



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۳۱۲۱

تجدیدنظر اول

۱۳۹۳

INSO

3121

1st. Revision

2015

روغن‌های روان‌کننده - تعیین مقدار ناچیز
رسوب - روش آزمون

**Lubricating oils — Determination of
trace sediment-Test method**

ICS:75.100

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) و 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) و 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
«روغن‌های روان‌کننده - تعیین مقدار ناچیز رسوب - روش آزمون»
(تجدید نظر اول)

رئیس:

سمت و / یا نمایندگی

دانشگاه بوعلی سینا همدان

هاشمی، مهدی
(دکتری شیمی تجزیه)

دبیر:

شرکت رویان پژوهان سینا

افتخاری دافچاهی، سمیه
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس استاندارد

بابازاده، فرشته
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

پژوهشکده شیمی و پتروشیمی پژوهشگاه استاندارد

بیگلری، حسن
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

شرکت بندر آبادان ده هزار

حسینی، مجتبی
(کارشناس ارشد شیمی آلی)

اداره کل استاندارد استان همدان

ردائی، احسان
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

پالایشگاه نفت پارس

شیخ علیزاده، کاملیا
(کارشناس شیمی)

شرکت پالایش الموت آبادان

صیافی، سید مهدی
(کارشناس شیمی)

شرکت رویان پژوهان سینا

صنعتگر، الهام
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

آزمایشگاه مرجع شیمی تجزیه راک

عندلیبی، مریم
(کارشناس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ه	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ وسایل
۲	۵ مواد و/یا واکنشگرها
۴	۶ نمونه‌برداری
۴	۷ روش انجام آزمون
۵	۸ محاسبات
۵	۹ گزارش آزمون
۵	۱۰ دقت و اریبی

پیش‌گفتار

استاندارد «روغن‌های روان‌کننده- تعیین مقدار ناچیز رسوب- روش آزمون» نخستین بار در سال ۱۳۷۴ 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 سی و چهارمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۳/۱۰/۲۰ 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 ۳۱۲۱ سال ۱۳۷۴ است.

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

ASTM D2273:2012, Standard Test Method for Trace Sediment in Lubricating Oils

روغن‌های روان‌کننده - تعیین مقدار ناچیز رسوب - 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، تعیین روشی برای اندازه‌گیری مقدار ناچیز (کمتر از ۰٫۰۵ درصد حجمی) رسوب در روغن‌های روان‌کننده می‌باشد. از آنجایی که مواد قابل حل در روغن به کمک حلال مشخص رسوب می‌نمایند، این بخش از رسوب در اندازه‌گیری در نظر گرفته نمی‌شود، لذا در مواردی که در آن اجزای قابل حل در روغن رسوب می‌دهند، این روش آزمون در اندازه‌گیری رسوب کاربرد ندارد.

۱-۲ در این استاندارد مقدار ناچیز رسوبی که در نفتا نامحلول است را می‌توان به کمک عمل سانتریفیوژ جدا نمود. مقادیر زیاد رسوب در روغن موجب عملکرد بد سامانه در موارد بحرانی می‌شود.

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 ۴۱۸۹، روش‌های نمونه‌برداری دستی از مواد و فرآورده‌های نفتی

2-2 ASTM D4177, Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاح و تعریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳ رسوب ناچیز

مقدار میلی‌لیترهای رسوب حاصل از ۱۰۰ ml نمونه روغن (درصد حجمی) هنگامی که نمونه روغن و حلال مشخص به قسمت‌های مساوی مخلوط شده و تحت شرایط تعیین شده، سانتریفیوژ می‌شوند.

۴ وسایل

۴-۱ سانتریفیوژ، مجهز به همه الزامات ایمنی برای استفاده معمول، قادر به چرخاندن دو یا چند لوله سانتریفیوژ پر شده در سرعتی که بتواند نیروی گریز از مرکز نسبی (rcf)^۱ بین ۶۰۰ تا ۷۰۰ را در انتهای لوله‌ها کنترل کند. اجزای نگه‌دارنده لوله سانتریفیوژ از قبیل بازو، حلقه‌ها و محفظه که شامل بالشتک‌های لاستیکی نیز می‌باشند، باید طوری تعبیه شوند که قادر به تحمل حداکثر نیروی گریز از مرکز تحمیلی از سوی منبع باشند. محفظه‌ها و بالشتک‌ها به‌طور محکم لوله‌ها را در هنگام حرکت سانتریفیوژ نگه‌داری می‌کنند. سانتریفیوژ باید به یک سپر فلزی یا پوشش محکم مجهز باشد، تا در صورت ایجاد شکستگی اجزاء دستگاه، خطری به‌وجود نیاید. سرعت چرخش را با استفاده از معادله ۱ محاسبه کنید:

$$rpm = 1337 \sqrt{rcf / d} \quad (1)$$

که در آن:

rcf نیروی گریز از مرکز نسبی؛

d قطر تاب اندازه‌گیری شده بین ته لوله‌های مقابل در وضعیت چرخش، بر حسب میلی‌متر.

ارتباط قطر تاب، نیروی گریز از مرکز نسبی و چرخش در دقیقه در جدول شماره ۱ ارائه شده است.

۴-۲ لوله سانتریفیوژ، مخروطی شکل، ابعاد آن مطابق شکل ۱ و جنس آن باید کاملاً از نوع شیشه مقاوم^۲ باشد. درجه‌بندی آن باید مطابق شکل ۱ واضح و مشخص شماره‌گذاری شود و دارای دهانه مناسب برای مسدود شدن با چوب پنبه باشد. رواداری^۳ خطای زینه‌بندی و کوچکترین تقسیم زینه‌بندی بین نشانه‌های کالیبراسیون مختلف در جدول ۲ ارائه شده است. لوله‌های سانتریفیوژ کالیبره شده باید از تولید کننده خریداری شوند.

۵ مواد و/یا واکنشگرها

۵-۱ هگزان، درجه خلوص آزمایشگاهی^۴، حداقل خلوص (هگزان، فوق العاده قابل اشتعال و استنشاق آن، مضر است) به یادآوری ۱ مراجعه کنید.

یادآوری ۱- هگزان‌ها، با حداقل درجه خلوص آزمایشگاهی، گاهی اوقات با نام‌های دیگری مانند، نفتای رسوبی، نفتای نفتی، اتر نفتی، لیگرویین، بنزن نفتی یا نفتای صنعتی به فروش می‌رسند.

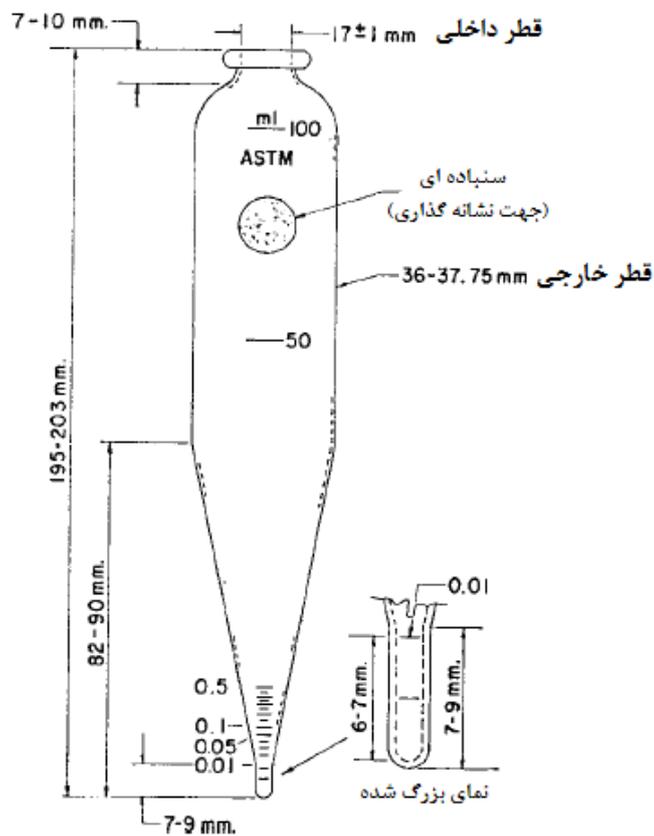
یادآوری ۲- توصیه می‌شود قبل از استفاده، هگزان عاری از هرگونه مواد خارجی موثر بر نتیجه نهائی آزمون باشد. برای این منظور توصیه می‌شود از صافی خیلی ریز عبور داده شده یا چندین بار سانتریفیوژ شده و قبل از مصرف جدا^۵ شده باشد.

1- relative centrifugal force
2- Annealed
3- Tolerances
4- Reagent grade
5- Decanted

جدول ۱- سرعت‌های چرخش برای سانتریفیوژهای با قطرهای مختلف

دور در دقیقه در نیروی گریز از مرکز نسبی ۷۰۰	دور در دقیقه در نیروی گریز از مرکز نسبی ۶۰۰	قطر تاب، mm الف
۱۶۱۰	۱۴۹۰	۴۸۳
۱۵۷۰	۱۴۵۰	۵۰۸
۱۵۳۰	۱۴۲۰	۵۳۳
۱۵۰۰	۱۳۹۰	۵۵۹

الف تاب بین لوله‌های مقابل هم در موقعیت چرخش بر حسب میلی‌متر اندازه‌گیری شده است.



شکل ۱- لوله سانتریفیوژ برای رسوب ناچیز

جدول ۲- رواداری کالیبراسیون لوله سانتریفیوژ برای رسوب ناچیز

گستره، ml	کوچکترین تقسیم زینه بندی، ml	بیشینه خطای زینه بندی، ml
۰ تا ۰٫۰۱	۰٫۰۰۵	± ۰٫۰۰۱ در ۰٫۰۱
۰٫۰۱ تا ۰٫۰۵	۰٫۰۱	± ۰٫۰۰۵
۰٫۰۵ تا ۰٫۱۵	۰٫۰۵	± ۰٫۰۱
۰٫۱۵ تا ۰٫۳۰	۰٫۰۵	± ۰٫۰۲
۰٫۳۰ تا ۰٫۵۰	۰٫۰۵	± ۰٫۰۳
۰٫۵۰ تا ۱٫۰۰	صفر	± ۱٫۰
۱٫۰۰ تا ۵۰	صفر	± ۱٫۰

۶ نمونه برداری

۱-۶ توصیه می شود برای نمونه های به دست آمده به استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹ و استاندارد ASTM D 4177 مراجعه کنید.

۲-۶ نمونه باید کاملاً معرف فرآورده مورد نظر باشد و مقدار مورد استفاده برای آزمون نیز باید کاملاً معرف نمونه باشد. این امر مستلزم هم زدن شدید نمونه بلافاصله قبل از انتقال نمونه به لوله سانتریفیوژ است. تهیه نمونه های معرف جهت این آزمون گاهی با مشکلات غیرمنتظره ای همراه است، از این رو با توجه به اهمیت نمونه برداری نمی توان قویاً روشی را تاکید نمود.

۷ روش انجام آزمون

۱-۷ ml (۵۰±۱) هگزان (به بند ۵-۱ مراجعه کنید) را در دمای اطاق در هر یک از دو لوله خشک و تمیز سانتریفیوژ بریزید (هشدار- به شدت قابل اشتعال است). سپس هر لوله را تا خط نشانه ۱۰۰ میلی لیتری با نمونه روغن پر کنید و با یک چوب پنبه که دارای پوششی از یک لایه پلاستیکی مقاوم در مقابل فرآورده های نفتی است، محکم مسدود کنید (از درپوش لاستیکی استفاده نکنید). نمونه را آن قدر هم بزنید تا از اختلاط کامل آن اطمینان حاصل کنید. سپس هر یک از لوله ها را حداقل ۲۰ بار وارونه کنید و در هر وارونه کردن اجازه دهید مایع به طور کامل از ته لوله تخلیه شود. اگر در اثر وارونه کردن، تمام مایع تخلیه نشود، لوله را بر روی کف دست برگردانید و به آرامی به آن ضربه بزنید تا مایع از ته لوله جدا شود. لوله ها را به مدت (۵±۱) دقیقه در حمام آب با دمای ۳۲ °C تا ۳۵ °C قرار دهید. فوراً چوب پنبه را برای از بین رفتن فشار بردارید و مجدداً هر یک از لوله ها را دقیقاً مانند قبل ۲۰ بار وارونه کنید. به دست آوردن نتیجه بهتر در این روش به مخلوط یکنواختی که در اثر جدا کردن مواد از ته لوله سانتریفیوژ در نتیجه وارونه کردن به وجود می آید، بستگی دارد.

۲-۷ دو لوله سانتریفیوژ یا جفت لوله ها را با محفظه مخصوص به حالت توازن در آورده و آن ها را در محل خود در مقابل یکدیگر قرار دهید. سپس به مدت (۱۰±۱) دقیقه با سرعت کافی به طوریکه بتواند یک نیروی

گریز از مرکز نسبی ۶۰۰ تا ۷۰۰ در ته لوله‌های سانتریفیوژ ایجاد کند، بچرخانید (به بند ۴-۱ مراجعه کنید). در پایان مدت ۱۰ دقیقه چرخش با دقت محلول را از رسوب جدا کرده و اجازه دهید رسوب در لوله‌ها باقی بماند. $ml (50 \pm 1)$ دیگر هگزان در هر یک از لوله‌ها بریزید، سپس نمونه روغن را تا زمانی که حجم کل به خط نشانه ۱۰۰ میلی‌لیتری برسد، اضافه کنید. سپس دهانه لوله‌ها را ببندید، مجدد آن‌ها را وارونه کرده، حرارت دهید و دوباره مطابق بند ۷-۱ وارونه کنید. لوله‌ها را مانند قبل به مدت (10 ± 1) دقیقه در سانتریفیوژ بچرخانید و عمل چرخاندن را تا زمانی که حجم رسوب در هر یک از لوله‌ها در سه بار خواندن متوالی ثابت بماند، تکرار کنید. به‌طور کلی برای روغن‌های دارای مقادیر رسوب کم، بیش از ۴ بار چرخاندن لازم نمی‌باشد. خوانش نهائی را برای رسوب در هر لوله ثبت کنید.

۸ محاسبات

۱-۸ اگر رسوب در یک یا هر دو لوله مطابق بند ۷-۲ موجود می‌باشد، میانگین خوانش نهایی را برای رسوب موجود در هر دو لوله محتوی نمونه، جهت تعیین حجم میانگین رسوب موجود در $ml 100$ نمونه به‌دست آورید.

۹ گزارش آزمون

- ۱-۹ اگر هیچ رسوبی در هر یک از لوله‌ها مطابق بند ۷-۲ مشاهده نشد، نتیجه را صفر گزارش کنید.
- ۲-۹ اگر میانگین نتایج تعیین شده در بند ۸-۱، بزرگتر از صفر و کوچکتر 0.01% باشد، نتیجه را با تقریب 0.001% گزارش کنید.
- ۳-۹ اگر میانگین نتایج تعیین شده در بند ۸-۱، بین 0.01 تا 0.05 باشد، نتیجه را با تقریب 0.01% گزارش کنید.

۱۰ دقت و اریبی

- ۱-۱۰ دقت این استاندارد با ارزیابی آماری نتایج آزمون بین آزمایشگاهی به شرح زیر می‌باشد:
- ۱-۱-۱۰ تکرارپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون که توسط یک آزمایشگر، با وسایل یکسان، تحت شرایط عملکردی ثابت، روی مواد آزمون یکسان و در شرایط صحیح آزمایشی به‌دست آمده است، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد از مقادیر زیر بیشتر است.

جدول ۳- تکرارپذیری

تکرارپذیری	رسوب، درصد حجمی
۰.۰۰۱	۰.۰۰۰ تا ۰.۰۰۲
۰.۰۰۱	۰.۰۰۳ تا ۰.۰۰۵
۰.۰۰۲	۰.۰۰۶ تا ۰.۰۱

۱۰-۱-۲ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون مستقل و مجزا که توسط آزمایشگرهای مختلف در آزمایشگاه‌های متفاوت با مواد آزمون یکسان و در شرایط صحیح آزمایشی به دست آمده است، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد از مقادیر زیر بیشتر است.

جدول ۴- تجدیدپذیری

تجدیدپذیری	رسوب، درصد حجمی
۰٫۰۰۱	۰٫۰۰۰ تا ۰٫۰۰۲
۰٫۰۰۲	۰٫۰۰۳ تا ۰٫۰۰۵
۰٫۰۰۳	۰٫۰۰۶ تا ۰٫۰۱

۱۰-۱-۳ آریبی، این روش آزمون تجربی بوده و دارای آریبی نمی‌باشد.