



SIRAF PETRO AZMA

پتروآزمای سیراف

شناسه ملی: ۱۴۰۰۷۵۷۰۳۷۹
شماره ثبت: ۶۴۴۵۱



استاندارد ملی ایران

۲۹۳۳

تجدید نظر اول

۱۳۹۴



جمهوری اسلامی ایران

Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization

INSO

2933

1st. Revision

2016

هیدروکربن‌های مایع - تعیین ضریب شکست
و پراکندگی شکست - روش آزمون

**Hydrocarbon liquids — Determination of
refractive index and refractive dispersion
— Test method**

ICS: 71.080.01



info@spazma.ir



www.spazma.ir



+98(51) 360 73629



+98(51) 360 64434



آدرس: مشهد، بلوار آزادی، آزادی ۲۷، ساختمان شماره ۱۸۳
No.183, Azadi 27th, Azadi Blvd, Mashhad, Iran



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، مصرفکنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، 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 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 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 میدهد 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 استانداردهای 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 آنها اعطا و بر عملکرد آنها 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 Electro technical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrology Legal)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد
« هیدروکربن‌های مایع – تعیین ضریب شکست و پراکندگی شکست – روش آزمون »
(تجدید نظر اول)

رئیس:

عدل نسب، لاله
(دکتری شیمی تجزیه)

سمت و / یا نمایندگی

پژوهشگاه استاندارد

دبیر:

افتخاری دافچاهی، سمیه
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

بیگلدلی، داوود

(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

آزمایشگاه پیرایه زیست قزوین

بیگلری، حسن

(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

پژوهشگاه استاندارد

حسینی، مجتبی

(کارشناس ارشد شیمی آلی)

شرکت بندر آبادان ده هزار

ردائی، احسان

(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد استان همدان

صنعتگر، الهام

(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

فرهادی، ذکریا

(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

شرکت فراپل جم

هاشمی، مهدی

(دکتری شیمی تجزیه)

دانشگاه بوعلی سینا همدان

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
۵	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ اصول کلی
۳	۵ روش الف، روش آزمون دستی (نوری- مکانیکی)
۹	۶ روش ب، روش آزمون خودکار (دیجیتال)
۱۲	پیوست الف (اطلاعاتی) عوامل موثر بر دقت و درستی
۱۴	پیوست ب (اطلاعاتی) کالیبراسیون دستگاه
۱۶	پیوست پ (اطلاعاتی) انعکاس در برابر نور عبوری
۱۷	پیوست ت (اطلاعاتی) راهنمایی برای کنترل کیفیت

پیش‌گفتار

استاندارد «هیدروکربن‌های مایع - تعیین ضریب شکست و پراکندگی شکست - روش آزمون» نخستین بار در سال ۱۳۷۶ تدوین شد. این استاندارد براساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط (شرکت رویان پژوهان سینا) و تایید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در یک هزار و چهارصد و سی و سومین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۹۴/۱۱/۲۰ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان ملی استاندارد 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 تجدیدنظر 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 ۲۹۳۳ سال ۱۳۷۶ است.

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

ASTM D1218: 2012, Standard Test Method for Refractive Index and Refractive Dispersion of Hydrocarbon Liquids

هیدروکربن‌های مایع - تعیین ضریب شکست و پراکندگی شکست - روش آزمون

هشدار - در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری اقدامات ایمنی و سلامتی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، اندازه‌گیری ضریب شکست هیدروکربن‌های مایع روشن و شفاف با دقت چهار رقم اعشار یا بهتر، در محدوده ۱/۳۳۰۰ تا ۱/۵۰۰۰ در دمای 20°C تا 30°C به روش دستی (نوری- مکانیکی) یا خودکار (دیجیتال) می‌باشد.

یادآوری - این روش آزمون برای اندازه‌گیری ضرایب شکست مایعات بالاتر از $1/5000$ و در دماهای پائین‌تر از 20°C و بالاتر از 30°C مناسب است، با این حال دقت این روش آزمون تعیین نشده است. تصدیق درستی چنین اندازه‌گیری‌هایی به دسترسی استانداردهای مرجع گواهی شده قابل اعتماد که عملکرد دستگاه مورد استفاده تحت شرایط خاص اندازه‌گیری را نشان می‌دهند، بستگی دارد.

۲-۱ این استاندارد ممکن است برای مایعات به شدت رنگی یا مایعات دارای نقاط حباب نزدیک به دمای آزمون که قبل از جابجائی قابل ملاحظه هوا خوانش نتیجه آزمون امکان‌پذیر نیست، کاربرد نداشته باشد. توصیه می‌شود رنگ مایع، رنگ شماره ۴ یا روشن‌تر ذکر شده در استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۳ باشد.

۳-۱ ضریب شکست و پراکندگی شکست از خواص فیزیکی بنیادی هستند که می‌توانند در ارتباط با سایر خواص برای تشخیص هیدروکربن‌های خالص و مخلوط آن‌ها مورد استفاده قرار گیرند.

هشدار - جیوه به عنوان یک ماده خطرناک است که می‌تواند سبب ایجاد آسیب به سیستم عصبی مرکزی، کلیه و کبد شود. جیوه یا بخار آن، برای سلامتی خطرناک است و خورنده مواد می‌باشد. توصیه می‌شود در صورت کار با جیوه و محصولات حاوی جیوه اقدامات ایمنی لازم در نظر گرفته شود. برای جزئیات بیشتر به برگه اطلاعات ایمنی مواد (MSDS)^۱ مراجعه کنید.

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 تجدیدنظرهای بعدی آن موردنظر 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:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲۰۳، فرآورده‌های نفتی - تعیین رنگ ASTM (مقیاس رنگ ASTM) - روش آزمون

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۴۷، اصول ساختمان و تنظیم دماسنج‌های آزمایشگاهی از نوع مایع در شیشه

2-4 ASTM D6299, Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance

2-5 ASTM D6300, Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants

۳ اصطلاحات و تعاریف

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

۱-۳

پراکندگی شکست^۱

اختلاف بین ضرایب شکست یک ماده با پرتوهایی با دو طول موج مختلف در صورتیکه دو ضریب شکست در دمای مشابهی اندازه‌گیری شده باشند.

یادآوری - برای تسهیل محاسبات، مقدار اختلاف به دست آمده به طور معمول در ۱۰۰۰۰ ضرب می‌شود.

۲-۳

ضریب شکست^۲

نسبت سرعت نور (با طول موج مشخص) در هوا به سرعت نور در ماده مورد آزمون است.

یادآوری - ضریب شکست به صورت دیگر نیز تعریف می‌شود که عبارت است از نسبت سینوس زاویه تابش به سینوس زاویه شکست زمانیکه نور از هوا وارد ماده می‌شود. این نسبت، ضریب نسبی شکست می‌باشد. اگر ضریب شکست مطلق (مربوط به خلاء) مورد نظر باشد، این مقدار باید در فاکتور ثابت ۱/۰۰۰۲۷، ضریب شکست مطلق هوا، ضرب گردد. مقدار عددی ضریب شکست مایعات به طور معکوس با طول موج و دما تغییر می‌کند.

۴ اصول کلی

ضریب شکست با استفاده از یک رفراکتومتر (انکسارسنج) با وضوح بالا از نوع نوری - مکانیکی یا دیجیتالی خودکار با کنترل دقیق دمای منشور اندازه‌گیری می‌شود. اصول دستگاه بر اساس مفهوم زاویه بحرانی می‌باشد.

1- Refractive dispersion

2- Refractive index

۵ روش الف، روش آزمون دستی (نوری - مکانیکی)

۱-۵ وسایل

۱-۱-۵ رفراکتومتر، رفراکتومتر نوری - مکانیکی با وضوح بالا، نوع آبه^۱ با گستره اندازه‌گیری مناسب (۱۳۳۰۰ تا ۱۵۰۰۰ یا بالاتر) و درستی / تفکیک‌پذیری ضریب شکست ۰٫۰۰۰۱ یا بهتر.

یادآوری-در حال حاضر رفراکتومترهای دستی نوع آبه (رفراکتومترهای زاویه بحرانی، به پیوست الف مراجعه کنید) در دسترس می‌باشند. انواع مختلفی از رفراکتومترها وجود دارند که برای این اندازه‌گیری مناسب می‌باشند. برخی از دستگاه‌ها طیف گسترده‌ای از اندازه‌گیری را ارائه می‌کنند، اما تصدیق یکنواختی دقت در سراسر محدوده اندازه‌گیری مهم است. مواد کالیبراسیون مناسب برای این تصدیق در دسترس می‌باشند.

۲-۱-۵ واحد کنترل دما، یا حمام مایع با قابلیت سرمایش و گرمایش و پمپ برای ثابت نگه‌داشتن دمای منشور در محدوده $0,1^{\circ}\text{C}$ از دمای موردنظر آزمون یا یک سامانه کنترل دمای الکترونیکی داخلی (به عنوان مثال سامانه پلتیر^۲). در صورت استفاده از حمام مایع، مایع داخل حمام ترموستات باید هنگام خروج از دستگاه و نه هنگام ورود به قسمت منشور، از دماسنج عبور کند و دمای آن خوانده شود. واحد کنترل دما باید مشخصات زیر را داشته باشد:

پایداری $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$

یکنواختی $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$

نمایش تفکیک‌پذیری $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$ یا بهتر

۳-۱-۵ دماسنج، دماسنج جیوه در شیشه مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۴۷، دارای گستره 19°C تا 27°C . برای دماسنج‌های به غیر از جیوه در شیشه، استفاده از یک پروب مقاوم پلاتینی، ترموکوپل یا حسگرهای دمای معادل قابل قبول است.

۴-۱-۵ منابع نوری، در ارتباط با رفراکتومتر نوری - مکانیکی (نوع آبه) منابع نوری مذکور در زیر می‌تواند استفاده شود:

۱-۴-۱-۵ لامپ قوس سدیم، طیف خطی Na_D در 589 nm .

۲-۴-۱-۵ لامپ قوس جیوه، طیف خطی Hg_c در 546 nm یا طیف خطی Hg_g در 436 nm .

۳-۴-۱-۵ لامپ قوس کادمیم، طیف خطی Cd_c در 644 nm .

۴-۴-۱-۵ لامپ قوس جیوه - کادمیم

1- Abbe
2- Peltier

۵-۴-۱-۵ لامپ تخلیه هلیم

یادآوری- اندازه‌گیری پراکندگی شکست، به بیش از یک نوع منبع نوری نیاز دارد.

۵-۱-۵ صافی‌های نوری، لامپ‌های قوس می‌توانند تعدادی از خطوط طیفی را منتشر کنند که در نتیجه آن، خطوط مرزی چند تایی^۱ در رفراکتومتر مشاهده می‌شود. صافی‌ها می‌توانند برای حذف خطوط ناخواسته خطوط مرزی^۲ استفاده شوند. بسته به طراحی دستگاه و پیشنهاد تولیدکننده، توصیه می‌شود تهیه‌کننده با توجه به نوع کاربرد از یک صافی مناسب (به عنوان مثال، صافی تداخلی) استفاده نماید.

۲-۵ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۲-۵ پنتان نرمال، با حداقل خلوص ۹۵٪ مولی، برای تمیز کردن وجوه منشور

هشدار- قابل اشتعال بوده و در صورتی که استنشاق شود باعث مسمومیت می‌گردد. بخارات آن ممکن است سبب آتش‌سوزی ناگهانی شود.

یادآوری- برخی هیدروکربن‌هایی با نقطه جوش پایین، در گستره 50°C تا 100°C ، قابل قبول می‌باشند.

۲-۲-۵ تولوئن، با درجه خلوص HPLC. برای تمیز کردن وجوه منشور

هشدار- قابل اشتعال بوده و دارای بخار مضر است.

۳-۲-۵ ۱- برموفتالن، با حداقل خلوص ۹۸٪ مولی، مایع تماسی هنگام کالیبره کردن با استاندارد مرجع جامد.

هشدار- ۱- برموفتالن هنگام بلعیده شدن سمی است.

۴-۲-۵ مواد مرجع اولیه، برای کالیبره کردن دستگاه.

۱-۴-۲-۵ استاندارد مرجع جامد، که مقدار ضریب شکست در بالای سطح فوقانی آن حک شده است.

۲-۴-۲-۵ آب مقطر یا یون‌زدایی شده، مطابق با نوع II یا III استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، در دمای 20°C ، $n_D=1,3330$ ، در دمای 25°C ، $n_D=1,3325$ و در دمای 30°C ، $n_D=1,3319$ باشد.

۳-۴-۲-۵ ۲، ۲، ۴- تری متیل پنتان، با حداقل خلوص ۹۹٪ مولی، در دمای 20°C ، $n_D=1,3915$ و در دمای 25°C ، $n_D=1,3890$ باشد.

۴-۴-۲-۵ متیل سیکلوهگزان، با حداقل خلوص ۹۹٪ مولی، در دمای 20°C ، $n_D=1,4231$ و در دمای 25°C ، $n_D=1,4206$ باشد.

۵-۴-۲-۵ تولوئن، با حداقل خلوص ۹۹٪ مولی، در دمای 20°C ، $n_D=1,4969$ و در دمای 25°C ، $n_D=1,4941$ باشد.

1- Multiple-borderlines

2-Borderlines

هشدار- ۲، ۲، ۴- تری متیل پنتان، متیل سیکلوهگزان و تولوئن قابل اشتعال می‌باشند. بخارهای ترکیبات مذکور، مضر می‌باشند.

یادآوری- سایر مواد خالص در صورتی که دارای حداقل خلوص ۹۹٪ مولی باشند و مقادیر درستی از ضرایب شکست آن‌ها در دماهای خاص در دسترس باشد، می‌توانند برای کالیبره کردن دستگاه به عنوان ماده مرجع اولیه مورد استفاده قرار گیرند. دقت این روش آزمون با استفاده از آب مقطر به عنوان کالیبره کننده (به بندهای ۵-۱۰-۱ و ۶-۹-۱ مراجعه کنید) به دست آمده است.

۵-۲-۵ مواد مرجع ثانویه، برای کالیبره کردن دستگاه.

۱-۵-۲-۵ استانداردهای کالیبراسیون روغن معدنی، اندازه‌گیری و تایید شده توسط تامین‌کنندگان برای گستره‌های خاص ضریب شکست و دما.

۳-۵ نمونه‌برداری

یک نمونه به مقدار حداقل ۵ ml مورد نیاز می‌باشد. نمونه نباید دارای مواد جامد معلق، آب یا مواد دیگری که ممکن است بر روی سطح منشور رسوب کرده و موثر بر خوانش اندازه‌گیری هستند، باشد. برای خارج کردن آب از هیدروکربن‌ها، آن‌ها را با کلسیم کلرید تماس دهید و به دنبال آن برای جدا کردن کلسیم کلرید از روش صاف کردن یا سانتریفوژ استفاده کنید. امکان تغییر ترکیب نمونه به وسیله عامل خشک‌کننده یا به وسیله جذب انتخابی بر روی صافی یا تبخیر جزء به جزء باید در نظر گرفته شود.

هشدار- هیدروکربن‌های فرار قابل اشتعال هستند.

۴-۵ آماده‌سازی دستگاه

۱-۴-۵ رفاکتومتر را باید به دقت تمیز نگاه‌دارید. گرد و غبار و روغن می‌تواند جزء نوری دستگاه را مختل کنند. وجوه منشور را با تولوئن و به دنبال آن با پنتان نرمال تمیز کنید (به یادآوری بند ۵-۲-۱ مراجعه کنید). وجوه منشور را با استفاده از سواب پنبه و پارچه مخصوص لنز تمیز و/یا با استفاده از مواد مشابه، مطابق با دستورالعمل سازنده تمیز کنید. وجوه منشور را از طریق مالش با پنبه خشک تمیز نکنید.

هشدار- این مواد فوق‌العاده قابل اشتعال می‌باشند. در صورت استنشاق، مضر بوده و بخارات آن ممکن است سبب آتش‌سوزی شود.

۲-۴-۵ ترموستات را طوری تنظیم کنید که دمای نشان داده شده به وسیله دماسنج رفاکتومتر در محدوده 0.1°C از دمای موردنظر تفاوت داشته باشد. سپس منبع نور را روشن کرده و اجازه دهید رفاکتومتر به مدت ۳۰ دقیقه به تعادل دمایی برسد.

یادآوری- ثبات دمایی منشور می‌تواند به طور جدی با تغییرات در شرایط محیطی از قبیل جابه‌جایی هوا یا تغییر در دمای اتاق تحت تاثیر قرار گیرد. توصیه می‌شود برای به حداقل رساندن این عوامل، اقدامات احتیاطی لازم را انجام دهید.

۵-۵ کالیبراسیون رفاکتومتر با استفاده از استاندارد مرجع جامد

۱-۵-۵ وجوه منشور و سطوح استاندارد مرجع جامد را به طور کامل تمیز کنید (به بند ۵-۲-۴-۱ مراجعه کنید). مجموعه منشور را باز کنید. یک قطره ۱- برموفتالین (در حدود ۱/۵ mm) را در سطح

صیقلی شده مواد مرجع جامد بریزید. استاندارد مرجع را در مقابل سطح منشور ساکن که انتهای صیقلی آن به طرف منبع نور باشد، فشار دهید.

۲-۵-۵ دستورالعمل سازنده را در مورد نحوه کالیبره کردن دستگاه با استفاده از استاندارد مرجع جامد انجام دهید.

۳-۵-۵ اگر ضریب شکست مشاهده شده از مقدار حک شده بر روی استاندارد مرجع جامد بیش از ۰٫۰۰۱ تفاوت داشته باشد، خوانش مقیاس رفراکتومتر را برای مطابقت با مقدار گواهی شده، طبق دستور سازنده تنظیم کنید.

۶-۵ کالیبراسیون رفراکتومتر با استفاده از استانداردهای مرجع مایع

۱-۶-۵ ضریب شکست هر یک از مواد مرجع مشخص شده در بندهای ۴-۲-۵ یا ۵-۲-۵ برای یک دمای آزمون مشخص را مطابق با روشی که در بند ۷-۵ شرح داده شده است، تعیین کنید. در صورتی که مقادیر به دست آمده برای مواد مرجع انتخاب شده در دمای آزمون مشخص بیش از ۰٫۰۰۱ با مقادیر بیان شده تفاوت داشته باشد، دستگاه را مطابق با دستورالعمل سازنده به نحوی تنظیم کنید که ضریب شکست به دست آمده مطابق با مقدار بیان شده باشد.

۲-۶-۵ برای درستی بهینه، از مواد مرجعی که ضریب شکست نزدیک به گستره ضریب شکست موردنظر و دما برای کالیبره کردن دستگاه داشته باشد، استفاده کنید.

۷-۵ روش انجام آزمون

۱-۷-۵ از تمیز و خشک بودن وجوه منشور اطمینان حاصل کنید. بررسی کنید که دمای منشور در محدوده $0,1^{\circ}\text{C}$ دمای موردنظر باشد.

۲-۷-۵ مجموعه منشور را باز کنید و در صورت لزوم قفل نکنید.

۳-۷-۵ یک یا دو قطره از نمونه را بر روی وجه منشور پایین تر قرار دهید. مجموعه منشور را ببندید و (در صورت لزوم) قفل کنید. منبع نور را روشن کنید. اجازه دهید به مدت ۳ دقیقه مجموعه به تعادل دمایی برسد.

۴-۷-۵ از طریق عدسی نگاه کنید و زمینه‌ای متشکل از نور و بخش تاریک را مشاهده کنید. دستورالعمل سازنده را برای تنظیم دستگاه به نحوی که مرز بین بخش‌های نورانی و تاریک تا حد امکان باریک شود، دنبال کنید.

۵-۷-۵ مطابق با دستورالعمل سازنده، هرگونه تنظیم اضافی را تا زمانی که تقاطع خط مرزی باریک از نقطه میانی خطوط ضربداری بر روی زمینه ایجاد شود، انجام دهید.

۶-۷-۵ ضریب شکست را بر حسب مقیاس قرائت کنید. بند ۵-۷-۵ را حداقل چهار بار تا نزدیک شدن از هر دو طرف خط مرزی باریک تکرار کنید و میانگین خوانش‌ها را یادداشت کنید.

۷-۷-۵ میانگین مقدار ضریب شکست را ثبت و گزارش کنید.

۸-۷-۵ در صورتی که دستگاه قادر به تعیین پراکندگی شکست است، منبع نور را به منبع نوری با طول موج‌های مختلف تغییر دهید. ضریب شکست در طول موج ثانویه را مطابق با بندهای ۴-۷-۵ تا ۷-۷-۵ تعیین کنید.

یادآوری- هنگام تعیین پراکندگی شکست، فرض بر آن است که دستگاه می‌تواند در هر دو طول موج مورد استفاده کالیبره شود.

۸-۵ کنترل کیفیت

۱-۸-۵ عملکرد روش آزمون را به وسیله آزمون یک نمونه کنترل کیفیت (QC)^۱ که پایدار بوده و معرف نمونه مورد نظر می‌باشد، تایید کنید.

۲-۸-۵ هنگامی که پروتکل‌های کنترل کیفیت/ تضمین کیفیت (QC/QA)^۲ در آزمون ایجاد شود، می‌تواند برای تایید اعتبار نتایج آزمون استفاده شود.

۳-۸-۵ هنگامی که هیچ پروتکل QC/QA در آزمون ایجاد نشود، پیوست ت را می‌توان برای ارائه دستورالعمل در انجام این کار، مورد استفاده قرار داد.

۹-۵ محاسبات و گزارش آزمون

۱-۹-۵ میانگین ضریب شکست را تا چهار رقم اعشار و دمای آزمون را که در آن آزمون انجام شده است، گزارش کنید به عنوان مثال معادله ۱:

$$n_D = x.xxxxx, 20^\circ C \text{ دمای } n_{589} = x.xxxxx, 20^\circ C \text{ دمای} \quad (1)$$

۲-۹-۵ در صورتی که اندازه‌گیری پراکندگی شکست انجام شود، مقدار مطلق تفاوت بین ضرایب شکست را در دو طول موج محاسبه کرده و تفاوت را در ۱۰۰۰۰ ضرب کنید. مقدار محاسبه شده و دمای آزمون را گزارش کنید. به عنوان مثال معادله ۲:

$$\left| (n_g - n_D) \right| \times 10000 \text{ در } t = 20^\circ C \quad (2)$$

که در آن:

n_D و n_g خطوط طیفی g جیوه و D سدیم مورد استفاده در اندازه‌گیری می‌باشند.

۱۰-۵ دقت و اریبی^۳

۱-۱۰-۵ دقت، ضریب شکست

1- Quality control
2- Quality Control/Quality Assurance
1- Bias

۱-۱-۱۰-۵ دقت برای روش آزمون ضریب شکست دستی (نوری - مکانیکی) توسط داده‌های آماری نتایج آزمون بین آزمایشگاهی در سال ۱۹۹۶ بر روی هشت نمونه مختلف از ده آزمایشگاه تعیین شده است، نتایج به شرح زیر است:

۲-۱-۱۰-۵ تکرارپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون که توسط یک آزمایشگر با وسایل یکسان، تحت شرایط عملکردی ثابت بر روی مواد آزمون یکسان در شرایط صحیح آزمایشی به دست آمده است، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد از مقادیر زیر بیشتر است (سطح اطمینان ۰.۹۵٪).

$$r_{\text{دستی}} = 0.0002 \quad (3)$$

۳-۱-۱۰-۵ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون مستقل و مجزا که توسط آزمایشگرهای مختلف در آزمایشگاه‌های متفاوت با مواد آزمون یکسان در شرایط صحیح آزمایشی به دست آمده است، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد از مقادیر زیر بیشتر است (سطح اطمینان ۰.۹۵٪).

$$R_{\text{دستی}} = 0.0005 \quad (4)$$

۴-۱-۱۰-۵ دقت این روش آزمون برای ضریب شکست دستی و خودکار مطابق با استاندارد ASTM D6300 با استفاده از نرم‌افزار D02 (D2PP) به دست آمده است.

۲-۱۰-۵ دقت، پراکندگی شکست

۱-۲-۱۰-۵ تکرارپذیری، برابر با ۰.۰۰۰۱۲.

۲-۲-۱۰-۵ تجدیدپذیری، برابر با ۰.۰۰۰۱۲.

۳-۱-۱۰-۵ دقت این روش آزمون برای پراکندگی شکست مطابق با استاندارد ASTM D6300 تعیین نشده است.

۶ روش ب، روش آزمون خودکار (دیجیتال)

۱-۶ وسایل

۱-۱-۶ رفاکتومتر، رفاکتومتر دیجیتال خودکار با گستره اندازه‌گیری مناسب، ۱,۳۳۰۰ تا ۱,۵۰۰۰ یا بالاتر، قادر به نمایش ضریب شکست اندازه‌گیری شده به صورت خودکار و دیجیتالی.

۲-۱-۶ واحد کنترل دما، به بند ۲-۱-۵ مراجعه کنید.

۳-۱-۶ دماسنج، پروب مقاومت پلاتینی یا معادل آن. درستی و تفکیک‌پذیری دماسنج باید 0.1°C یا بهتر باشد.

۴-۱-۶ منبع نور، نور سفید فیلتر شده که با استفاده از یک لامپ هالوژن- تنگستن یا یک دیود منتشرکننده نور (LED)^۱ با قابلیت فراهم نمودن خط طیفی D سدیم در ۵۸۹ nm به دست آمده است.

۵-۱-۶ صافی‌های نوری، به بند ۵-۱-۵ مراجعه کنید.

۲-۶ مواد و/یا واکنشگرها

به بند ۲-۵ مراجعه کنید.

۳-۶ نمونه‌برداری

به بند ۳-۵ مراجعه کنید.

۴-۶ آماده‌سازی دستگاه

به بند ۴-۵ مراجعه کنید. از اینکه دستگاه دارای منشور مقاوم در برابر حلال باشد، اطمینان حاصل کنید.

۵-۶ کالیبراسیون رفاکتومتر با استفاده از استانداردهای مرجع مایع

رفاکتومتر دیجیتال خودکار به طور معمول با استفاده از استانداردهای مرجع مایع (به بندهای ۴-۲-۵ و ۵-۲-۵ مراجعه کنید) کالیبره می‌شود. رفاکتومتر ممکن است به کالیبراسیون یک نقطه، دو نقطه یا چند نقطه نیاز داشته باشد. از دستورالعمل سازنده برای کالیبره کردن رفاکتومتر دیجیتال خودکار استفاده کنید.

۶-۶ روش انجام آزمون

۱-۶-۶ از تمیز بودن منشور، صفحه‌های اطراف و ظرف/صفحه (فشاردهنده)، مطابق بند ۴-۵ اطمینان حاصل کنید. از درستی دمای منشور و کالیبره بودن دستگاه، اطمینان حاصل کنید.

۲-۶-۶ آزمون را بر روی منشور قرار داده و اطمینان حاصل کنید که منشور به طور کامل با آزمون پوشیده شده است. به دلیل دادن تعادل حرارتی مقدار زیادی از آزمون را بر روی منشور قرار ندهید. فشاردهنده نمونه را پایین بیاورید.

۳-۶-۶ چند خوانش متوالی را انجام دهید تا زمانی که مقدار ثابتی به دست آید، مقادیر را یادداشت کنید. این مقدار را به عنوان ضریب شکست نمونه در دمای آزمون ثبت و گزارش کنید.

یادآوری- از تجربیات به دست آمده در نتیجه استفاده از دستگاه، کاربر قادر خواهد بود تا با یک حاشیه امن، مقدار زمان مورد نیاز برای یک نمونه جهت رسیدن به تعادل حرارتی در منشور را به دست آورد. بر این اساس در برخی از مدل‌ها این امکان وجود دارد که یک زمان تاخیر خودکار برای خوانش تنظیم شود.

یادآوری- هنگامی که خوانش‌های متوالی دارای انحراف باشند، مسیر انحراف نشان می‌دهد که بر روی نمونه چه اتفاقی افتاده است. بر این اساس انحراف مثبت نشان دهنده سرد شدن نمونه بر روی منشور بوده و انحراف منفی نشان دهنده گرم شدن نمونه بر روی منشور می‌باشد. این امر به ویژه هنگامی که نمونه بسیار گرم‌تر یا سردتر از منشور باشد، قابل توجه است.

۷-۶ کنترل کیفیت

به بند ۵-۸ مراجعه کنید.

۸-۶ گزارش آزمون

۱-۸-۶ رفاکتومتر الکترونیکی دیجیتال خودکار باید خوانش مستقیم و دیجیتال ضریب شکست را فراهم کند. این خوانش می‌تواند به صورت دستی ثبت شود، در صورتی که رفاکتومتر به یک رابط رایانه مجهز باشد، خوانش را می‌توان به چاپگر یا رایانه فرستاد.

۲-۸-۶ ضریب شکست را تا چهار رقم اعشار و دمای آزمون را گزارش کنید به عنوان مثال:

$$n_D = x.xxxxx, 20^\circ C \text{ و } n_{589} = x.xxxxx, 20^\circ C \quad (1)$$

که در آن:

D یا ۵۸۹، خط طیفی D سدیم مورد استفاده می‌باشد.

۹-۶ دقت و اریبی

۱-۹-۶ دقت، ضریب شکست

۱-۱-۹-۶ دقت برای روش آزمون ضریب شکست دیجیتال خودکار توسط داده‌های آماری نتایج آزمون بین آزمایشگاهی در سال ۱۹۹۶ بر روی هشت نمونه مختلف از ده آزمایشگاه تعیین شده است، نتایج به شرح زیر است:

۲-۱-۹-۶ تکرارپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون که توسط یک آزمایشگر با وسایل یکسان، تحت شرایط عملکردی ثابت روی مواد آزمون یکسان در شرایط صحیح آزمایشی به دست آمده است، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد از مقادیر زیر بیشتر است (سطح اطمینان ۰.۹۵٪).

$$\sigma_{\text{خودکار}} = 0.0002 \quad (3)$$

۳-۱-۹-۶ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون مستقل و مجزا که توسط آزمایشگرهای مختلف در آزمایشگاه‌های متفاوت با مواد آزمون یکسان در شرایط صحیح آزمایشی به دست آمده است، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد از مقادیر زیر بیشتر است (سطح اطمینان ۰.۹۵٪).

$$R_{\text{خودکار}} = 0.0005 \quad (4)$$

۴-۱-۹-۶ دقت این روش آزمون برای ضریب شکست خودکار مطابق با استاندارد ASTM D6300 با استفاده از نرم‌افزار D02 (D2PP) به دست آمده است.

۲-۹-۶ اریبی نسبی، در مطالعه بین آزمایشگاهی در سال ۱۹۹۶، هیچ اریبی نسبی بین دستگاه‌های ضریب شکست اتوماتیک و دستی به دست نیامده است.

پیوست الف
(اطلاعاتی)
عوامل موثر بر دقت و درستی

الف-۱- دما

الف-۱-۱ ضریب شکست به طور معکوس و غیر خطی با دما تغییر می‌کند. تغییر نسبی در ضریب شکست با دما (ضریب دمایی) برای هر مایع تحت آزمون متفاوت است. هیدروکربن‌های مایع، دارای ضریب دمایی بالاتر از آب و محلول‌های آبی می‌باشند. به عنوان مثال، در دمای 20°C ، ضریب دما برای آب 9×10^{-5} واحد ضریب شکست در هر درجه سلسیوس است. برای هیدروکربن‌های مایع، ضریب به طور معمول در گستره 3×10^{-4} تا 5×10^{-4} است.

الف-۲- طول موج (منبع نوری)

الف-۲-۱ ضریب شکست به طور معکوس و غیر خطی با طول موج نور تغییر می‌کند. بنابراین، ضریب شکست با استفاده از نور طول موج مجزا (نور تک رنگ) اندازه‌گیری می‌شود. به دلیل خلوص و در دسترس بودن منبع سدیم مانند لامپ قوس، بیشترین اندازه‌گیری در خط D سدیم (589.3 nm)، انجام می‌شود. سایر منابع نوری که در آن صافی‌ها با رفراکتومتر برای از بین بردن خطوط نشری ناخواسته استفاده می‌شوند، شامل جیوه، کادمیم، هلیوم و هیدروژن می‌باشند.

الف-۲-۲ اثر طول موج بر روی ضریب شکست، پراکندگی نامیده می‌شود. مواد مختلف دارای درجات متفاوتی از پراکندگی شکست (در برخی مواقع قدرت پراکندگی نامیده می‌شوند) می‌باشند.

الف-۲-۳ رفراکتومترهای نوری- مکانیکی (که اغلب رفراکتومتر آبه یا رفراکتومتر زاویه بحرانی نامیده می‌شوند) را می‌توان با انواع منابع نوری طیفی استفاده کرد. برخی دستگاه‌ها را می‌توان با یک منبع نوری سفید استفاده کرد، اما اغلب این دستگاه‌ها، در درستی به دلیل منبع نوری محدود می‌شوند. رفراکتومترهای آبه^۱ برای حصول نتایج با درستی زیاد به یک منبع نور خالص طیفی مانند لامپ قوس سدیم نیاز دارد (به بند ۵-۱-۴ مراجعه کنید).

الف-۲-۴ رفراکتومترهای دیجیتالی الکترونیکی مدرن در یک طول موج مجزا، همواره در نور سدیم (589 nm) عمل می‌کنند. ضریب شکست در این طول موج به عنوان n_D مشخص می‌شود.

الف-۲-۵ یکی از دو منابع نوری که در رفراکتومتر دیجیتالی مورد استفاده قرار می‌گیرد: (۱) منبع نوری سفید فیلتر شده که به عنوان مثال با استفاده از یک لامپ هالوژن - تنگستن به دست آمده است، یا (۲) دیود منتشرکننده نور (LED).

الف-۲-۶ با هر دو نوع منبع نوری، طول موج یک مقدار مجزا نبوده و یک باند باریک دربرگیرنده 10 nm یا بیشتر در مورد مقدار اسمی (589 nm) است. درجه ناخالصی (پهنای باند) باعث پراکندگی نور شناسایی شده از نمونه می‌شود. نرم افزار دستگاه را می‌توان برای جبران و در نتیجه برای به حداقل رساندن این منبع خطا مورد استفاده قرار داد، اما این منبع خطا همیشه به عنوان یک عامل در تعیین درستی محدودکننده دستگاه وجود دارد. خطای پراکندگی با توجه به ماده اندازه‌گیری شده متفاوت خواهد بود. به همین دلیل است که تولیدکنندگان دستگاه ممکن است درستی دستگاه را "به طور نوعی یا بهتر" مشخص کنند تا دامنه کاربرد گسترده‌ای را پوشش دهند.

یادآوری- سدیم یک خطوط دوتایی در 589.1 nm و 589.6 nm نشر می‌کند. با این حال، برای اهداف عملی، به دلیل نزدیک بودن خطوط، یک منبع طول موج مجزا در نظر گرفته می‌شود و مقدار میانگین 589.3 nm اغلب در نظر گرفته می‌شود.

پیوست ب
(اطلاعاتی)
کالیبراسیون دستگاه

ب-۱ رفاکتومتر باید با استفاده از یک یا چند استاندارد کالیبراسیون کالیبره شود. سامانه نوری در رفاکتومتر در معرض جابه‌جایی میکروسکوپی (مانند موادی که با نوسان شرایط حرارتی محیط منبسط و منقبض می‌شوند) می‌باشد. این اثر منجر به رانش در کالیبراسیون می‌شود که باید به صورت دوره‌ای برای اطمینان از اندازه‌گیری، تصحیح شود.

ب-۲ مواد کالیبراسیون در دسترس، دو نوع (۱) جامدات (صفحات آزمون) و (۲) مایعات می‌باشند. صفحات جامد اغلب به دلیل پایداری آن‌ها (عمر مفید) ترجیح داده می‌شوند، اما معایب آن، خطاهای قرار دادن صفحه بر روی منشور رفاکتومتر است، که منجر به درستی محدود شده در استفاده می‌شود. به طور معمول یک صفحه، اجازه دقت بهتر از ± 0.001 واحد ضریب شکست را نمی‌دهد. به کار بردن صفحات آزمون به ویژه در مورد منشورهای یاقوت کبود که به طور معمول در رفاکتومتر الکترونیکی دیجیتال استفاده می‌شوند مشکل می‌باشد، زیرا زبری- میکرو یاقوت کبود بیشتر از شیشه‌های نرمتر (مسطح‌تر از لحاظ نوری) مورد استفاده در رفاکتومترهای نوری (آبه) است. همواره، استانداردهای مرجع مایع ترجیح داده می‌شوند و به همین دلیل توسط تولیدکنندگان دستگاه‌ها توصیه می‌شوند.

ب-۳ دستگاه نوری- مکانیکی فقط به کالیبراسیون یک نقطه‌ای در مقیاس نیاز دارد. رفاکتومترهای دیجیتال خودکار ممکن است به کالیبراسیون تک (صفر)، دو نقطه یا چند نقطه نیاز داشته باشند. استفاده از استاندارد کالیبراسیون مناسب برای هر کالیبراسیون توصیه می‌شود.

ب-۴ فراوانی کالیبراسیون به تعدادی از عوامل بستگی دارد. هنگامی که یک دستگاه الکترونیکی برای اولین بار روشن می‌شود و در آن گردش حمام مایع شروع می‌شود، جهت تنظیم شرایط جدید یک دوره تنظیم حرارتی محیط داخلی به ویژه در سامانه‌های نوری مورد نیاز است. کالیبراسیون تا زمانی که دستگاه به حالت پایدار نرسد، نباید انجام شود. تجربه نشان داده است که این زمان به طور معمول یک ساعت است. به طور مشابه، در صورتی که دمای مایع در حال گردش تغییر کند، یک سری کالیبراسیون جدید مورد نیاز است. در شرایطی که دستگاه به طور مداوم و در یک وضعیت ثابت حرارتی استفاده می‌شود، نیاز به کالیبراسیون مجدد به حداقل می‌رسد.

ب-۵ برای هر نقطه کالیبراسیون، استاندارد کالیبراسیون مورد نیاز است. هر نوع مایع کالیبراسیون می‌تواند مورد استفاده قرار گیرد. با این حال، بهترین روش انتخاب مایعات با ضریب شکست نزدیک به گستره اندازه‌گیری موردنظر یا یک جفت یا گروهی از استانداردها مورد نیاز می‌باشد. مایعاتی را انتخاب کنید که به اندازه کافی گستره کاری را پوشش دهد.

ب-۶ استفاده از دستگاه دیجیتال الکترونیکی یا یک دستگاه نوری- مکانیکی در آزمایشگاه به اتخاذ یک پروتکل سختگیرانه برای فراوانی کالیبراسیون و روش آزمون نیاز دارد. این امر مستلزم بررسی‌های منظم بر روی درستی اندازه‌گیری با استفاده از استانداردهای قابل اعتماد می‌باشد. کالیبراسیون مجدد هنگامی باید انجام شود که مقادیر اندازه‌گیری شده در خارج از رواداری بیان شده باشد. همچنین این پروتکل باید شامل روش‌هایی جهت کنترل مواد کالیبراسیون: ذخیره‌سازی (ماندگاری)، پیشگیری از آلودگی و صلاحیت کارکنان (کاربران تایید شده) باشد.

پیوست پ
(اطلاعاتی)

انعکاس در برابر نور عبوری

پ-۱ رفراکتومترهای زاویه بحرانی از طریق عبور نور از نمونه (به طور معمول یک فیلم نازک که بین دو منشور قرار گرفته است) یا انعکاس نور عمل می‌کنند. مکانیسم انعکاس نور دارای این مزیت است که در آن اثرات جذب (نمونه بسیار رنگی) به حداقل می‌رسد. معایب انعکاس، مشاهده خط مرزی در دستگاه‌های نوری - مکانیکی (آبه) به دلیل شدت نور کم و تباین ضعیف است.

پ-۲ رفراکتومترهای الکترونیکی دیجیتال، به طور معمول با یک مکانیسم نور انعکاس یافته کار می‌کنند.

پیوست ت
(اطلاعاتی)
راهنمایی برای کنترل کیفیت

- ت-۱ عملکرد دستگاه یا روش آزمون را به وسیله آزمون یک نمونه کنترل کیفیت (QC) تایید کنید.
- ت-۲ توصیه می‌شود که نوع نمونه QC بیانگر نمونه معمول مورد آزمون باشد. با این حال، در صورت نیاز مجاز است، مواد خالص استفاده شود. توصیه می‌شود ذخیره کافی از مواد نمونه QC برای دوره زمانی موردنظر موجود باشد و باید تحت شرایط نگهداری، همگن و پایدار باشد.
- ت-۳ قبل از پایش فرایند اندازه‌گیری، کاربر این استاندارد، نیازمند تعیین میانگین مقدار و حدود کنترلی نمونه QC است (به استانداردهای ASTM D6299 و ASTM MNL7 مراجعه کنید). هنگامی که یک مواد نمونه QC جدید موردنیاز است، توصیه می‌شود حدود کنترلی برای مواد جدید قبل از اینکه نمونه QC قدیمی مصرف شود، برقرار شود.
- ت-۴ نتایج QC را ثبت کنید و به وسیله کنترل نمودارها یا دیگر فنون آماری جهت تعیین وضعیت کنترل آماری تمامی فرایندهای آزمون تحلیل کنید (به استانداردهای ASTM D6299 و ASTM MNL7 مراجعه کنید). توصیه می‌شود هر داده خارج از کنترل، محرکی برای بررسی علت (علل) اصلی باشد. نتایج این بررسی ممکن است، نه البته لزوماً، به کالیبراسیون مجدد دستگاه منجر شود.
- ت-۵ در صورت عدم وجود الزامات صریح و روشن داده شده در روش آزمون، تکرار آزمون QC به انحرافی بودن کیفیت مورد اندازه‌گیری، وجود پایداری فرایند آزمون، مدت زمان موردنیاز برای انجام آزمون و الزامات مشتری وابسته است. توصیه می‌شود تکرار آزمون QC در صورتی که تعداد بیشتری از نمونه‌ها تجزیه می‌شوند، افزایش یابد. با این وجود هنگامی که مشخص شود آزمون تحت کنترل آماری است، ممکن است تکرار آزمون، QC را کاهش دهد. توصیه می‌شود دقت نمونه QC در برابر دقت این روش آزمون، کنترل شود تا از کیفیت داده‌ها اطمینان حاصل شود.
- ت-۶ برای راهنمایی‌های بیشتر در مورد QC و فنون کنترل نمودار به استانداردهای ASTM D6299 و ASTM MNL7 مراجعه کنید.