

بررسی کیفیت موم‌های صنعتی به‌عنوان حساسیت‌زدا در مواد منفجره

بهزاد نظری^{۱*}، آذر امرایی منفرد^۲

۱- استادیار، ۲- دانشجوی کارشناسی ارشد دانشگاه صنعتی مالک اشتر، اصفهان
(تاریخ وصول: ۹۹/۰۶/۱۶، تاریخ پذیرش: ۹۹/۰۷/۱۶)

چکیده

علاوه بر الزامات عملکردی برای مواد پراثرژی، جنبه‌های ایمنی در حین تولید، حمل‌ونقل و انبارداری بسیار حائز اهمیت است زیرا انفجار ناخواسته، خسارت‌های مالی و جانی جبران‌ناپذیری را ایجاد خواهد نمود. توانایی مواد منفجره برای عکس‌العمل در برابر محرک‌هایی همانند ضربه، اصطکاک، موج شوک، شعله و گرما که موجب انفجار می‌گردد، حساسیت نامیده می‌شود که عامل کلیدی در تعیین کاربرد عملی یک ماده منفجره است. یکی از روش‌های کاهش حساسیت مواد منفجره هم‌زمان با حفظ کارایی، استفاده از حساسیت‌زداها است. برای این منظور از موم‌ها، پلیمرها یا مخلوط موم‌ها و پلیمرها استفاده می‌شود. در این تحقیق، مقادیر پارامترهای موم‌های صنعتی در مواد منفجره همانند نقطه ذوب قطره شدن، نقطه سفت شدن، نقطه نرم‌شوندگی، میزان مواد آلی نامحلول، درصد تراوش، درصد اسیدی، قلیایی، نقطه اشتعال، میزان نفوذ سوزن، محتوای روغن و گرماسنجی روبشی تفاضلی برای سه نمونه مطابق با استانداردهای معتبر تعیین شدند. درنهایت، نتایج حاصل مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفتند.

واژه‌های کلیدی: ایمنی، مواد منفجره، مواد پراثرژی، حساسیت‌زدا، موم، گرماسنجی روبشی تفاضلی.

Investigation of Industrial Waxes Quality as Desensitizer in Explosives

B. Nazari*, A. Amraei Monfared

Malek Ashtar University of Technology, Isfahan

(Received: 09/06/2020, Accepted: 10/07/2020)

Abstract

In addition to performance requirements, safety aspects for production, transportation and storage are very important for explosives because involuntary instantaneous explosion can causes irreparable financial losses and casualties. Ability of explosives for response to the stimuli such as impact, friction, shock wave, flame and heat is called sensitivity and is a key factor in determining the practical application of an explosive material. For decreasing of the sensitivity of explosives with maintained efficiency, it is necessary to use desensitizer. For this purpose, waxes, polymers, or a mixture of waxes and polymers can be used. In this research, industrial wax parameters in explosives such as melting point, congealing point, softening point, insoluble organic materials, percentage of exudation, acidity, alkalinity, flash point, needle penetration, oil content and Differential Scanning Calorimetry (DSC) for three wax samples were determined by the credible standards. Finally, the results of parameters were analyzed.

Keywords: Safety, Explosives, Energetic Materials, Desensitizer, Wax, Differential Scanning Calorimetry.

۱- مقدمه

یک ماده منفجره، یک ماده شیمیایی یا مخلوطی از مواد شیمیایی است که وقتی در معرض گرما، ضربه، انفجار یا کاتالیز قرار گیرد، بسیار سریع تجزیه می‌شود که همراه با تولید مقدار زیادی انرژی است. حجم زیادی از گازها، به‌طور قابل ملاحظه‌ای بیشتر از حجم اصلی مواد منفجره نیز آزاد می‌شود [۱ و ۲]. مواد پرنرزی شامل مواد منفجره، پیشران‌ها و پیروتکنیک‌ها هستند و برای فعالیت‌های نظامی و غیرنظامی کاربردهای گسترده‌ای دارند [۳ و ۴].

در ساختار شیمیایی مواد منفجره، گروه‌های شیمیایی خاصی همانند نیترو، نیترات، نیترو دی‌آزید، پراکسید و غیره وجود دارد که باعث افزایش سطح انرژی و ناپایداری مولکول شده و شرایط لازم برای تجزیه انفجاری مولکول را فراهم می‌آورند. در بعضی از مواد منفجره با حساسیت بالا مانند آمونیوم کلرات، تری یدید نیتروژن (NI_3) و غیره، این ناپایداری مولکول به قدری زیاد است که در دمای معمولی و شرایط عادی بدون هیچ تحریکی، واکنش تجزیه و شکست سریع مولکول انجام می‌شود [۵]. مواد منفجره با حساسیت کمتر زمانی که در معرض عواملی همانند ضربه، اصطکاک، حرارت، جرقه، امواج پرنرزی و غیره قرار می‌گیرند، واکنش را آغاز کرده و این مواد سریعاً به مولکول‌های ساده‌تر تفکیک می‌شوند و می‌توانند عملکرد نامناسبی حین حمل‌ونقل، ذخیره‌سازی و غیره داشته باشند. هرچند مواد منفجره باهدف ایجاد انفجار تولید می‌شوند، ولی این به معنی انفجار آن‌ها در مکان و زمان نامناسب نیست و یک حادثه ناگوار می‌تواند خسارات مالی و جانی زیادی در پی داشته باشد و باعث پایین آمدن روحیه کارگران، مختل شدن تولید و ایجاد هزینه‌های غیرضروری گردد [۶ و ۱].

ایمنی هنگام کار با مواد منفجره یکی از مهم‌ترین مسائل برای دانشمندان و محققانی است که با مواد منفجره سروکار دارند. یک ماده منفجره خوب ماده‌ای است که علاوه بر کارایی بالا، حساسیت کمی داشته باشد تا یک توازن ایمنی و کارایی حاصل گردد؛ بنابراین برای به حداقل رساندن پتانسیل خطر در یک ماده منفجره تولیدشده، می‌توان از حساسیت‌زدا استفاده کرد [۷ و ۸].

موم‌ها در سراسر جهان به‌عنوان یک محصول بارزش برای ذخیره انرژی استفاده می‌شوند که کاربرد گسترده‌ای در صنایع نظامی دارند [۹]. امروزه موم‌ها در صنایع نظامی و غیرنظامی مختلف به‌عنوان مواد افزودنی و فعال استفاده می‌شوند [۱۰]. در صنایع نظامی از موم به‌عنوان پوشش مواد منفجره، عامل خنک‌کننده پودرهای بدون دود و غیره استفاده می‌شود [۱۱]. موم‌ها، پلیمرها، مخلوط موم‌ها و پلیمرها و سامانه‌های پلیمری دارای دو یا چند جزء، تعدادی از مواد شیمیایی هستند که به‌طور گسترده، به‌عنوان حساسیت‌زدا مورد استفاده قرار گرفته‌اند. پیش‌نیاز ضروری و لازم برای اینکه یک ماده به‌عنوان

حساسیت‌زدا استفاده شود، سازگاری آن با مواد منفجره است. این خصوصیات می‌تواند به‌وسیله گرماسنجی روبشی دیفرانسیلی (DSC) و میکروکالریمتری مورد مطالعه قرار گیرد. موم‌ها نسبت به پلیمرها دارای زنجیره‌های کوتاه‌تر و بنابراین نقطه ذوب پایین‌تر هستند ولی پلیمرها به علت زنجیره‌های طویل و نقطه ذوب بالا، در دماهای بالا به حالت کاملاً ذوب‌شده نمی‌رسند و نمی‌توانند حفره‌های بین کریستال‌های مواد منفجره را پر کنند و یک چسبندگی خوب با ماده منفجره ایجاد کنند. هنگام مخلوط کردن موم با ماده منفجره موردنظر، موم یک پوشش فیلم مانند بر سطح کریستال‌های ماده ایجاد کرده و بهبود قابل‌توجهی در ایمنی ماده نهایی ایجاد می‌کند. فرآیندهای حساسیت‌زدایی، نه تنها برای تضمین بالاترین ایمنی ممکن در حین تولید و حمل‌ونقل، بلکه برای دیگر خواص بارزش محصول همانند قابلیت تراکم‌پذیری خوب، استحکام مکانیکی بالای خرج‌های مواد منفجره و غیره مورد استفاده قرار می‌گیرد [۱۲].

پوشش دهی مواد منفجره توسط موم‌ها باعث کاهش حساسیت کریستال‌های مواد پرنرزی می‌گردد و به‌طور گسترده‌ای در فرمولاسیون مواد منفجره مورد استفاده می‌گردد [۱۸-۱۳].

چند نمونه از تأثیر موم‌ها بر روی حساسیت‌زدایی مواد منفجره، افزودن موم از کربن‌آبه‌عنوان حساسیت‌زدا در آمیزه مواد منفجره بر پایه TNT بوده که توسط آبرت [۱۹] انجام شد و نتایج آن نشان می‌دهد که با افزایش میزان درصد موم در آمیزه، حساسیت به ضربه و سرعت انفجار کاهش یافته است. هریس [۲۰] از موم‌های پارافینی برای مواد منفجره TNT/RDX، استفاده نمود که هدف اصلی استفاده از موم، غیر حساس کردن RDX بود. اینگمار [۲۱] ترکیب مواد منفجره که شامل یک یا چند ماده منفجره همانند PETN، TNT و HMX یا RDX بود را توسط موم پایه نفتی حساسیت‌زدایی کرد.

علی‌رغم انواع زیادی از موم‌های موجود، تنها تعداد محدودی از موم‌ها، عملاً به‌عنوان حساسیت‌زدا برای مواد منفجره مناسب هستند. واقعیت این است که بسیاری از موم‌ها برای فرآیندهای پوششی مناسب نیستند و یا به‌طور کامل با مواد منفجره سازگاری ندارند. اگر موم نتواند پوشش یکنواختی روی کریستال‌های مواد منفجره ایجاد کند، هنگام سرد شدن مواد ترک‌هایی در آن ایجاد می‌شود که منجر به حساس‌تر شدن ترکیب می‌شود. علاوه بر این، دستیابی به یک اتصال خوب بین مواد منفجره و موم که به‌عنوان عامل پیونددهنده عمل می‌کند، به ویژه هنگامی که مقدار موم کم است می‌تواند مشکل باشد. بنابراین در نهایت برای انتخاب موم موردنیاز در صنایع نظامی، قبل از استفاده باید تعدادی آزمایش جهت کنترل کیفیت آن انجام شود [۱ و ۱۲].

صنایع تولیدکننده موم‌های صنعتی در داخل کشور، استاندارد مشخصی را جهت به‌کارگیری این‌گونه از موم‌ها در مواد منفجره به‌عنوان حساسیت‌زدا ندارند. در صورتی که موم دارای کیفیت استاندارد مناسبی

2- Differential Scanning Calorimetry (DSC)
3- Ozokerit

1- Smokeless Powder

استات^{۱۵} هستند و از صنایع دفاعی (خریداری‌شده از شرکت‌های داخلی) تهیه شده بودند.

مواد شیمیایی مورد استفاده جهت به‌کارگیری در اندازه‌گیری‌ها شامل سدیم هیدروکسید، متیل اتیل کتون، گلیسرین، تترادکان، هگزادکان، استون و بنزن هستند که خلوص آن‌ها بیش از ۹۹٪ و ساخت شرکت مرک آلمان بودند. همچنین از معرف فل فلتالین مرک نیز در این تحقیق استفاده شده است. محلول‌های بافر و سایر محلول‌ها با آب و بار تقطیر تهیه شده‌اند.

۲-۲- دستگاه‌های مورد استفاده

جهت اندازه‌گیری نقطه ذوب از حمام با کنترل سرعت تغییر دما که قابلیت افزایش دما با سرعت‌های ۱ و ۲ °C/min داشت، استفاده شد. از دستگاه STA 6000 ساخت شرکت پرکین المر کشور هلند برای انجام آزمایش DSC استفاده گردید. ویسکومتر استوالد مورد استفاده، ۳۰۰ ml با کد ۲۸۸۴۰ و ساخت شرکت فیشر^{۱۶} بود و حمام با قابلیت کنترل دما به‌منظور اندازه‌گیری گرانیروی مورد استفاده قرار گرفت. از دستگاه نفوذسنج که ساخت شرکت Kohler (USA) با کد CT-06 بود برای تعیین میزان نفوذ سوزن استفاده گردید. دستگاه فنجان باز کلینولند^{۱۷} مدل PT-1015A، ساخت شرکت پارسیان تکنولوژی ایران با کد CT-38 جهت تعیین نقطه اشتعال استفاده شد. لازم به ذکر است که آزمایش‌های تعیین نقطه اشتعال، تعیین محتوای روغن و آزمایش میزان نفوذ سوزن توسط شرکت تولیدکنندگان پارافین ایران انجام شد.

۲-۳- آزمایش‌های کنترل کیفیت موم‌ها

در ادامه آزمایش‌های مربوط به کنترل کیفیت و روش انجام آن‌ها طبق استانداردهای معرفی‌شده، ارائه گردیده است.

آزمایش نقطه ذوب قطره شدن: این آزمایش طبق استاندارد ASTM D127 انجام شده است. نقطه ذوب قطره شدن، دمایی است که در آن، ماده به‌اندازه کافی سیال می‌شود و به‌صورت قطره از دماسنج مورد آزمایش می‌چکد. تعیین نقطه ذوب، یک روش ساده و سریع برای یک برداشت اولیه از میزان خلوص ماده است [۲۲].

نباشد، در حین تولید و حمل‌ونقل اثرات نامطلوبی همانند تراکم‌پذیری نامطلوب، خواص مکانیکی نامناسب و ایمنی کم را ایجاد می‌نماید؛ بنابراین انتخاب یک موم با استفاده از تعدادی از آزمایش‌های استاندارد ضروری است. برای رسیدن به این مهم باید اطلاعات موجود در استانداردهای معتبر جمع‌آوری و بعد از آماده‌سازی دستورالعمل‌های استاندارد، تجهیزات موردنیاز شناسایی و اقدامات لازم در زمینه انجام این آزمایش‌ها صورت پذیرد و درنهایت نمونه مومی که با استانداردهای نظامی موردنظر و سایر استانداردهای معرفی‌شده مطابقت دارد، انتخاب و معرفی شود. با استفاده از این روش‌ها، نمونه موم قبل از به‌کارگیری در آمیزه مواد منفجره آزمایش گردیده و بعد از تأیید به‌عنوان حساسیت‌زدا مورد استفاده قرار می‌گیرد.

برای تشخیص و اندازه‌گیری پارامترهای تعیین کیفیت موم‌های به‌کاربرده شده در مواد منفجره به‌عنوان حساسیت‌زدا، تعدادی استاندارد نظامی و استانداردهای معتبر دیگری وجود دارد که پس از جمع‌آوری و شناسایی مشخص شد که برخی از آن‌ها با گذشت زمان و بررسی‌های بیشتر کنار گذاشته شده‌اند. پارامترهای مهم با مراجعه به سایر استانداردهای معتبر استخراج گردید که شامل تعیین نقطه ذوب قطره شدن^۱، نقطه اشتعال^۲ و آتش‌گیری^۳، گرانیروی سینماتیک^۴، نفوذ سوزن^۵، خلصت اسیدی^۶، خلصت قلیایی^۷، تعیین مواد آلی نامحلول^۸، تراوش^۹، محتوای روغن و آزمایش اثرانگشت (DSC)، نقطه سفت شدن^{۱۱} و نقطه نرم‌شوندگی^{۱۲} هستند.

موم‌های مورد بررسی در این تحقیق در یکی از صنایع دفاعی مورد استفاده قرار می‌گیرد. مشکلات ناشی از حساسیت‌زدایی نامطلوب محصول مواد منفجره نهایی توسط این موم‌ها، منجر به انجام این تحقیق گردید.

۲- روش تحقیق

۲-۱- نمونه‌های موم و مواد شیمیایی مورد استفاده

سه نمونه موم صنعتی در این تحقیق مورد ارزیابی کیفیت قرار گرفتند که شامل موم یک جزئی (۱۰۰٪ موم ایندramیک^۱)، موم دوجزئی (۸۰٪ موم ایندramیک و ۲۰٪ موم زنبور عسل^۱) و موم سه‌جزئی (۶۴٪ موم ایندramیک، ۱۶٪ موم زنبور عسل و ۲۰٪ درصد پلی اتیلن وینیل

15- Poly Ethylene-vinyl Acetate

16- Fisher

17- Cleveland Open Cup

1- Drop Melting Point

2- Flash Point

3- Fire Point

4- Kinematic Viscosity

5- Needle Penetration

6- Acidity

7- Alkalinity

8- Organic Insoluble Materials

9- Exudation

10- Fingerprint

11- Congealing Point

12- Softening Point

13- Indramic Wax

14- Beeswax

آزمون DSC: روش‌های آنالیز حرارتی از دو جنبه برای پژوهشگران و صنعت‌گران اهمیت دارد. نخست آنکه به کمک این روش‌ها می‌توان شناسایی مواد را به ویژه هنگامی که روش‌هایی مانند پراش سنجی پرتو X و مطالعات اسپکتروسکوپی توانایی ارزیابی نهایی را ندارند، تکمیل نمود. این حالت به ویژه در مورد مواد اولیه و ترکیبات چند جزئی بسیار مفید است. دوم آنکه با کمک آنالیز حرارتی می‌توان رفتار مواد را با افزایش دما بررسی کرد. این نوع مطالعات از نظر طراحی فرآیند و کاربرد محصول، اهمیت زیادی دارد [۲۴].

آنالیز کامل یک موم شامل جداسازی و شناسایی هر یک از اجزای ضروری آن است، اما برای اهداف مشخص روش‌های سریع مورد نیاز است. روش‌های کلاسیک و قدیمی برای آنالیز، سخت و زمان‌بر هستند و علاوه بر آن ثابت‌های شیمیایی و فیزیکی مانند عدد صابونی شدن و ضریب شکست به‌طور کامل قابل‌اعتماد نیستند [۲۵]. DSC یک روش سریع و مناسبی است که محدوده تغییرات دمایی مربوط به موم‌ها را اندازه‌گیری می‌کند. بیش‌ترین انتقال دما، انتقال جامد - مایع همراه با ذوب کامل است که می‌تواند راهنمایی برای انتخاب شرایط دمایی نگهداری و کاربرد موم باشد. انتقال دمای جامد - جامد مربوط به خصوصیات جامد است [۲۶].

برای انجام این آنالیز، ابتدا ظرف نمونه در داخل دستگاه STA 6000 که ساخت شرکت پرکین المر کشور هلند و مجهز به DSC بود قرار داده شد و وزن آن صفر گردید. سپس ظرف نمونه از دستگاه خارج شده و ۵-۸mg از نمونه داخل آن ریخته و در دستگاه قرار داده شد تا وزن آن ثبت شود. پس از ثابت شدن وزن، در قسمت برنامه نرم‌افزار دمای ابتدایی ۲۵°C و دمای نهایی ۱۰۰°C و همچنین نرخ گرمادهی ۵-۱۰°C/min تعیین شده و سپس دکمه شروع زده شد تا دستگاه شروع به کار کند. پس از تعیین دمای اندوترمیک و ثبت نمودار تغییرات جذب انرژی برحسب دما، اجازه داده شد تا نمونه موجود، بدون تغییر شرایط درون دستگاه سرد شده و دوباره دستگاه راه‌اندازی گردید تا نمودار DSC نمونه‌ها به‌صورت مقدار انرژی (گرمازا یا گرماگیر) برحسب تابعی از دما حاصل گردد [۲۳].

آزمون نقطه سفت شدن: این آزمون طبق استاندارد ASTM D938 انجام شده است. نقطه سفت شدن برای موم‌ها، دمایی است که در آن به موم ذوب‌شده اجازه داده می‌شود، تحت شرایط تعیین شده سرد شود و از جریان بایستد. این روش آزمون، یک روش جایگزین برای استاندارد ASTM (D127) است [۲۷]. نقطه سفت شدن موم‌ها همواره پایین‌تر از نقطه ذوب قطره‌ای شدن آن‌ها است [۱۱] که علت این امر ناخالص بودن موم‌ها است.

قبل از شروع آزمایش، دماسنج به وسیله درپوش پلاستیکی به‌گونه‌ای درون ارلن‌مایر ۲۵۰ ml قرار گرفت که انتهای حباب آن ۱۵-۱۰ بالاتر از کف ارلن‌مایر باشد. بعد از تثبیت، دماسنج و درپوش بدون

جهت انجام این آزمایش، ابتدا مقداری از نمونه برای به‌دست آوردن نقطه ذوب حدودی درون بشر و در حمام آب قرار داده شد. دمایی که در آن موم از حالت جامد خارج شده و اولین علائم ذوب نمایان می‌شود و همچنین دمایی که در آن، ماده به حالت مایع در می‌آید توسط ترمومتر اندازه‌گیری و نقطه ذوب حدودی محاسبه گردید.

در ادامه مجدد مقدار کافی از نمونه در بشر ریخته، درون حمام قرار داده و تا رسیدن به دمای حداقل ۱۱°C بالاتر از نقطه ذوب قطره شدن مورد انتظار، ذوب گردید. نمونه را درون بشر ۱۰۰ ml ریخته تا ارتفاع نمونه در آن به ۱۲±۱ mm برسد. دمای نمونه در این حالت باید به ۶°C بالاتر از نقطه ذوب قطره شدن برسد که توسط دماسنج‌های آزمایشگاهی معمولی اندازه‌گیری شد. دماسنج‌های کالیبره را درون حمام یخ قرار داده شد تا دمای آن‌ها به حدود ۴°C برسد، در ادامه به سرعت حباب دماسنج‌ها با دقت خشک شدند و به‌طور عمودی در نمونه گرم فرو برده شدند تا جایی که با ته بشر تماس پیدا نکنند (در حدود ۱۲mm تا انتهای بشر فرو برده شد). دماسنج‌ها به‌طور عمودی دور از حرارت نگه داشته شدند تا سطح مایع درون آن‌ها ثابت گردید (دما ثابت شود). دماسنج‌ها توسط وسایل نگهدارنده مناسب، مانند درپوش‌های پلاستیکی، به‌گونه‌ای در لوله‌های آزمایش قرار گرفت که انتهای هر دماسنج ۱۵mm بالاتر از ته لوله آزمایش بود. در ادامه، لوله‌های آزمایش حداقل به مدت ۵ دقیقه در حمام آب با دمای ۱۶±۱°C قرار داده شد و ارتفاع لوله‌های آزمایش به نحوی تنظیم گردید که درجه‌بندی‌های دماسنج، بالای سطح آب قرار گرفت. دمای حمام با سرعت تقریبی ۲°C/min تا ۳۸°C افزایش داده شد، سپس سرعت بالا بردن دما تقریباً به ۱°C/min رسید تا اولین قطره ماده از هر دماسنج آزاد شد (سقوط کرد). شکل (۱) تصویر چیدمان آزمایش نقطه ذوب قطره شدن را نشان می‌دهد. این آزمایش برای هر نمونه سه بار تکرار شد و در هر مورد، میانگین دمایی که در آن اولین قطره از هر دماسنج سقوط کرد، یادداشت شد [۲۲].



شکل ۱- تصویر چیدمان آزمایش نقطه ذوب قطره شدن.

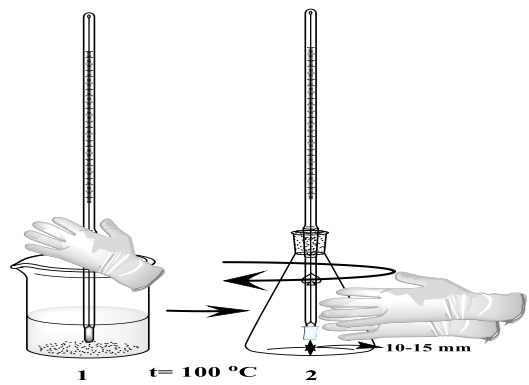
آزمون اثرانگشت موم‌ها: آزمون اثرانگشت برای تعیین تغییرات عمده در واکس‌ها که روی مشخصات ساختاری ترکیب تأثیر می‌گذارد، مورد استفاده قرار می‌گیرد. اساس انجام آزمون اثرانگشت موم‌ها در این تحقیق استاندارد نظامی MIL-W-20553D است که شامل نقطه سفت شدن، نقطه نرم‌شوندگی و DSC است [۲۳].

۱۰ mm از لوله موئین بالا آمد، پس از خارج کردن لوله موئین، نمونه‌ها در مجاورت یخ قرار داده شدند تا نمونه‌های موجود در لوله منجمد شوند. برای به‌دست آوردن نقطه نرم‌شوندگی حدودی، آزمایش برای نمونه‌ها تحت شرایطی که لوله‌ها ۲ ساعت درون یخچال قرار گرفتند، انجام شد. نمونه‌ها به مدت ۱۶ ساعت در دمای 10°C -۴، درون یخچال قرار داده شدند. پس از ۱۶ ساعت لوله‌های موئین از یخچال خارج شده و به وسیله سیم‌های نازک مسی به انتهای سه دماسنج کالیبره شده وصل شدند به‌گونه‌ای که پایین‌ترین قسمت انتهایی لوله‌ها با ته حباب دماسنج‌ها هم‌سطح گردید. دماسنج‌ها به همراه لوله‌های متصل به آن‌ها درون یک بشر حاوی آب مقطر معلق شدند و درون حمام آب گرم قرار داده شدند (شکل (۳)). افزایش دمای حمام از 10°C -۸ زیر نقطه نرم‌شوندگی حدودی با سرعت $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ آغاز شد و در نزدیکی نقطه نرم‌شوندگی به $0.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ رسید. حرارت دادن تا زمانی که ارتفاع نمونه در داخل لوله‌های موئین افزایش یافت، ادامه یافت. دمایی که در آن ارتفاع ماده داخل لوله موئین افزایش یافت، اندازه‌گیری شده و به‌عنوان نقطه نرم‌شوندگی ثبت گردید [۲۳].



شکل ۳- تصویر آزمون نقطه نرم‌شوندگی.

تماس حباب دماسنج به دیواره ارلن‌مایر، از آن خارج شد. در ادامه حدود ۵۰ g از نمونه درون بشر ریخته و به همراه ارلن‌مایر درون آون در دمای حدود 100°C قرار داده شد. وقتی که دمای نمونه و ارلن‌مایر به دمای آون رسید، نمونه از آون خارج شد و حباب دماسنج به‌طور کامل درون نمونه غوطه‌ور گردید و به آرامی توسط دماسنج بدون اینکه تماسی با دیواره ظرف داشته باشد، هم زده شد (دماسنج بدون تماس دست و به وسیله درپوش متصل آن نگه داشته شد). هم‌زمان ارلن‌مایر از آون خارج شده و دماسنج نیز از نمونه خارج شد. تحت شرایطی که یک قطره نسبتاً بزرگ از نمونه به روی حباب دماسنج قرار داشت، آن را به‌صورت افقی نگه‌داشته و درون ارلن‌مایر توسط درپوش ثابت گردید و کل مجموعه به حالت افقی نگه‌داشته شده و هم‌زمان در یک محور افقی به چرخش درآورده شد (شکل (۲)). چرخش در راستای افقی ادامه یافت تا زمانی که قطره نوک حباب دماسنج از حرکت ایستاد و هم‌زمان دمای دماسنج خوانده شد. برای بالا بردن دقت اندازه‌گیری‌ها، آزمون نقطه سفت شدن برای هر نمونه سه بار تکرار و میانگین دماها ثبت گردید [۲۸].



شکل ۲- شماتیک چیدمان آزمون نقطه سفت شدن.

آزمون تعیین گرانیوی سینماتیک: گرانیوی سینماتیک (۷)، نسبت گرانیوی دینامیک (η) به چگالی (ρ) ماده در دما و فشار یکسان است. این آزمون مطابق استاندارد ASTM D445 انجام شده است. در این آزمون گرانیوی سینماتیک فرآورده‌های نفتی مایع شفاف و تیره، به وسیله اندازه‌گیری زمان جریان یافتن حجمی از مایع، تحت نیروی جاذبه در میان یک ویسکومتر نوع موئینه شیشه‌ای کالیبره شده است. گرانیوی دینامیک، η از حاصل ضرب گرانیوی سینماتیک، ν در چگالی مایع، ρ به‌دست می‌آید. نتایج به‌دست‌آمده از این روش آزمون به رفتار نمونه بستگی دارد و برای مایعاتی که اصولاً تنش برشی متناسب با سرعت برشی است، در نظر گرفته شده است (این رفتار معمولاً جریان نیوتنی نامیده می‌شود). گستره اندازه‌گیری گرانیوی سینماتیک با این روش آزمون از $0.2 \text{ mm}^2/\text{s}$ تا $3 \times 10^5 \text{ mm}^2/\text{s}$ در تمامی دماها است [۳۰].

ویژگی‌های جریان یا رئولوژی مواد مومی، نقش مهمی در تعیین ابعاد و

آزمون نقطه نرم‌شوندگی با استفاده از لوله موئین: این آزمون بر اساس استاندارد AOCs Cc 3-25 انجام گردید. نقطه نرم‌شوندگی، شاخصی از درجه حرارت است که در آن ترکیب به اندازه‌ای به مایع تبدیل می‌شود که درون لوله موئین باز، لغزش یابد (جریان یابد). از آنجایی که در کاربردهای فنی، سطوح مورد استفاده پوشش داده شده توسط موم، مکرراً در تماس با مایعات تحت فشار قرار می‌گیرند، بنابراین تشخیص درجه حرارتی که موم در آن استحکام خود را از دست خواهد داد بسیار ضروری است که به این دما نقطه نرم‌شوندگی می‌گویند [۱۱] و [۲۹]. چون هدف پوشش کامل موم روی سطح مواد منفجره است، بهتر است که نقطه نرم‌شوندگی زیر دمای ذوب نمونه ماده منفجره باشد تا نمونه روی سطح ذرات جریان یابد.

ابتدا نمونه مورد آزمایش تحت خلأ جهت جداسازی ذرات معلق جامد فیلتر شد و سپس در این شرایط خشک گردید. سپس نمونه ذوب‌شده و سه لوله موئین درون آن غوطه‌ور شد به‌گونه‌ای که نمونه حدود

ویسکومتر تعیین شده و برای نمونه مجهول در زمان اندازه‌گیری شده، گرانروی سینماتیک η حاصل می‌گردد. گرانروی دینامیک بر اساس معادله (۲) قابل محاسبه است.

$$\eta = \nu \times \rho \times 10^{-3} \quad (2)$$

که در آن، η گرانروی دینامیک، ν گرانروی سینماتیک برحسب mm^2/s و ρ چگالی محاسبه شده در دمای آزمایش برحسب g/ml است [۲۳].

آزمون تعیین میزان نفوذ سوزن در مومها در 25°C : این آزمون طبق استاندارد ASTM D1312 انجام شده است. این روش استاندارد، تخمین تجربی استحکام موم‌های مشتق شده از نفت را به وسیله اندازه‌گیری میزان نفوذ سوزن استاندارد پوشش می‌دهد. این روش برای مومهایی که نفوذ بزرگ‌تر از 250 mm نداشته باشند به کار می‌رود و مشابه روش استاندارد تعیین میزان نفوذ سوزن در مواد قیری (ASTM D5) است [۳۲]. نفوذ سوزن معیاری از اندازه‌گیری سختی است و بنابراین رفتار رئولوژی موم را مشخص می‌کند. از آنجایی که مومها مخلوط پیچیده‌ای از هیدروکربن‌ها هستند؛ بنابراین بررسی ساختاری این ترکیبات بسیار پیچیده است و با تکنیک‌های متداول قابل تشخیص نیستند. جهت بررسی ساختاری این ترکیبات از آزمون نفوذ سوزن که معیاری از سختی مومها است، استفاده می‌شود که برای موم‌های میکروکریستالی ارتباط مستقیمی با گرانروی و بلور شدن دارد. نفوذ سوزن مومها با کاهش نقطه سفت شدن، کاهش می‌یابد درحالی‌که میزان بلور شدن ثابت است [۳۳].

در این آزمایش، ابتدا نمونه تا دمای 17°C بالاتر از نقطه سفت شدن در حین هم زدن گرم شد تا نمونه‌ای یکنواخت و بدون حباب ایجاد شود. نمونه درون حمام با دمای 25°C به مدت یک ساعت قرار داده شد تا دمای نمونه نیز به 25°C رسید. سپس نمونه از حمام خارج شده و در دستگاه نفوذسنج (شکل (۵)) به‌گونه‌ای قرار داده شد که سوزن با سطح بالایی نمونه تماس گردید. در ادامه ضامن دستگاه را کشیده و هم‌زمان زمان سنج زده شد و بعد از ۵ ثانیه ضامن را رها کرده و از روی قسمت مدرج میزان نفوذ بر اساس دقت 0.1 mm خوانده شد [۳۳].

این آزمون طبق استاندارد ASTM D92 صورت پذیرفت. این روش آزمایش برای همه فرآورده‌های نفتی با نقطه اشتعال بالاتر از 79°C (۱۷۵F) و پایین‌تر از 400°C (۷۵۲F) به جز مازوت (نفت سیاه) قابل اجرا است. نقطه اشتعال، پایین‌ترین دمای تصحیح شده یک فرآورده نفتی در فشار محیطی (101.3 kpa) است که در آن دما، به‌کارگیری یک منبع اشتعال باعث شعله‌ور شدن بخارهای نمونه تحت شرایط مشخص شده در آزمایش می‌شود و معیاری برای سنجش تمایل نمونه مورد آزمایش به تشکیل مخلوط قابل اشتعال با هوا تحت شرایط آزمایشگاهی کنترل شده است. این تنها یکی از چند ویژگی است که باید در ارزیابی کلی خطر اشتعال‌پذیری یک ماده، در نظر گرفته شود.

کیفیت سطح بخش تزریقی دارند [۳۱]. حالت سیال موم در حین فرآیند قالب‌ریزی و پوشش‌دهی بسیار مهم است.

در این روش، ویسکومتر قبل از استفاده توسط یک ماده مرجع در دمای موردنظر آزمایش، کالیبره شد و ثابت کالیبراسیون ویسکومتر به‌دست آمد. در این آزمایش از موم ایندراامیک که مقدار گرانروی آن در دمای 98°C از آزمایشگاه شرکت تولیدکنندگان پارافین ایران، $9/3 \text{ mm}^2/\text{s}$ تعیین شده بود، استفاده گردید. ویسکومتر استوالد تمیز، خشک و کالیبره شده را که دارای گستره گرانروی سینماتیک تخمینی بود (ویسکومتر با لوله موئین گشاد برای سیالات با گرانروی بالا و ویسکومتر با لوله موئین باریک برای مایعات به حالت سیال بیشتر)، همراه با دو داماسنج کالیبره شده مطابق با شکل (۴) (سمت چپ) در حمام آب و گلیسرین با دمای حدود 98°C قرار داده شد. در ادامه ویسکومتر از نمونه‌ای که در دمای بالاتر از نقطه ذوب به مایع تبدیل شده بود، پر شد. به وسیله پوآر نمونه موجود در حباب ویسکومتر تا حدود 7 mm بالاتر از اولین علامت زمانی موجود در ستون موئینه منتقل شد و هم‌زمان درپوش لاستیکی بر روی لوله ویسکومتر قرار داده شد تا نمونه در موقعیت خود در ستون موئینه باقی بماند. زمانی که دمای حمام به 98°C رسید، درپوش لاستیکی برداشته شد و زمان عبور نمونه موم مایع از اولین علامت زمانی تا دومین علامت زمانی به وسیله کرنومتر اندازه‌گیری شد. برای خواندن زمان عبور نمونه موم مایع‌شده از علامت زمانی ویسکومتر که در شکل (۴) (سمت راست) نشان داده شده است، از یک عدسی با قدرت بزرگنمایی ۵ برابر استفاده شد و اندازه‌گیری زمان ۳ بار تکرار و ثبت شد. برای محاسبه گرانروی سینماتیک از معادله (۱) استفاده شد.

$$v_{1,2} = C \times t_{1,2} \quad (1)$$



شکل ۴- تصویر چیدمان آزمون تعیین گرانروی سینماتیک (چپ) و شماتیک ویسکومتر استوالد (راست).

که در آن، مقدار میانگین $(v_{1,2} = \frac{v_1 + v_2}{2})$ گرانروی‌های v_1 و v_2 محاسبه شده از زمان‌های t_1 و t_2 برحسب mm^2/s ، ثابت کالیبراسیون ویسکومتر برحسب mm^2/s^2 و $t_{1,2} = \frac{t_1 + t_2}{2}$ زمان میانگین جریان اندازه‌گیری شده برحسب s است. با استفاده از معادله (۱)، ثابت C



شکل ۶- تصویر دستگاه فنجان باز کلیولند.

آزمون محتوای روغن در مومها

این آزمون طبق استاندارد ASTM D721 انجام شده است. در این روش، اندازه‌گیری محتوای روغن را در موم‌های نفتی دارای نقطه سفت شدن 30°C یا بیشتر که طبق استاندارد D938 مشخص می‌شود و دارای بیشتر از ۱۵٪ نفت نباشد را پوشش می‌دهد. برخی از انواع مومها دارای میزان بیش از ۵٪ روغن هستند که این ممکن است باعث ایجاد ناسازگاری در تشکیل دو فاز مایع با متیل اتیل کتون شود. در این صورت روش آزمون با مواد تحت آزمایش قابل اجرا نیست. مقدار روغن موجود در یک موم می‌تواند بر روی خواص آن‌ها مانند استحکام، سختی، انعطاف‌پذیری، مقاومت در برابر خراش و سایش، ضریب اصطکاک، ضریب انبساط و نقطه ذوب، اثرات قابل توجهی داشته باشد. اهمیت این خاصیت می‌تواند به استفاده نهایی از موم وابسته باشد [۳۵].

برای تعیین محتوای روغن، مقداری از نمونه در حمام آب در بازه دمایی 70°C تا 100°C ذوب شد و حدود ۱ g از نمونه به یک لوله آزمایش تمیز و خشک که قبلاً توزین شده بود انتقال یافت. لوله آزمایش به‌گونه‌ای تکان داده شد که نمونه به‌صورت یک‌لایه فیلم بر روی سطح انتهایی لوله قرار گرفت. سپس لوله پس از خنک شدن، مجدداً توزین شد. حدود ۱۵ ml متیل اتیل کتون به وسیله پیپت داخل لوله آزمایش ریخته، در حمام قرار داده و به وسیله همزن فلزی به هم زده شد تا یک محلول یکنواخت به‌دست آمد. توسط همزن فلزی محتویات لوله آزمایش درون حمام یخ خنک شد. بعد از خروج همزن، لوله و محتویات آن دوباره وزن شد. لوله آزمایش حاوی نمونه در حمام سردکننده که در شکل (۷) (سمت چپ) نشان داده شده است و دمایی آن در 35°C ثابت شده بود، قرار گرفت. هرچند دقیقه یک‌بار نمونه با دماسنج هم زده شد تا زمانی که درجه حرارت حلال و موم داخل لوله به حدود $31/5^{\circ}\text{C}$ رسید. سپس لوله صافی‌دار (شکل (۷) سمت راست) به‌منظور انجام عمل فیلتراسیون داخل لوله آزمایش قرار گرفت. با استفاده از فشار هوا حدود ۴ ml از مایع صاف‌شده درون ظرف توزین دارای سرپوش انتقال داده شد و با دقت ۱۰ mg وزن گردید و در دستگاه تیخیر قرار داده شد. پس از تیخیر حلال که کمتر از ۳۰ دقیقه به طول انجامید، آن را سرد کرده و با دقت ۰/۱ mg وزن شد. عمل توزین به مدت ۵ دقیقه، چند بار تکرار شد تا اختلاف دو توزین متوالی بیش از ۰/۲ mg نباشد.



شکل ۵- تصویر دستگاه نفوذسنج.

آزمون نقطه اشتعال به روش فنجان باز کلیولند: نقطه اشتعال در مقررات حمل‌ونقل و ایمنی برای تعیین مواد قابل اشتعال و آتش‌گیر کاربرد دارد و می‌تواند بر احتمال وجود مواد بسیار فرار و قابل اشتعال در یک ماده نسبتاً غیر فرار یا غیرقابل اشتعال دلالت کند. برای مثال پایین بودن غیرعادی نقطه آتش‌گیری یک نمونه مورد آزمایش روغن موتور می‌تواند نشان دهنده آلودگی با بنزین باشد [۳۴]. در حین فرآیند پوشش‌دهی، قالب‌ریزی، عملیات حرارتی و غیره برای ترکیبات پراثری، افزایش دما در آمیزه‌سازی باعث مشتعل شدن مواد منفجره می‌گردد.

روش عملی برای انجام این آزمایش به این صورت بود که ابتدا دستگاه فنجان باز کلیولند مدل PT-1015A، ساخت شرکت پارسیان تکنولوژی ایران با کد CT- 38 که در شکل (۶) نشان داده شده است، بر روی یک سطح تراز و ساکن نظیر یک میز قرار گرفت. نمونه ذوب شده و تا خط علامت ظرف آزمون ریخته شد (معمولاً ۷۰ mm). سپس دماسنج به‌صورت عمودی به‌گونه‌ای قرار داده شد که خط غوطه‌وری روی دماسنج $6/0 \pm 4/1 \text{ mm}$ پایین‌تر از خط نشانه دیواره ظرف قرار گرفت. دمایی ظرف و نمونه حدود 56°C پایین‌تر از نقطه اشتعال مورد انتظار بود. گرمادهی ادامه داده شد تا زمانی که دمایی ظرف و نمونه به 28°C پایین‌تر از نقطه اشتعال رسید. سپس در فواصل زمانی معین شعله از روی ظرف آزمون عبور داده شد. زمانی که عبور شعله، درخشش واضحی در داخل ظرف آزمون ایجاد کرد و یا شعله بزرگی به سرعت بر روی سطح نمونه گسترش یافت، عدد خوانده شده از وسیله اندازه‌گیری دما به‌عنوان نقطه اشتعال مشاهده‌شده ثبت گردید و بر اساس معادله (۳) و دمایی اندازه‌گیری شده، مقدار تصحیح‌شده آن محاسبه شد که در آن C نقطه اشتعال مشاهده‌شده بر حسب $^{\circ}\text{C}$ و K فشار محیط بر حسب kPa است [۳۱].

$$\text{Modified flash point} = C + 0.25 \times (101.3 - K) \quad (3)$$

در طول فیلتراسیون، هوا نباید از طریق فیلتر به داخل مکیده شود. این اقدام از سرد شدن سطح فیلتر توسط هوا جلوگیری می‌کند که این باعث می‌شود که موم از محلول خارج شود و به فیلتر بچسبد. فیلتر متخلخل و محتویات آن برای مدت ۳۰ دقیقه در دمای ۱۰۰°C تا ۱۰۵°C خشک و سپس در دسیکاتور سرد و پس از سرد شدن، وزن آن یادداشت شد و درصد مواد آلی نامحلول بر اساس معادله (۵) و اندازه‌گیری‌های انجام شده محاسبه شد. نمونه فیلتر شده برای اندازه‌گیری میزان قلیا نگه‌داشته شد.

$$\text{Insoluble organic material \%} = \frac{A \times 100}{W} \quad (5)$$

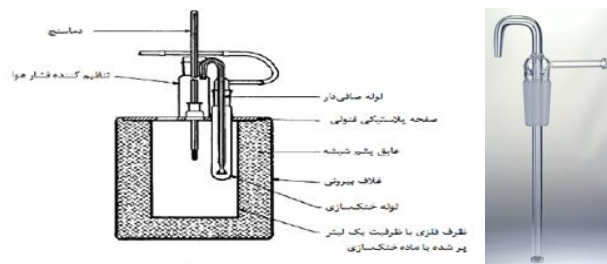
که در آن، A میزان افزایش وزن فیلتر متخلخل و W وزن نمونه برحسب گرم است [۱۷].

آزمون تعیین میزان قلیا و اسید مومها: این آزمون طبق استاندارد نظامی MIL-W-20553D انجام شده است. مومها ممکن است شامل ترکیبات بازی یا اسیدی به صورت مواد افزودنی یا فرآورده‌های ناشی از تجزیه ترکیبات در حین کار، از قبیل فرآورده‌های حاصل از اکسایش باشند. مقدار نسبی این مواد را می‌توان با اندازه‌گیری به روش تیتراسیون با اسید یا باز معین نمود [۳۷].

نمونه فیلتر شده حاصل از اندازه‌گیری ماده آلی نامحلول به یک کیف جداکننده انتقال داده شد. سپس ارلن خلأ با بنزن شسته شد تا نمونه فیلتر شده کاملاً به کیف انتقال یابد. پس از افزودن آب مقطر، کیف محکم تکان داده شد و سپس شیر کیف را باز کرده و اجازه داده شد تا گازهای حاصل از آن خارج شود که طی این مرحله جداسازی انجام و یک لایه آبی جدا شد. فرآیند شستشو و استخراج ۳ بار انجام شد. استخراج‌شده‌های فاز آبی با کاغذ لیتیموس که رنگ آن توسط محلول ۴ میلی مولار از سدیم هیدروکسید در یک دقیقه به‌طور کامل تغییر یافته بود، مورد آزمایش قرار گرفت و تغییر رنگ آن پس از ۳۰ ثانیه ثبت شد. استخراج‌شده‌های آبی برای اندازه‌گیری میزان اسید نگه‌داشته شد. سه قطره از شاخص فنول فتالین به استخراج‌شده‌های فاز آبی که از اندازه‌گیری میزان قلیا به‌دست آمده بود، اضافه شد، سپس با محلول سدیم هیدروکسید ۰/۱ مولار تیتراژ گردید. آزمایش شاهد بر روی مقادیر مشابه بنزن و آب، صورت گرفت و میزان مصرف سدیم هیدروکسید لازم برای تغییر رنگ اندازه‌گیری شد. بر اساس میزان سود مصرفی و معادله (۶) مقدار درصد وزنی (wt%) اسید (استیک اسید) برای نمونه‌ها محاسبه شد.

$$\text{Wt \% of Acetic acid} = \frac{6 \times (A - B) \times M}{W} \quad (6)$$

که در آن، A میلی‌لیتر سدیم هیدروکسید مصرفی در تیتراسیون نمونه، B میلی‌لیتر سدیم هیدروکسید مصرفی در تیتراسیون شاهد، M مولاریته محلول سدیم هیدروکسید و W وزن نمونه برحسب گرم است [۳۳].



شکل ۷- شماتیک حمام سردکننده (سمت چپ) و تصویر لوله صافی‌دار (سمت راست) مورد استفاده در آزمون محتوای روغن.

در نهایت با استفاده از مقادیر اندازه‌گیری شده و معادله (۴) درصد محتوای روغن برای نمونه‌ها محاسبه شد.

$$\text{Oil content \%} = \frac{A \times C \times 100}{B \times D} - 0.15 \quad (4)$$

که در آن، A وزن روغن باقیمانده، B وزن نمونه، D وزن حلال تبخیر شده که از تفاضل وزن مجموعه ظرف توزین و نمونه از وزن مجموعه لوله آزمایش و محتویات آن به‌دست می‌آید، C وزن حلال که از تفاضل وزن مجموعه لوله آزمایش با نمونه از وزن لوله آزمایش و محتویات آن به‌دست می‌آید که برحسب گرم هستند و عدد ثابت ۰/۱۵ ضریب تصحیح متوسط برای حلالیت پارافین جامد در دمای ۳۱°C- است [۳۲].

آزمون تعیین میزان مواد آلی نامحلول در مومها: این آزمون مطابق استاندارد نظامی MIL-W-20553D صورت پذیرفته است. مواد آلی نامحلول در موم، روی چند خاصیت از قبیل استحکام، انعطاف‌پذیری، ضریب اصطکاک و نقطه ذوب اثرات قابل توجهی دارد. این اثرات بسته به کاربرد موم مورد نظر مطلوب یا نامطلوب هستند، بنابراین تعیین مواد آلی جهت کارایی موم ضروری است [۳۶].

برای این اندازه‌گیری، از یک فیلتر متخلخل شیشه‌ای تمیز با تخلخل متوسط (Por= ۳) که اجازه می‌دهد حلال داغ توسط مکش، در مدت‌زمان ۱۵S یا کمتر عبور کند، استفاده شد. فیلتر قبل از استفاده، به وسیله خلأ و با حلال داغ شسته شد، مجدد این کار با استون انجام گردید. فیلتر در دمای ۱۰۰°C ± ۵ به مدت ۱۵ دقیقه در آون خشک و جهت خنک‌سازی در دسیکاتور قرار گرفت و سپس وزن شد. پس از یادداشت وزن، فیلتر به آون باز گردانده و تا زمان استفاده در دمای ۱۰۰°C ± ۵ نگه‌داشته شد.

در ادامه حدود ۵g از نمونه با دقت ۰/۱ mg وزن و به درون یک بشر ریخته شد. حلال بنزن به بشر اضافه و بشر و محتویاتش درون یک حمام بخار قرار گرفت و تا دمای حداقل ۶۵°C حرارت داده شد تا موم درون حلال، حل شود. حرارت دادن تا زمانی که موم حل شد ادامه یافت (از هم زدن استفاده شد). محلول داغ با کمک خلأ به فیلتر داغ (با کمک ششوار صنعتی، فیلتر متخلخل و محتویات آن گرم شد تا از انجماد و عدم خروج نمونه هنگام انتقال به فیلتر جلوگیری شود) منتقل گردید. پس از مکش کامل نمونه به داخل ارلن خلأ، فیلتر متخلخل با حلال داغ شسته شد تا عاری از موم باشد.

۳- نتایج و بحث

پس از دسته‌بندی یافته‌های حاصل از انجام آزمون‌های کنترل کیفیت طبق دستور کارهای موجود در استانداردهای معرفی شده، محاسبات مربوطه بر اساس معادلات موجود و اندازه‌گیری‌های آزمایشگاهی انجام شد و تحلیل‌های مرتبط با نتایج به‌دست آمده برای هر آزمون، به‌صورت مقایسه‌ای برای هر سه نمونه موم بیان شده است.

آزمون نقطه ذوب قطره شدن: نتایج به‌دست آمده در جدول (۱) نشان دهنده کاهش نقطه ذوب در موم دوجزئی و سه‌جزئی نسبت به موم ایندرا میک است که آن را می‌توان به ترکیب درصد هر کدام نسبت داد.

موم دوجزئی شامل ۲۰ درصد موم زنبور عسل و ۸۰ درصد موم ایندرا میک است که نقطه ذوب آن‌ها به ترتیب ۶۴/۵ °C و ۸۸ °C اندازه‌گیری شده است؛ بنابراین وجود موم زنبور عسل با نقطه ذوب کمتر باعث کاهش ۲ درجه‌ای در نقطه ذوب موم دوجزئی گردیده است. در موم سه‌جزئی به دلیل حضور ۲۰٪ پلی اتیلن وینیل استات با نقطه ذوب حدودی ۷۵ [۳۹] °C و همچنین وجود ۲۰٪ موم زنبور عسل، افت بیشتری در نقطه ذوب مشاهده گردید. وجود ناخالصی باعث افزایش بی‌نظمی و کاهش نقطه ذوب می‌گردد. با توجه به نتایج به‌دست آمده و مقادیر آستانه ارائه شده، مشخص شد که نقطه ذوب هر سه نمونه موم در حد مجاز استاندارد نظامی (کمینه °C ۷۷/۲ و بیشینه °C ۹۳/۳) است.

آزمون DSC موم‌ها: مطابق با شکل (۹) برای موم زنبور عسل یک پیک پهن که مربوط به محدوده نقطه ذوب و یک شانه که قبل از آن قرار گرفته است مشاهده می‌شود. با توجه به ساختار پیچیده هیدروکربنی موم زنبور عسل، این شانه قبل از نقطه ذوب مشاهده می‌گردد. مقدار اندازه‌گیری شده نقطه ذوب قطره شدن موم زنبور عسل در آزمایشگاه که °C ۶۴/۵ است که نزدیک به کمینه پیک در دمای °C ۶۶/۲۴ DSC است. قابل ذکر است که نقطه ذوب اندازه‌گیری شده با DSC، مقدار کمی با نقطه ذوب قطره شدن تفاوت دارد، بنابراین این اختلاف قابل توجیه است.

آزمون تعیین میزان تراوش موم‌ها: این آزمون نیز طبق استاندارد MIL-W-20553D انجام شد. در صورتی که موم‌های هیدروکربنی تصفیه‌شده برای کاربرد در مواد منفجره، حاوی محتوای روغنی نسبتاً بالایی باشند، نامطلوب خواهند بود، چون در این صورت تمایل زیادی به تراوش و لایه‌لایه شدن دارند. تراوش باعث ایجاد آلودگی موادی می‌شود که در تماس با موم هستند. جهت جلوگیری از تراوش روغن از موم‌های هیدروکربنی دارای روغن، از ترکیب کردن آن‌ها با تریپلیم‌های اتیلن، پروپیلن و پلی ان که با ۸۵٪-۳۰ وزنی اتیلن ترکیب شده است، استفاده می‌شود [۳۸].

جهت انجام آزمایش، مقدار کافی از نمونه در دمای حدوداً °C ۱۰۵ ذوب شد، بعد از ذوب کامل، به وسیله هم زدن سرد شد تا به حدود °C ۱۰ بالای نقطه ذوب رسید، سپس نمونه ذوب شده درون یک قالب شیشه‌ای با قطر داخلی cm ۲/۵۴ و ارتفاع cm ۱/۲۷ ریخته شد. هنگام ریختن نمونه، قالب در دمای حدوداً °C ۲۱ قرار داشت. تحت این شرایط نمونه بین ۳ تا ۵ دقیقه منجمد شد. نمونه موم از قالب خارج شده (شکل (۸)) و بر روی ۲۰ لایه کاغذ صافی با قطر cm ۳/۸۱ قرار گرفت. یک وزنه ۸۰g برنجی با قطر cm ۲/۵۴ روی موم قالب‌گیری شده قرار داده شد و سپس نمونه آماده‌شده بر روی توری سیمی گذاشته شد و برای ۲۴ ساعت درون یک آون تحت دمای °C ۷۲ قرار گرفت. وزنه برنجی یک بار قبل از آماده شدن نمونه و بار دیگر به همراه موم قالب‌گیری شده وزن شد. سپس موم و وزنه برنجی از کاغذ صافی‌ها جدا شده و اجازه داده شد که به‌صورت وارونه خشک شوند (موم روی وزنه برنجی قرار گیرد)، زمانی که سرد شد، وزنه برنجی و موم باهم وزن شدند. آزمایش ۳ بار برای هر نمونه انجام شد و نتایج بر اساس معادله (۷) محاسبه شد.

$$\text{Exudation \%} = \frac{A-C}{A-B} \times 100 \quad (7)$$

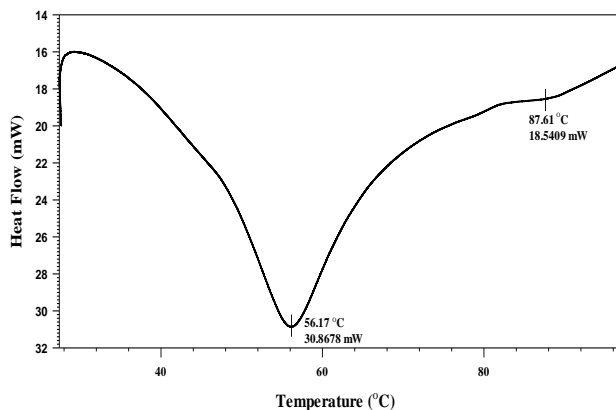
که در آن، A وزن موم به‌اضافه وزنه برنجی قبل از تراوش، B وزن وزنه برنجی و C وزن موم به‌اضافه وزنه برنجی بعد از تراوش برحسب گرم هستند [۲۳].



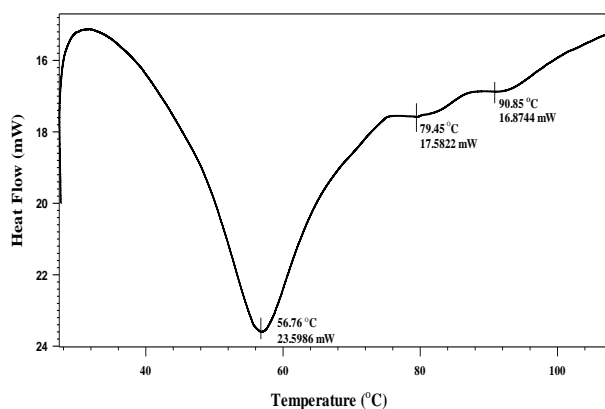
شکل ۸- تصویر نمونه موم قالب‌گیری شده در آزمون تعیین میزان تراوش موم‌ها.

جدول ۱- نتایج آزمون نقطه ذوب قطره شدن.

مقدار آستانه برای نقطه ذوب طبق استاندارد MIL-W-20553D	میانگین نقطه ذوب اندازه‌گیری شده (°C)	نمونه
کمینه: °C ۷۷/۲ بیشینه: °C ۹۳/۳	۸۸/۲	موم ایندرا میک
	۸۶/۱	موم دوجزئی
	۸۴/۱	موم سه‌جزئی



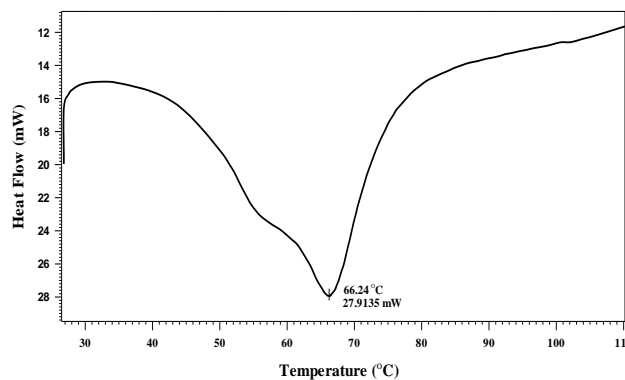
شکل ۱۱- نمودار DSC واکس دوجزئی.



شکل ۱۲- نمودار DSC موم سه جزئی.

آزمون نقطه سفت شدن: بر اساس روش توضیح داده شده، اندازه گیری مربوط به نقطه سفت شدن صورت گرفت و میانگین نقاط سفت شدن مربوط به آن در جدول (۲) آورده شده است. نقطه سفت شدن بیانگر کریستالیزاسیون زنجیره ها هنگام سرد کردن از حالت مذاب است. همان طور که توضیح داده شد، نتایج این آزمون نشان می دهد که ناخالصی های موجود در هر سه نمونه باعث پایین تر قرار گرفتن نقطه سفت شدن مومها نسبت به نقطه ذوب قطره شدن آنها شده است [۱۱].

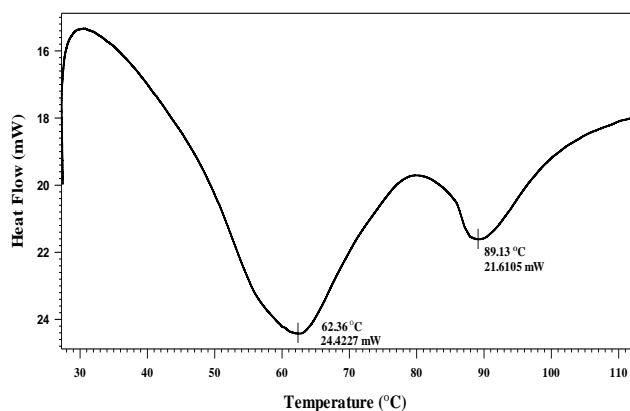
آزمون نقطه نرم شونندگی: با توجه به نتایج جدول (۳)، موم دوجزئی نسبت به سایر مومها در درجه حرارت کمتری نرم می شود. موم سه جزئی به دلیل وجود کوپلیمر پلی اتیلن وینیل استات در آن، نقطه نرم شونندگی بالاتری دارد. علت این امر تغییر خواص رئولوژی موم سه جزئی در حضور کوپلیمر پلی اتیلن وینیل استات است که گرانیروی بالاتری نسبت به موم ایندرامیک و موم زنبور عسل دارد. افزایش گرانیروی باعث افزایش نقطه نرم شونندگی موم سه جزئی می شود. نرم شونندگی برای هر سه نمونه زیر دمای ذوب تری نیتروتولون ($^{\circ}\text{C}$) ۹۵-۸۷) است.



شکل ۹- نمودار DSC موم زنبور عسل.

شکل (۱۰) نمودار DSC مربوط به موم ایندرامیک را نشان می دهد که دو کمینه پیک در $62/36^{\circ}\text{C}$ و $89/13^{\circ}\text{C}$ برای آن مشخص شده است. این پیکها برای مومهای میکروکریستالی که موم ایندرامیک را نیز شامل می شود، مربوط به انتقال نیست [۳۶] و با توجه به نقطه ذوب به دست آمده در آزمایش نقطه ذوب قطره شدن، پیک $89/13^{\circ}\text{C}$ مربوط به نقطه ذوب آن است.

شکل (۱۱) نمودار حاصل از DSC موم دوجزئی را نشان می دهد که از 80% موم ایندرامیک و 20% موم زنبور عسل تشکیل شده بود. با توجه به نقطه ذوب موم ایندرامیک و موم زنبور عسل، وجود موم زنبور عسل به عنوان جزء دیگر مخلوط با نقطه ذوب کمتر باعث کاهش در نقطه ذوب ترکیب شده است بنابراین، کمینه پیک مربوط به نقطه ذوب موم ایندرامیک را در $87/61^{\circ}\text{C}$ نشان می دهد. کمینه پیک اندوترمیک موجود در ناحیه $56/17^{\circ}\text{C}$ مربوط به نقطه ذوب موم زنبور عسل است. بر اساس نمودار DSC موم سه جزئی که در شکل (۱۲) نشان داده شده است، وجود 20% پلی اتیلن وینیل استات باعث ایجاد کمینه پیک اندوترمیک در ناحیه $79/45^{\circ}\text{C}$ شده است که مربوط به نقطه ذوب کوپلیمر موجود است. کمینه پیک $56/76^{\circ}\text{C}$ مربوط به نقطه ذوب موم زنبور عسل و کمینه پیک ایجادشده در $90/85^{\circ}\text{C}$ مربوط به موم ایندرامیک است.



شکل ۱۰- نمودار DSC موم ایندرامیک.

جدول ۲- نتایج آزمون نقطه سفت شدن موم‌ها.

نمونه	میانگین نقطه سفت شدن (°C)
موم ایندراامیک	۸۵/۱
موم دوجزئی	۸۵/۱
موم سه‌جزئی	۸۲/۳

آزمون نقطه اشتعال: با مقایسه نتایج به‌دست آمده از اندازه‌گیری نقطه اشتعال (جدول (۶)) با مقدار آستانه آن، مشخص شده است که مقادیر اندازه‌گیری شده برای هر سه نمونه موم در حد مجاز هستند و درصد مواد فرار موجود در نمونه‌ها کم و قابل چشم‌پوشی است.

جدول ۳- نتایج آزمون نقطه نرم‌شوندگی.

نمونه	میانگین نقطه نرم‌شوندگی (°C)
موم ایندراامیک	۷۸/۲
موم دوجزئی	۷۳/۱
موم سه‌جزئی	۸۳/۲

آزمون محتوای روغن: بر اساس نتایج اندازه‌گیری شده در جدول (۷)، مقدار روغن نمونه‌ها در حد مجاز مقدار آستانه آن‌ها است.

جدول ۴- نتایج آزمون گرانروی سینماتیک: با توجه به نتایج جدول (۴)، مقدار گرانروی سینماتیک موم ایندراامیک و موم دوجزئی به ترتیب ۹/۲ و ۸/۳ سانتی استوک (mm²/s) است که در حد مجاز مقادیر آستانه گرانروی تعیین شده توسط استاندارد نظامی MIL-W-20553D هستند. موم سه‌جزئی با داشتن گرانروی در حدود ۱/۳×۱۰^۲ سانتی استوک، بسیار بیشتر از میزان آستانه تعیین شده است. بنابراین از نظر گرانروی شرایط خوبی را به‌عنوان حساسیت‌زدا ندارد. این مقدار گرانروی زیاد می‌تواند ناشی از وجود ۲۰٪ کوپلیمر پلی اتیلن وینیل استات با شاخص مذاب کم و گرانروی خیلی بالا باشد.

جدول ۵- نتایج آزمون گرانروی سینماتیک.

نمونه	مقدار آستانه بر اساس استاندارد MIL-W-20553D	گرانروی (mm ² /s)
موم ایندراامیک	۹۸°C در ۶±۱۵ (mm ² /s)	۹/۲
موم دوجزئی		۸/۳
موم سه‌جزئی		۱/۳×۱۰ ^۲

جدول ۶- نتایج آزمون نقطه اشتعال.

نمونه	نقطه اشتعال (°C)	مقدار آستانه بر اساس استاندارد MIL-W-20553D
موم ایندراامیک	۲۲۰	
موم دوجزئی	۲۳۲	مقدار کمیته ۲۰۴°C
موم سه‌جزئی	۲۲۲	

جدول ۷- نتایج آزمون میزان مواد آلی نامحلول.

نمونه	محتوای روغن (W%)	مقدار آستانه بر اساس استاندارد MIL-W-20553D
موم ایندراامیک	۱/۳۷	
موم دوجزئی	۱/۴۷	مقدار بیشینه (W%) ۲/۵
موم سه‌جزئی	۱/۷۰	

جدول ۸- نتایج آزمون میزان مواد آلی نامحلول.

نمونه	مواد آلی نامحلول (W%)	مقدار آستانه بر اساس استاندارد MIL-W-20553D
موم ایندراامیک	۳/۳×۱۰ ^{-۱۰}	
موم دوجزئی	۳/۹×۱۰ ^{-۱۰}	مقدار بیشینه (W%) ۳/۰×۱۰ ^{-۱۰}
موم سه‌جزئی	۳/۱×۱۰ ^{-۱۰}	

جدول ۹- نتایج آزمون نفوذ سوزن.

نمونه	نفوذ سوزن (دقت ۰/۱ mm)	مقدار آستانه بر اساس استاندارد MIL-W-20553D
موم ایندراامیک	۱۳	
موم دوجزئی	۱۵	مقدار کمیته در ۲۵°C ۶/۰ mm
موم سه‌جزئی	۱۰	

آزمون میزان قلیا: بر اساس استاندارد نظامی MIL-W-20553D حد مجاز برای نمونه‌های موم، عدم وجود قلیا در نمونه‌های مورد آزمایش است. نتایج حاصل نشان می‌دهد که هر سه نمونه موم خنثی هستند که با حد مجاز تعیین شده در استاندارد نظامی مطابقت دارند.

جدول ۱۰- نتایج آزمون نفوذ سوزن.

نمونه	مقدار آستانه بر اساس استاندارد MIL-W-20553D	مقدار کمیته در ۲۵°C
موم ایندراامیک	۱۳	
موم دوجزئی	۱۵	۶/۰ mm
موم سه‌جزئی	۱۰	

آزمون میزان اسید: مطابق با نتایج جدول (۹) و با توجه به مقدار آستانه اسید در استاندارد نظامی، درصد اسید دو نمونه موم سه‌جزئی و دوجزئی در حد مجاز هستند و نمونه موم ایندراامیک، مقداری بیشتر از حد مجاز است.

جدول ۲- نتایج آزمون نقطه سفت شدن موم‌ها.

نمونه	میانگین نقطه سفت شدن (°C)
موم ایندراامیک	۸۵/۱
موم دوجزئی	۸۵/۱
موم سه‌جزئی	۸۲/۳

جدول ۳- نتایج آزمون نقطه نرم‌شوندگی.

نمونه	میانگین نقطه نرم‌شوندگی (°C)
موم ایندراامیک	۷۸/۲
موم دوجزئی	۷۳/۱
موم سه‌جزئی	۸۳/۲

جدول ۴- نتایج آزمون گرانروی سینماتیک.

نمونه	گرانروی (mm ² /s)	مقدار آستانه بر اساس استاندارد MIL-W-20553D
موم ایندراامیک	۹/۲	
موم دوجزئی	۸/۳	
موم سه‌جزئی	۱/۳×۱۰ ^۲	

آزمون نفوذ سوزن در ۲۵°C: بر اساس نتایج جدول (۵) و نتایج حاصل از اندازه‌گیری نفوذ سوزن و مقادیر آستانه مشخص شده در استاندارد نظامی، مقدار نفوذ سوزن نمونه‌ها در حد مجاز است. نفوذ سوزن در موم سه‌جزئی کمتر است که به علت وجود کوپلیمر پلی اتیلن وینیل استات با وزن مولکولی زیاد است.

جدول ۵- نتایج آزمون نفوذ سوزن.

نمونه	نفوذ سوزن (دقت ۰/۱ mm)	مقدار آستانه بر اساس استاندارد MIL-W-20553D
موم ایندراامیک	۱۳	
موم دوجزئی	۱۵	مقدار کمیته در ۲۵°C ۶/۰ mm
موم سه‌جزئی	۱۰	

جدول ۶- نتایج آزمون نفوذ سوزن.

نمونه	مقدار آستانه بر اساس استاندارد MIL-W-20553D	مقدار کمیته در ۲۵°C
موم ایندراامیک	۱۳	
موم دوجزئی	۱۵	۶/۰ mm
موم سه‌جزئی	۱۰	

جدول ۷- نتایج آزمون نفوذ سوزن.

نمونه	مقدار آستانه بر اساس استاندارد MIL-W-20553D	مقدار کمیته در ۲۵°C
موم ایندراامیک	۱۳	
موم دوجزئی	۱۵	۶/۰ mm
موم سه‌جزئی	۱۰	

جدول ۹- نتایج آزمون اسید.

مقدار آستانه بر اساس استاندارد MIL-W-20553D	مقدار اسید (W%)	نمونه
مقدار بیشینه (W%) $1/0 \times 10^{-10}$	$1/5 \times 10^{-10}$	موم ایندرا میک
	$7/5 \times 10^{-10}$	موم دوجزئی
	$2/5 \times 10^{-10}$	موم سه‌جزئی

اندازه‌گیری میزان تراوش: علی‌رغم چندین بار تکرار آزمایش برای هر نمونه موم، نتایج حاصل برای تراوش (جدول (۱۰)) بسیار بیشتر از حد مجاز مقدار آستانه است. بر اساس مقادیر اندازه‌گیری شده مقدار روغن نمونه‌ها و به‌خصوص موم سه‌جزئی، انتظار می‌رود که میزان تراوش برای موم سه‌جزئی بیشتر از دو نمونه دیگر باشد که با توجه به نتایج حاصل از اندازه‌گیری تراوش، موم سه‌جزئی کمترین میزان تراوش را داشته است که به علت حضور کopolymer پلی‌اتیلن وینیل استات است که با دارا بودن وزن مولکولی بالا و گرانیوی بالا، باعث نگه‌داشتن روغن در ساختار ترکیب می‌شود. موم دوجزئی که نسبت به موم ایندرا میک دارای ۲۰٪ موم زنبور عسل است مقدار تراوش بیشتری دارد که به علت حضور موم زنبور عسل است، این مسئله با توجه به گرانیوی کمتر موم دوجزئی نسبت به موم ایندرا میک قابل توجیه است.

جدول ۱۰- نتایج آزمون تراوش.

مقدار آستانه بر اساس استاندارد MIL-W-20553D	تراوش (W%)	نمونه
بیشینه در 71°C (W%) $3/0$	۳۷/۹	موم ایندرا میک
	۵۱/۵	موم دوجزئی
	۱۸/۵	موم سه‌جزئی

مقایسه نتایج حاصل از آزمون‌های انجام شده جهت تعیین کیفیت نمونه واکس‌های این تحقیق در جدول (۱۱) ارائه داده شده است (تیک‌های نشان دهنده تأیید مقادیر اندازه‌گیری شده توسط استاندارد بوده و ضربدرها نمایانگر عدم تأیید مقادیر اندازه‌گیری شده است). بر اساس مقادیر نقطه ذوب قطره شدن سه نمونه موم مورد آزمون (موم ایندرا میک، موم دوجزئی و سه‌جزئی)، دارای نقطه ذوب مطلوبی در حد مجاز تعیین شده طبق استاندارد بودند که نمودارهای DSC صحت نقاط ذوب اندازه‌گیری شده را مورد تأیید قرار دادند. علاوه بر این، این نمودارها تعداد اجزای نمونه‌ها را نشان دادند. همچنین نتایج حاصل از اندازه‌گیری گرانیوی برای نمونه‌ها نشان می‌دهد که گرانیوی موم سه‌جزئی بسیار بالاتر از حد مطلوب مورد نظر است که این می‌تواند اثری منفی در خواص رئولوژی و در نهایت حساسیت‌زدایی آن داشته باشد. میزان نفوذ سوزن برای هر سه نمونه موم در حد مطلوب است، ولی میزان نفوذ موم سه‌جزئی نزدیک به مقدار کمینه حد مجاز است که نشان دهنده سختی بیشتر آن است که تأثیر منفی در خاصیت قالب‌گیری و ریخته‌گری آن خواهد داشت. موم دوجزئی از نظر میزان نفوذ سوزن و سختی شرایط مطلوب‌تری نسبت به دو نمونه دیگر دارد.

جدول ۱۱- مقایسه نتایج حاصل از آزمون‌های تعیین کیفیت واکس‌ها.

نتایج حاصل از آزمون‌های استاندارد برای سه نمونه واکس			آزمون		
سه‌جزئی	دوجزئی	ایندرا میک	ایندرا میک	دوجزئی	سه‌جزئی
۸۴/۱	۸۶/۱	۸۸/۲	نقطه ذوب قطره شدن ($^{\circ}\text{C}$)	✓	✓
✓	✓	✓	گرانیوی سینماتیک (mm^2/s)	۹/۲	$1/3 \times 10^{-2}$
×	×	✓	میزان نفوذ سوزن در 25°C	۱۳	۱۵
✓	✓	✓	نقطه اشتعال ($^{\circ}\text{C}$)	۲۲۰	۲۳۲
✓	✓	✓	محتوای روغن (W%)	۱/۳	۱/۴۷
✓	✓	✓	مواد آلی نامحلول (W%)	$3/3 \times 10^{-10}$	$3/9 \times 10^{-10}$
×	×	×	میزان قلیا	خنثی	خنثی
✓	✓	✓	میزان اسید (W%)	$1/5 \times 10^{-10}$	$7/5 \times 10^{-10}$
×	✓	✓	میزان تراوش (W%)	۳۷/۹	۵۱/۵
×	×	×			

نقطه اشتعال سه نمونه موم نشان می‌دهد که هر سه شرایط مطلوبی دارند ولی موم دوجزئی نقطه اشتعال بیشتری دارد که نشان دهنده پایداری حرارتی بیشتر تحت شرایط گرمادهی زیاد است. نقطه نرم‌شوندگی هر سه نمونه موم مطلوب است اما به دلیل وجود ناخالصی نقطه سفت شدن آن‌ها پایین‌تر از نقطه ذوب قطره شدن هر کدام است. میزان مواد آلی نامحلول هر سه نمونه نامطلوب است و همچنین اسید موم ایندرا میک نیز بالاتر از حد استاندارد است.

۴- نتیجه‌گیری

با توجه به نتایج حاصل از این تحقیق، می‌توان به این جمع‌بندی رسید که در مجموع موم ایندرا میک شرایط مطلوب‌تری را در بین موم‌های تحت آزمون دارد. هر سه نمونه موم مورد استفاده در یکی از صنایع‌های دفاعی از نظر نتایج آزمون‌های کنترل کیفیت مطلوب نیستند (به ویژه آزمون تراوش). پیشنهاد می‌گردد، صنایع دفاعی کشور آزمون‌های کنترل کیفیت موم‌ها را قبل از انجام دهند تا حساسیت‌زدایی محصول نهایی مواد منفجره دچار مشکل نگردد. نتایج این تحقیق نشان می‌دهد که آزمون‌های کنترل کیفیت موم‌های داخلی از اهمیت بالایی (ایمنی) برخوردار است و بهتر است توسط صنایع تولیدکننده موم و صنایع دفاعی مورد استفاده قرار گیرد.

- [19] Aubert S. A. "Desensitized Explosive Composition"; US Patent 4,705,582, 1987.
- [20] Harris, J. "Thermal Characteristics of Desensitizing Waxes for Explosive Compositions"; *Thermochim. Acta* 1977, 18, 125-145.
- [21] Persson, I. "Water Resistant Elastic Explosive Mixture"; US Patent 5,238,512 1993.
- [22] ASTM International "Standard Test Method for Drop Melting Point of Petroleum Wax, Including Petrolatum"; ASTM D127-08, West Conshohocken, PA, 2015.
- [23] Military Specification "Wax, Desensitizing"; MIL-W-20553D, 1976.
- [24] Golestani, F.; Bahrehvar, M. A.; Salehi, I. "Identification Methods and Analysis of Materials"; Iran University of Science and Technology Publishers, 2010.
- [25] Flaherty, B. "Characterisation of Waxes by Differential Scanning Calorimetry"; *J. Appl. Chem. Biotechnol.* 1971, 21, 144-148.
- [26] ASTM International "Standard Test Method for Measurement of Transition Temperatures of Petroleum Waxes by Differential Scanning Calorimetry (DSC)"; ASTM D4419-90, West Conshohocken, PA, 2015.
- [27] ASTM International "Standard Test Method for Congealing Point of Petroleum Waxes, Including Petrolatum"; ASTM D938-12, West Conshohocken, PA, 2012.
- [28] Giavarini, C.; Pochetti, F. "Characterization of Petroleum Products by DSC Analysis"; *J. Therm. Anal.* 1973, 5, 83-94.
- [29] AOCS Official "Slip Melting Point AOCS Standard Open Tube Melting Point"; AOCS Official Method Cc 3-25, Sampling and Analysis of Commercial Fats and Oils, 2009.
- [30] ASTM International "Standard Test Method for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and Calculation of Dynamic Viscosity)"; ASTM D445-15, West Conshohocken, PA, 2015.
- [31] Fielder, H.; Argüeso M. "The Characterisation of Casting Wax Rheology"; In 53rd Annual Technical Conf. & Expo, Investment Casting Institute, 2005.
- [32] ASTM International "Standard Test Method for Needle Penetration of Petroleum Waxes"; ASTM D1321-10, West Conshohocken, PA, 2010.
- [33] Laux, H.; Matthäi, M.; Weil, B.; Butz, T. "Influences on the Needle Penetration of Petroleum Wax"; *Petrol. Sci. Tech.* 2005, 23, 29-37.
- [34] ASTM International "Standard Test Method for Flash and Fire Points by Cleveland Open Cup Tester"; ASTM D92, West Conshohocken, PA, 2012. ASTM International "Standard Test Method for Oil Content of Petroleum Waxes"; ASTM D721-06, ASTM D92, West Conshohocken, PA, 2006.
- [35] ASTM International "Standard Test Method for Solvent Extractables in Petroleum Waxes"; ASTM D3235-05, West Conshohocken, PA, 2005.
- [36] ASTM International "Standard Test Method for Acid and Base Number by Color-Indicator Titration"; ASTM D947-04, West Conshohocken, PA, 2004.
- [37] Prickrill, W. "Hydrocarbon Wax Composition"; US Patent 3,857,805, 1974.
- [38] https://www.chemicalbook.com/ProductIndex_EN.aspx, html, Chemical Book.
- [1] Agrawal, J. P. "High Energy Materials: Propellants, Explosives and Pyrotechnics"; John Wiley & Sons, 2010.
- [2] Urbanski, T. "Chemistry and Technology of Explosives"; Pergamon Press New York, NY, 1965.
- [3] Badgujar, D.; Talawar, M.; Asthana, S.; Mahulikar, P. "Advances in Science and Technology of Modern Energetic Materials: An Overview"; *J. Hazard. Mater.* 2008, 151, 289-305.
- [4] Sikder, A.; Sikder, N. "A Review of Advanced High Performance, Insensitive and Thermally Stable Energetic Materials Emerging for Military and Space Applications"; *J. Hazard. Mater.* 2004, 112, 1-15.
- [5] Yan, T.; Wang, K.; Tan, X.; Liu, J.; Liu, B.; Zou, B. "Exploration of Hydrogen-Bonded the Energetic Material Carbohydrazide at High Pressures"; *J. Phys. Chem. C.* 2014, 118, 22960-22967.
- [6] Sucasca, M. "Test Methods for Explosives"; Springer Science & Business Media, 2012.
- [7] Bennion, J. C.; McBain, A.; Son, S. F.; Matzger, A. I. "Design and Synthesis of a Series of Nitrogen-Rich Energetic Cocrystals of 5, 5'-dinitro-2H, 2H'-3,3'-bis-1,2,4-triazole (DNBT)"; *Cryst. Growth Des.* 2015, 15, 2545-2549.
- [8] Zeman, S. "New Aspects of Initiation Reactivities of Energetic Materials Demonstrated on Nitramines"; *J. Hazard. Mater.* 2006, 132, 155-164.
- [9] Wei, H. "An Overview of Wax Production, Requirement and Supply in the World Market"; *European Chemical Bulletin* 2012, 1, 266-268.
- [10] Krendlinger, E.; Wolfmeier, U.; Schmidt, H.; Heinrichs, F. L.; Michalczyk, G.; Payer, W.; Dietsche, W.; Boehlke, K.; Hohner, G.; Wildgruber, J. "Waxes"; *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, 2015, 1-63.
- [11] Warth, A. H. "The Chemistry and Technology of Waxes"; Reinhold Publishing Corporation, New York, NY, 1956, 76-341.
- [12] Schmid, H. "Coating of Explosives"; *J. Hazard. Mater.* 1986, 13, 89-101.
- [13] Lin, C.; Zeng, C.; Wen, Y.; Gong, F.; He, G.; Li, Y.; Yang, Z.; Ding, L.; Li, J.; Guo, S. "Litchi-like Core-Shell HMX@ HPW@ PDA Microparticles for Polymer-Bonded Energetic Composites with Low Sensitivity and High Mechanical Properties"; *ACS Appl. Mater. Interfaces* 2019, 12, 4002-4013.
- [14] Li, Y. B.; Pan, L. P.; Yang, Z. J.; Gong, F. Y.; Zheng, X.; He, G. S. "The Effect of Wax Coating, Aluminum and Ammonium Perchlorate on Impact Sensitivity of HMX"; *Defence Technol.* 2017, 13, 422-427.
- [15] Jing, B.; Zhang, Y.; Jin, S.; Shang, F.; Wang, X.; Chen, Y. "Effect of Toughener on Desensitizer and 2, 4, 6, 8, 10, 12-Hexanitro-2, 4, 6, 8, 10, 12-Hexaazaisowurtzitane (HNIW) based Polymer Bonded Explosives (PBXs)"; *Mater. Express* 2017, 7, 529-535.
- [16] Li, G.; Zhang, C. "Review of the Molecular and Crystal Correlations on Sensitivities of Energetic Materials"; *J. Hazard. Mater.* 2020, 398, 122910.
- [17] Sinapour, H.; Damiri, S.; Pouretdal, H. R. "The study of RDX Impurity and Wax Effects on the Thermal Decomposition Kinetics of HMX Explosive using DSC/TG and Accelerated Aging Methods"; *J. Therm. Anal. Calorim.* 2017, 129, 271-279.
- [18] Damiri, S.; Pouretdal, H. R.; Ghane, A. "Thermal Decomposition Kinetic Study and Mass Loss Prediction of Desensitized RDX Energetic Material Using DTA/TGA Thermal Analysis and Accelerated Ageing Technique"; *J. Appl. Chem.* 2017, 44, 33-54.