 8. روش اجرا

8.1 پایه پنترومتر را برعکس کنید و سر پنترومتر را روی لبه حمام آب و بالای قفسه مشبک آزمون مورد استفاده برای نگهداری نمونه آزمون قرار دهید. ممکن است برای متعادل کردن سر دستگاه، قرار دادن وزنه‌ای روی پایه پنترومتر ضروری باشد (یادداشت 5). پنترومتر و قفسه مشبک داخل حمام آب را تراز کنید.

یادداشت 4 - در روش جایگزین، پنترومتر را می‌توان داخل حمام آب قرار داد. همچنین می‌توان حمام کوچکی را روی پایه پنترومتر قرار داد، مشروط بر اینکه دمای آزمون (در محدوده  $0.1^{\circ}\text{C}$  ( $60.2^{\circ}\text{F}$ )) و گردش آب موردنیاز در بالا و پایین نمونه آزمون حفظ شود و علاوه بر آن، دمای حمام کوچک بلافاصله پیش از آزمون هر نمونه آزمون با استفاده از دماسنج مشخص‌شده در 6.7 اندازه‌گیری شود. اصلاحات مربوط به ساقه بیرون‌مانده باید زمانی اعمال شوند که مقدار اصلاح به  $0.05^{\circ}\text{C}$  ( $0.1^{\circ}\text{F}$ ) یا بیشتر برسد. اگر پنترومتر از نوع دارای میز قابل تنظیم باشد، استفاده از یکی از روش‌های جایگزین فوق الزامی است.

8.2 ظرف نمونه آزمون را روی قفسه مشبک آزمون قرار دهید، به‌گونه‌ای که سطح صاف موم که با صفحه برنجی در تماس بوده است، در بالا قرار گیرد. اطمینان حاصل کنید که ظرف یا قفسه آزمون هنگام آزمون لق نزند. سطح آب را طوری تنظیم کنید که حداقل 25 mm (1 in.) بالاتر از سطح بالایی



نمونه آزمون باشد و آن را در دمای آزمون حفظ کنید.

یادداشت 5 - آزمون را می‌توان در هر دمایی در محدوده 25 تا 77 °C (55 تا 130 °F) انجام داد. معمولاً از دماهای 25، 35، 45 یا 113، 95، 77 °C یا 122 °F استفاده می‌شود.

8.3 یک وزنه 50-g بالای سوزن پنترومتر قرار دهید تا بار کل سوزن و همه متعلقات آن 100 ± 0.15 g شود. اطمینان حاصل کنید که مکانیزم آزادسازی روی میله گیر نمی‌کند و نشانگر مقیاس در وضعیت «صفر» قرار دارد. بسته به نوع دستگاه، مجموعه نشانگر یا میز را تنظیم کنید تا نوک سوزن تقریباً سطح نمونه آزمون را لمس کند. مجموعه متحرک را در این وضعیت به‌طور محکم قفل کنید.

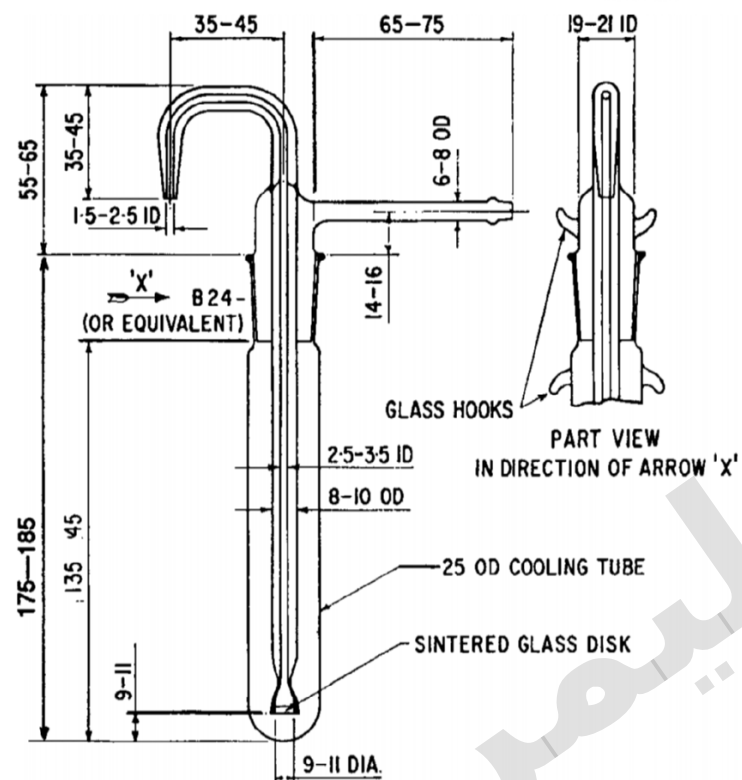
8.4 سپس با استفاده از تنظیم حرکت آهسته، نوک سوزن را به آرامی به سطح نمونه آزمون برسانید و برای تنظیم دقیق، انعکاس نوک سوزن را مشاهده کنید. پس از اطمینان از قرار داشتن دمای حمام در محدوده مشخصات مناسب، میله سوزن را آزاد کنید و آن را به مدت 5.0 ± 0.1 s آزاد نگه دارید؛ زمان این بازه را به صورت خودکار یا با کرنومتر مدرج با دقت 0.1 s اندازه‌گیری کنید. سپس میله نشانگر را به آرامی فشار دهید تا توسط میله سوزن متوقف شود و میزان نفوذ را از روی مقیاس نشانگر بخوانید.

8.5 چهار آزمون را در نقاطی با فاصله تقریباً مساوی از یکدیگر (نه کمتر از 12.7 mm (1/2 in)) (فاصله) روی محیطی انجام دهید که حداقل 3.2 mm (1/8 in) از دیواره طرف فاصله داشته باشد. پیش از هر آزمون، سوزن را با پارچه‌ای تمیز و خشک، با حرکت به سمت نوک آن، به دقت پاک کنید تا تمام موم چسبیده جدا شود؛ سوزن را مطابق بند 8.4 در موقعیت قرار دهید و آزمون را انجام دهید.

## ج - مقدار روغن، ASTM D721

### 5. تجهیزات

5.1. فیلترهای تفجوش شده با قطر 10-15 mm و حداکثر قطر منافذ 10 تا 15  $\mu\text{m}$ ، که طبق روش مندرج در پیوست X1 تعیین می شود، مجهز به لوله ورودی فشار هوا و نازل خروجی. این مجموعه دارای اتصال شیشه ای پرداخت شده برای نصب روی لوله آزمایش 25 در mm-170 است. ابعاد مجموعه فیلتراسیون مناسب در شکل 1 نشان داده شده است.



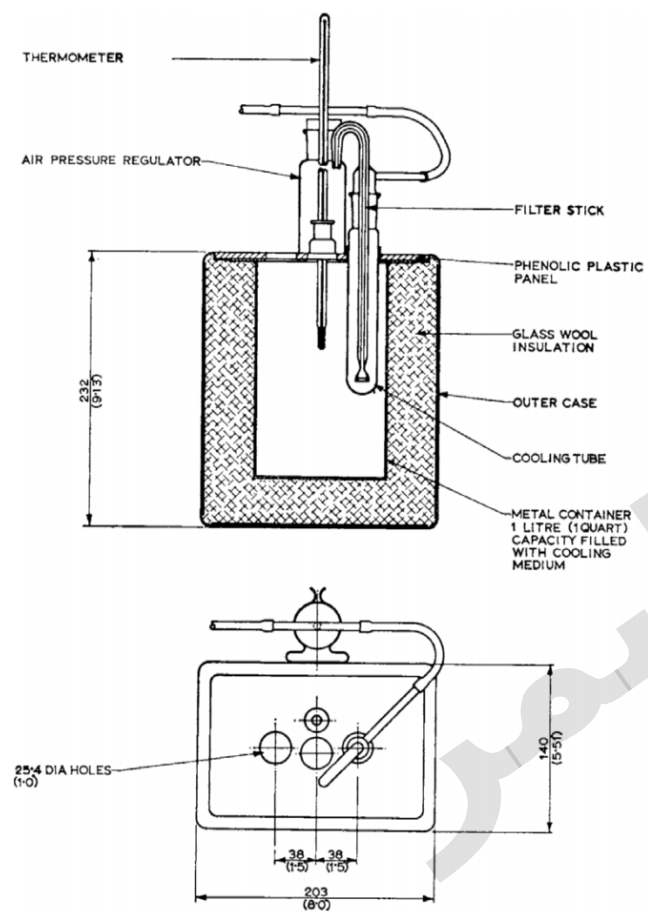
All dimensions are in millimetres

FIG. 1 Filter Stick

یادداشت 2 - در صورت تمایل می‌توان از میله فیلتر فلزی استفاده کرد. میله فیلتر ساخته شده از فولاد زنگ‌نزن، دارای دیسکی به قطر 12.7--1/2 mm

(in. و حداکثر قطر منافذ 10 تا 15- $\mu$ m، که طبق روش آزمون E128 تعیین شده است، مناسب تشخیص داده شده است.<sup>5</sup> دستگاه فلزی داخل لوله آزمایش 25 در mm-150 قرار گرفته و با استفاده از چوب‌پنبه در جای خود ثابت می‌شود.

5.2. □□□□□□□□□□، شامل جعبه‌ای عایق‌کاری‌شده با سوراخ‌هایی به قطر 30 + - 5 (1.2 + - 0.2-in.) mm در مرکز، برای جای‌دادن هر تعداد دلخواه لوله آزمایش. حمام را می‌توان با محیط مناسبی مانند نفت سفید پر کرد و با گردش مبرد درون کویل‌ها یا استفاده از دی‌اکسیدکربن جامد سرد کرد. حمام سردکننده مناسب برای سه لوله آزمایش در شکل 2 نشان داده شده است.



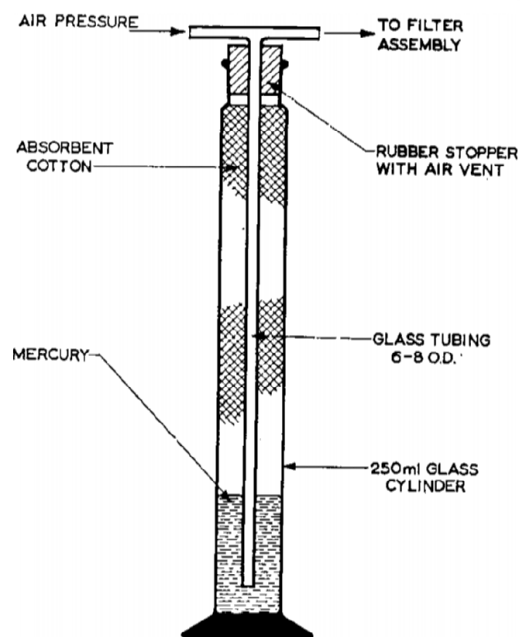
All dimensions are in millimetres (inches)

**FIG. 2 Cooling Bath**

5.3 یا وسیله توزیع معادل، قادر به تحویل  $1 \pm 0.05$  g موم مذاب.

5.4 یا وسیله توزیع حجمی معادل، قادر به تحویل  $15 \pm 0.06$  mL.

5.5 **تجهیزات و مواد:** طراحی شده برای تأمین هوا به مجموعه فیلتراسیون (8.5) با حجم و فشار مورد نیاز برای ایجاد جریان یکنواخت فیلتر شده. استفاده از شیر کاهنده فشار متداول یا رگولاتور حباب ساز جیوه ای مناسب تشخیص داده شده است. نوع دوم، که در شکل 3 نشان داده شده، شامل استوانه ای شیشه ای با ظرفیت 250 mL و یک لوله T شکل است که به وسیله درپوش لاستیکی شیاردار در طرفین داخل استوانه نگه داشته می شود تا هوای اضافی خارج شود. حجم و فشار هوای ورودی به مجموعه فیلتراسیون با عمقی که لوله T شکل در جیوه انتهای استوانه فرو می رود تنظیم می شود. پنبه جاذب قرار گرفته در فضای بالای جیوه از پاشش و هدررفت جیوه جلوگیری می کند. رگولاتور فشار هوا با استفاده از لوله لاستیکی به میله و مجموعه فیلتر متصل می شود.



All dimensions are in millimetres

### FIG. 3 Air Pressure Regulator

:□□□ □□□□□□□□□□ □□□□□□ 5.6

5.6.1 □□□□□□، دارای محدوده‌ای مطابق جدول زیر و منطبق با الزامات تعیین شده در Specification E1 یا مشخصات دماسنج‌های استاندارد IP.

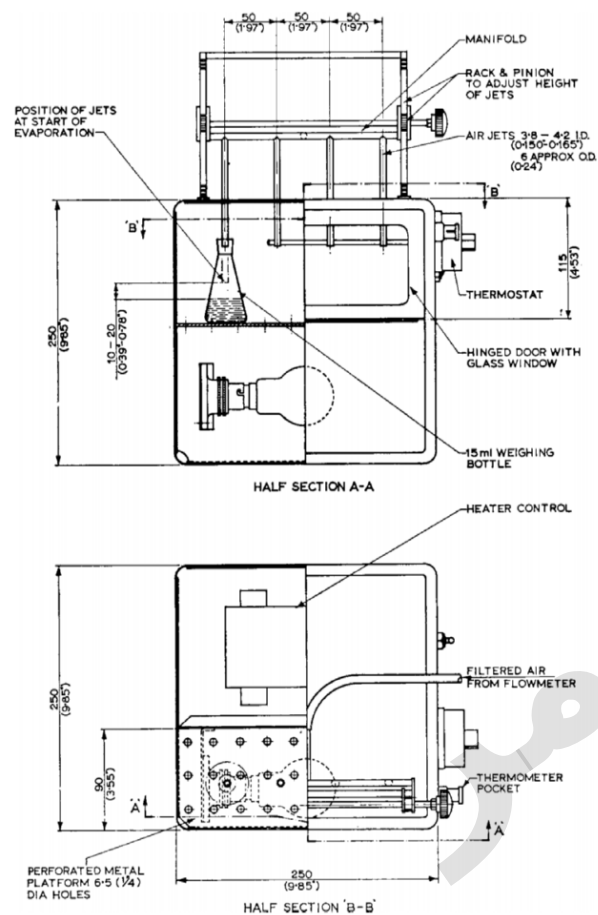
| Temperature Range | Thermometer Number |     |
|-------------------|--------------------|-----|
|                   | ASTM               | IP  |
| -37 to +21°C      | 71C                | 72C |
| -35 to +70°F      | 71F                | 72F |

5.6.2 دستگاه‌های اندازه‌گیری دما، به‌جز موارد توصیف‌شده در 5.6.1، برای این روش آزمون نیز مناسب هستند؛ مشروط بر اینکه پاسخ دمایی مشابه دماسنج‌های معادل جیوه‌ای در شیشه داشته باشند.

5.7 5.7.1 درپوش شیشه‌ای، دارای ظرفیت معمول 15 تا 25 mL.

5.8 5.8.1 شامل محفظه تبخیر و اتصالات، اساساً مطابق شکل 4، و قادر به حفظ دمای 35 ± 2°F (95 ± 1°C) اطراف بالن تبخیر. جت‌ها را با قطر داخلی 4 ± 0.2 mm برای دمش جریان هوای تمیز و خشک به‌صورت عمودی رو به پایین داخل بطری توزین بسازید. هر جت را طوری نگه دارید که نوک آن در آغاز تبخیر 15 ± 5 mm بالاتر از سطح مایع باشد. هوای تصفیه‌شده را با نرخ 2 تا 3 L/min برای هر جت تأمین کنید. یکی از روش‌های تصفیه هوا، عبور دادن آن از لوله‌ای با قطر داخلی تقریبی 10-mm است که تا ارتفاع تقریبی 200 mm با پنبه جاذب به‌صورت آزادانه پر شده باشد. پاکیزگی هوا را به‌طور دوره‌ای با تبخیر 4 mL متیل اتیل کتون طبق روش مشخص‌شده در 8.5 بررسی کنید. هنگامی که باقیمانده از 0.1 mg بیشتر نباشد، تجهیزات تبخیر به‌درستی کار می‌کنند.





All dimensions are in millimetres (inches)

**FIG. 4 Evaporation Assembly**

5.9.  $\square\square\square\square\square\square$   $\square\square\square\square\square\square$ ، قادر به تکرارپذیری وزن‌ها با دقت 0.1 mg.

5.10.  $\square\square\square\square$   $\square\square\square\square$  - قطعه‌ای سیم سخت از جنس آهن، فولاد زنگ‌نزن یا سیم نیکروم، تقریباً (No. 20 B & S با قطر 0.9 mm) یا گیج 16 swg، به طول 250 mm. در هر انتها حلقه‌ای با قطر 10-mm ایجاد شود و حلقه انتهایی به گونه‌ای خم شود که صفحه حلقه بر سیم عمود باشد.

## 6. معرف‌ها

6.1.  $\square\square\square\square$   $\square\square\square\square$   $\square\square\square\square$ ، منطبق با مشخصات کمیته معرف‌های تحلیلی انجمن شیمی آمریکا.

6.2. حلال را روی سولفات کلسیم بدون آب (5 درصد وزنی حلال) نگهداری کنید. پیش از استفاده، آن را صاف کنید.

6.3.  $\square\square\square$   $\square\square\square\square$ ، تمیز و فیلترشده.

## 7. نمونه

7.1. اگر نمونه موم 1 kg (2 lb) یا کمتر است، با ذوب کردن کل نمونه و هم زدن کامل، بخشی نماینده تهیه کنید. برای نمونه‌های بیش از 1 kg (2 lb)، دقت ویژه‌ای به کار ببرید تا بخشی واقعاً نماینده به دست آید؛ زیرا ممکن است روغن در سراسر نمونه به طور یکنواخت توزیع نشده باشد و عملیات مکانیکی مقداری از روغن را خارج کند.

## 8. روش اجرا

8.1. بخشی نماینده از نمونه را با استفاده از حمام آب یا آونی که در دمای 70 تا 158 ( $100^{\circ}\text{C}$  تا  $212^{\circ}\text{F}$ ) نگه داشته می‌شود، ذوب کنید. به محض ذوب کامل موم، آن را کاملاً مخلوط کنید. پیپت یا وسیله اندازه‌گیری معادل را پیش‌گرم کنید تا از جامد شدن موم در نوک آن جلوگیری شود و بلافاصله پس از ذوب موم، بخشی از نمونه را برداشت کنید. جرم موم منتقل شده به لوله آزمایش باید  $1.00 \pm 0.05$  g باشد. اجازه دهید لوله آزمایش سرد شود و آن را

با دقت حداقل 1 mg وزن کنید.

یادداشت 4 - وزن لوله آزمایشی که با استفاده از حلال‌ها تمیز می‌شود، به میزان قابل‌توجهی تغییر نخواهد کرد. بنابراین می‌توان وزن ظرف خالی را تعیین و بارها استفاده کرد.

8.2 مقدار 15 mL متیل اتیل کتون را به لوله آزمایش اضافه کنید و آن را تا سطح محتویاتش در حمام آب گرم

یا حمام بخار قرار دهید. مخلوط حلال و موم را با هم‌زدن عمودی توسط همزن سیمی گرم کنید تا محلولی همگن به دست آید. برای جلوگیری از اتلاف حلال بر اثر جوشاندن طولانی‌مدت، دقت کنید.

یادداشت 5 - نمونه‌های موم با نقطه ذوب بسیار بالا ممکن است محلول شفاف تشکیل ندهند. هم‌زدن را تا زمانی ادامه دهید که ماده حل‌نشده به‌صورت ابری ریز و یکنواخت پخش شود.

8.2.1 لوله آزمایش را داخل بشر 800-mL آب یخ فرو ببرید و هم‌زدن را تا سرد شدن محتویات ادامه دهید. همزن را خارج کنید. لوله آزمایش را از حمام یخ بیرون آورید، قسمت خارجی آن را با پارچه خشک کنید و با دقت حداقل 0.1 g وزن کنید.

یادداشت 6 - در طول این عملیات، کاهش حلال بر اثر تبخیر باید کمتر از 1% باشد. بنابراین وزن حلال عملاً ثابت است و پس از وزن‌کردن چند نمونه، می‌توان وزن تقریبی 11.9 g را به‌عنوان ضریب ثابت استفاده کرد.

8.3 دستگاه اندازه‌گیری دما را داخل لوله آزمایش وارد کنید و لوله حاوی دوغاب موم و حلال را در حمام سردکننده‌ای قرار دهید که در دمای  $-34.5^{\circ}\text{C}$  تا  $-2.0^{\circ}\text{F}$  ( $-30.0^{\circ}\text{C}$  تا  $1.0^{\circ}\text{C}$ ) نگه داشته می‌شود. در طول این مرحله سردکردن، هم‌زدن با استفاده از دستگاه اندازه‌گیری دما باید تقریباً پیوسته باشد تا هم‌زمان با رسوب موم، دوغابی با قوام یکنواخت حفظ شود. اجازه ندهید موم به دیواره‌های مخزن سردکننده بچسبد یا توده‌ای از بلورهای موم تشکیل شود. هم‌زدن را تا رسیدن دما به  $-31.7^{\circ}\text{F}$  ( $-25.0^{\circ}\text{C}$  تا  $0.3^{\circ}\text{C}$ ) ادامه دهید.

8.4 دستگاه اندازه‌گیری دما را از لوله خارج کنید و اجازه دهید برای مدت کوتاهی داخل لوله تخلیه شود؛ سپس بلافاصله میله فیلتر تمیز و خشکی را که پیش‌تر با قرار دادن در یک لوله آزمایش و نگهداری در دمای  $-34.5^{\circ}\text{C}$  ( $-30.0^{\circ}\text{F}$   $\pm 2.0$ ) در حمام سردکننده، حداقل به مدت 10 min سرد شده است، داخل مخلوط فرو ببرید. اتصال شیشه‌ای پرداخت‌شده فیلتر را در جای خود بنشانید تا آب‌بندی هوابندی ایجاد شود. یک بطری توزین بدون درپوش را که پیش‌تر همراه با درپوش شیشه‌ای آن با دقت 0.1 mg وزن شده است، زیر نازل خروجی مجموعه فیلتراسیون قرار دهید.

یادداشت 7 - برای اطمینان از دقت وزن بطری توزین در بسته، تمام اقدامات احتیاطی لازم را انجام دهید. پیش از تعیین این وزن، بطری توزین و درپوش تمیز و خشک را با متیل اتیل کتون بشوید، سطح خارجی آن‌ها را با پارچه خشک کنید و برای خشک‌شدن، حدود 5 min در مجموعه تبخیر قرار دهید. سپس بطری و درپوش را خارج کنید، نزدیک ترازو قرار دهید و پیش از وزن‌کردن اجازه دهید 10 min بمانند. در طول این دوره سردشدن، درپوش بطری را بگذارید. پس از خشک‌شدن بطری و درپوش در مجموعه تبخیر، آن‌ها را فقط با پنس بلند کنید. هنگام برداشتن و گذاشتن درپوش شیشه‌ای، با ملایمت عمل کنید.

8.5 به مجموعه فیلتراسیون فشار هوا اعمال کنید و بلافاصله حدود 4 mL فیلترات را در بطری توزین جمع‌آوری کنید. فشار هوا را آزاد کنید تا مایع به آرامی از نازل خروجی به عقب تخلیه شود. بطری توزین را بلافاصله خارج کنید، درپوش آن را بگذارید و بدون منتظر ماندن برای رسیدن به دمای اتاق، با دقت حداقل 10 mg وزن کنید. درپوش بطری را بردارید و آن را زیر یکی از جت‌های مجموعه تبخیر که در دمای  $35^{\circ}\text{C}$  ( $95^{\circ}\text{F}$   $\pm 2$ ) نگه داشته می‌شود قرار دهید؛ جت باید در مرکز گردن بطری و نوک آن 15  $\pm$  5 mm بالاتر از سطح مایع باشد. پس از تبخیر حلال، که معمولاً کمتر از 30 min طول می‌کشد، بطری و درپوش را خارج کرده و نزدیک ترازو قرار دهید. اجازه دهید 10 min بمانند و سپس با دقت 0.1 mg وزن کنید. روش تبخیر را با دوره 5-min به جای 30 min تکرار کنید تا زمانی که اختلاف بین دو وزن‌کشی متوالی از 0.2 mg بیشتر نباشد.