



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۴

تجدیدنظر دوم

۱۳۹۲

INSO

194

2nd.Revision

2013

روغن‌های روان‌کننده - اندازه‌گیری خاکستر
سولفات‌شده روغن‌های روان‌کننده و مواد
افزودنی - روش آزمون

**Lubricating oils - Sulfated ash from and
additives - 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، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، 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 می شود 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 می دهد 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 استاندارد 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 آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها 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 Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« روغن‌های روان‌کننده - اندازه‌گیری خاکستر سولفات‌ها شده روغن‌های روان‌کننده و مواد افزودنی -

روش آزمون »

(تجدید نظر دوم)

رئیس:

شاکرزاده، احسان
(دکتری شیمی)

سمت و/یا نمایندگی

هیات علمی دانشگاه شهیدچمران اهواز

دبیر:

لرکی، آرش
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

ارزانی، بهاره
(لیسانس شیمی)

کارشناس

افشار، روح‌ا...
(لیسانس شیمی)

کارشناس ارشد پتروشیمی امیر کبیر

پوررشنو، ساناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

حاتمی، امیر
(فوق لیسانس شیمی)

مدیرعامل شرکت پرشیا پژوهش شریف

دادک، سارا
(لیسانس شیمی)

کارشناس فنی شرکت پارس لیان ارونند

زمانی‌زاده، زاهد
(لیسانس شیمی)

کارشناس

شهبازی، هومن
(لیسانس شیمی)

کارشناس پتروشیمی شهید تندگویان

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

هیات علمی جهاد دانشگاهی

گل محمدی قانع، حامد
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

محمودی، اکرم
(لیسانس شیمی)

کارشناس

مکوندی، علی
(لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت اورسبز تکنیکال سرویسز
کیش

مکوندی، محسن
(لیسانس مهندسی نفت)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

نقدی، تینا
(فوق لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۲	۵ مواد و/ یا واکنشگرها
۳	۶ وسایل
۴	۷ نمونه برداری
۴	۸ آماده سازی استانداردها
۶	۹ محاسبات و بیان نتایج
۶	۱۰ گزارش آزمون
۷	۱۱ کنترل کیفیت
۷	۱۲ دقت و انحراف
۱۰	پیوست الف (اطلاعاتی) کنترل کیفیت

پیش گفتار

استاندارد " روغن‌های روان‌کننده- اندازه‌گیری خاکستر سولفات‌شده روغن‌های روان‌کننده و مواد افزودنی- روش آزمون " نخستین بار در سال ۱۳۶۵ تدوین شد. این استاندارد براساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط شرکت زر گستر روئینا و تایید کمیسیون های مربوط برای دومین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در یک‌هزار و هشتاد و ششمین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۹۲/۶/۱۸ تصویب شد. اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران ، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های ملی و جهانی در زمینه صنایع ، علوم و خدمات ، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود ، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت . بنابراین ، باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد .

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۴ سال ۱۳۷۸ است.

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

ASTM D 874: 2013, Standard Test Method for Sulfated Ash from Lubricating Oils and Additives

مقدمه

به خاطر مزاحمت‌های بین عنصری بالا، مجاز است که مقادیر خاکستر سولفات‌ها شده حاصل از روش آزمایشگاهی با مقادیر خاکستر سولفات‌ها شده محاسبه شده به روش آنالیز عنصری متفاوت باشد. تشکیل چنین گونه‌های غیرسولفات‌ها به دمای خاکسترشدن، زمان خاکسترشدن و اجزای تشکیل‌دهنده ترکیبات فلزی موجود در روغن‌ها بستگی دارد. از این رو معمولاً استفاده از ویژگی خاکستر سولفات‌ها شده در ویژگی‌های محصول بدون یک توافق واضح میان خریدار و فروشنده از عدم اطمینان مقدار خاکستر سولفات‌ها شده به‌عنوان معیاری از مقدار ترکیب فلزی کل، توصیه نمی‌شود.

روغن‌های روان‌کننده - اندازه‌گیری خاکستر سولفات‌ها شده روغن‌های روان‌کننده و مواد افزودنی - روش آزمون

هشدار - این استاندارد به تمام موارد ایمنی مرتبط با کاربرد آن اشاره نمی‌کند. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری ایمنی، سلامتی و تعیین قوانین حدود کاربردی قبل از استفاده به عهده کاربر می‌باشد.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری خاکستر سولفات‌ها شده در روغن‌های روان‌کننده استفاده‌نشده دارای مواد افزودنی و کسالت‌های افزودنی مورد استفاده در ترکیبات است. این مواد افزودنی معمولاً حاوی یک یا چند فلز، نظیر باریوم، کلسیم، منیزیم، روی، پتاسیم، سدیم و قلع است. عناصر گوگرد، فسفر و کلر نیز می‌توانند به صورت ترکیب وجود داشته باشند.

این استاندارد برای روغن‌های دارای مواد افزودنی بدون خاکستر که مقادیر خاکستر سولفات‌ها شده آن‌ها کمتر از ۰٫۰۲٪ جرمی است، کاربرد دارد. حد پایین این روش آزمون ۰٫۰۰۵٪ جرمی خاکستر سولفات‌ها شده است.

این استاندارد برای آنالیز روغن‌های موتور استفاده‌شده یا روغن‌های دارای سرب کاربرد ندارد. همچنین برای آنالیز روغن‌های روان‌کننده فاقد مواد افزودنی توصیه نمی‌شود، برای چنین نمونه‌هایی می‌توان از استاندارد ملی ایران شماره ۲۹۴۰ استفاده کرد.

یادآوری ۱- شواهد نشان می‌دهد که منیزیم هم مانند سایر فلزات قلیایی در این آزمون واکنش نمی‌دهد. اگر مواد افزودنی حاوی منیزیم وجود دارد، داده‌ها با احتیاط تفسیر می‌شوند.

یادآوری ۲- شواهد نشان می‌دهد که نمونه‌های حاوی مولیبدن می‌توانند نتایج پایینی نشان دهند، زیرا ترکیبات مولیبدن در دمای خاکستر شدن به طور کامل بازیابی نمی‌شوند.

خاکستر سولفات‌ها شده را می‌توان برای شناسایی غلظت مواد افزودنی حاوی فلزات معین در روغن‌های تازه به کار برد. زمانی که فسفر وجود ندارد، باریوم، کلسیم، منیزیم، سدیم و پتاسیم به سولفات‌هایشان تبدیل می‌شوند و قلع (مشتقات قلع) و روی به اکسیدهایشان تبدیل می‌شوند (یادآوری بند ۶-۱). گوگرد و کلر مزاحمت ایجاد نمی‌کنند اما زمانی که فسفر به همراه فلزات وجود دارد، به طور جزئی یا کلی به شکل فسفات‌های فلزی در خاکستر سولفات‌ها شده باقی می‌ماند.

یادآوری ۳- چون روی سولفات در دمای اشتعال مشخص شده در این استاندارد به آهستگی به اکسید خود تجزیه می‌شود، نمونه‌های حاوی روی می‌توانند نتایج متغیری نشان دهند، مگر اینکه روی سولفات به طور کامل به اکسید تبدیل شود.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای بعدی آن موردنظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه های بعدی آن ها موردنظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است :

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲۹۴۰، نفت و فرآورده های نفتی - تعیین مقدار خاکستر - روش آزمون

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب - مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی ها و روش های آزمون

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹، فرآورده های نفتی - روش های نمونه برداری

2-4 ASTM D 4177, Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products

2-5 ASTM D 6299, Practice for Applying Statistical Quality Assurance and Control Charting Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاح و تعریف زیر به کار می رود.

۱-۳

خاکستر سولفاته شده

باقی مانده به جامانده پس از کربن دار شدن نمونه و باقی مانده ای که با سولفوریک اسید واکنش داده و سپس تا رسیدن به وزن ثابت حرارت داده می شود.

۴ اصول آزمون

نمونه مشتعل شده و تا زمانی که فقط خاکستر و کربن باقی بماند، سوزانده می شود. پس از خنک سازی، باقی مانده با سولفوریک اسید واکنش داده و تا کامل شدن اکسایش کربن در دمای 775°C حرارت داده می شود. سپس خاکستر خنک شده، دوباره با سولفوریک اسید واکنش داده و تا رسیدن به وزن ثابت در دمای 775°C حرارت داده می شود.

۵ مواد و / یا واکنشگرها

به جز موارد مشخص شده در این استاندارد در همه آزمون‌ها باید از واکنشگرهای خالص شیمیایی استفاده شود. درجات دیگر می‌توانند مشروط بر دارا بودن خلوص به اندازه کافی بالا و بدون کاهش درستی اندازه‌گیری استفاده شوند.

۱-۵ آب، به‌غیر از موارد ذکرشده، باید آب درجه ۲ یا درجه ۳ مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده شود.

۲-۵ روغن معدنی حاوی خاکستر کم، روغن سفید دارای خاکستر سولفات شده کمتر از مقداری که قابل اندازه‌گیری به‌وسیله این روش آزمون باشد.

یادآوری - خاکستر سولفات شده این روغن را به‌وسیله روش ارائه‌شده در بندهای ۸-۱ تا ۸-۱۱، با استفاده از ۱۰۰ g روغن سفید توزین‌شده با تقریب ۰/۵ g در یک ظرف پلاتینی^۱ ۱۲۰ ml تا ۱۵۰ ml اندازه‌گیری کنید. مقدار شاهد سولفوریک اسید را مطابق بند ۸-۱۱ کسر کنید.

۳-۵ سولفوریک اسید، با دانسیته نسبی ۱/۸۴، سولفوریک اسید غلیظ (H_2SO_4)، هشدار - سولفوریک اسید سمی، خورنده و اکسیدکننده قوی است.

۴-۵ سولفوریک اسید (۱:۱)، به آرامی با افزودن یک حجم سولفوریک اسید غلیظ (بند ۵-۳) به یک حجم آب در حال هم‌زدن شدید تهیه کنید. هشدار - مخلوط کردن این اسید با آب، گرمای قابل توجهی تولید می‌کند. در صورت لزوم قبل از افزودن اسید بیشتر، محلول را خنک کنید. اجازه ندهید محلول بجوشد.

۵-۵ ۲- پروپانول

هشدار - اشتعال‌پذیر است و هنگامی که تا نزدیکی خشکی تبخیر شود، می‌تواند قابل انفجار باشد.

۶-۵ تولوئن

هشدار - اشتعال‌پذیر و سمی است.

۷-۵ نمونه‌های کنترل کیفیت (QC)^۲، ترجیحاً بخش‌هایی از یک یا چند ماده نفتی مایع هستند که پایدار و نماینده نمونه‌های موردنظر می‌باشند. این نمونه‌های QC را می‌توان برای بررسی اعتبار فرایند آزمون بند ۱۱ استفاده کرد.

۶ وسایل

1-Platinum dish
2-Quality control

۶-۱ بوتله یا ظرف تبخیر، از جنس چینی، سیلیس گداخته^۱ یا پلاتین با ظرفیت ۵۰ ml تا ۱۰۰ ml برای نمونه‌های حاوی خاکستر سولفاته شده بیشتر از ۰٫۰۲٪ جرمی یا ۱۲۰ ml تا ۱۵۰ ml برای نمونه‌های دارای خاکستر سولفاته شده کمتر از ۰٫۰۲٪ جرمی می‌باشند.
هشدار- زمانی که نمونه احتمالا دارای عناصری مانند فسفر است از پلاتین استفاده نکنید، چون تحت شرایط آزمون به پلاتین صدمه می‌زند.

یادآوری- برای رسیدن به بهترین نتایج درمورد نمونه‌های دارای خاکستر سولفاته شده کمتر از ۰٫۱٪ جرمی ظروف پلاتینی استفاده می‌شوند. مقادیر دقت نشان داده شده در بند ۱۲، برای این نوع نمونه به‌دست آمده است.

۶-۲ کوره مافل الکتریکی^۲، کوره باید قادر به نگهداشتن دمای $(775 \pm 25)^\circ\text{C}$ باشد و ترجیحا با داشتن روزنه‌ای در جلو و عقب، امکان عبور جریان طبیعی آرام هوا را از داخل کوره فراهم کند.
۶-۳ ترازو، قادر به توزین با تقریب ۰٫۱ mg باشد.

۷ نمونه‌برداری

نمونه‌ها را مطابق راهنمایی‌های موجود در استانداردهای ملی شماره ۴۱۸۹ یا ASTM D 4177 فراهم کنید. نمونه باید قبل از جداکردن آزمون آزمایشگاهی، کاملا مخلوط شود.

۸ آماده‌سازی استانداردها

۸-۱ اندازه بوتله یا ظرف تبخیر را متناسب با مقدار نمونه لازم انتخاب کنید (بند ۸-۳ را ببینید).
۸-۲ بوتله یا ظرف تبخیر مورد استفاده برای آزمون را به مدت حداقل ۱۰ دقیقه در دمای $(775 \pm 25)^\circ\text{C}$ حرارت دهید. در یک وسیله مناسب تا دمای اتاق خنک کرده و با تقریب ۰٫۱ mg توزین کنید.
یادآوری- وسیله‌ای که در آن ظرف خنک می‌شود، نباید حاوی عامل خشک‌کننده باشد.
۸-۳ مقداری از نمونه را مطابق رابطه ۱ درون بوتله توزین کنید.

$$W = \frac{10}{a} \quad (1)$$

که در آن:

W جرم آزمون بر حسب گرم؛

a خاکستر سولفاته شده مورد انتظار، بر حسب درصد جرمی است.

1-Fused silica
2-Electric Muffle Furnace

با این حال مقداری بیشتر از ۸۰ g برندارید. در مورد مواد افزودنی روغن‌های روان‌کننده‌ای که دارای بازده خاکستر سولفات شده ۲٪ جرمی یا بیشتر هستند، نمونه توزین شده را با حدود ۱۰ برابر وزن آن با روغن معدنی حاوی خاکستر کم (بند ۵-۲) در بوته رقیق کنید.

یادآوری - اگر مقدار خاکستر سولفات شده بیش از دو برابر با مقدار مورد انتظار متفاوت باشد، آنالیز را با وزن متفاوتی از نمونه محاسبه شده از آنالیز اول تکرار کنید.

۴-۸ بوته یا ظرف و نمونه را با دقت حرارت دهید تا محتویات آن بتوانند با یک شعله مشتعل شوند. دما را در مقداری نگه دارید که نمونه در یک سرعت متوسط و یکنواخت به سوختن ادامه دهد. هنگامی که سوختن متوقف شد، تا وقتی که دیگر دود یا بخاری متصاعد نشود، به آرامی حرارت دادن را ادامه دهید.

۱-۴-۸ اگر نمونه دارای رطوبت کافی باشد که منجر به ایجاد کف و سرریز شدن نمونه از بوته گردد، آن نمونه را کنار بگذارید و به یک نمونه دیگر قبل از حرارت دادن ۱ ml تا ۲ ml، ۲-پروپانول ۹۹٪ (بند ۵-۵) اضافه کنید. اگر این عمل رضایت بخش نبود، ۱۰ ml مخلوط هم‌حجم تولوئن (بند ۵-۶) و ۲-پروپانول اضافه و کاملاً مخلوط کنید. چند نوار کاغذ صافی بدون خاکستر را در مخلوط قرار داده و حرارت دهید؛ هنگامی که کاغذ شروع به سوختن کند، بخش بزرگتر آب حذف خواهد شد.

۵-۸ اجازه دهید ظرف تا دمای اتاق خنک شود، سپس با افزودن قطره قطره سولفوریک اسید (بند ۵-۳)، باقی مانده را کاملاً مرطوب کنید. بوته را با دقت بر روی یک صفحه داغ یا یک شعله گاز در دمای پایین حرارت دهید تا از پاشیده شدن آن جلوگیری شود و تا هنگامی که دیگر بخاری متصاعد نشود، حرارت دادن را ادامه دهید.

۶-۸ ظرف را درون کوره با دمای $^{\circ}\text{C}$ (25 ± 775) قرار دهید و تا زمانی که اکسایش کربن کامل و یا تقریباً کامل شود، حرارت دادن را ادامه دهید.

۷-۸ اجازه دهید ظرف تا دمای اتاق خنک شود. ۳ قطره آب و ۱۰ قطره سولفوریک اسید (بند ۵-۴) اضافه کنید. ظرف را تکان دهید تا کل باقی مانده مرطوب شود. مطابق بند ۵-۸ دوباره ظرف را حرارت دهید.

۸-۸ ظرف را مجدداً درون کوره با دمای $^{\circ}\text{C}$ (25 ± 775) قرار دهید و به مدت ۳۰ دقیقه در این دما نگه دارید (یادآوری ۱ را ببینید). ظرف را در یک وسیله مناسب تا دمای اتاق خنک کنید (یادآوری بند ۸-۲ را ببینید).

یادآوری ۱ - یک بررسی انجام شده به وسیله دو آزمایشگاه جداگانه که در آن باقی مانده‌های خاکستر سولفات شده در دوره‌های زمانی طولانی (برای مثال در طول یک شب) برخلاف ۳۰ دقیقه درون کوره با دمای $^{\circ}\text{C}$ (25 ± 775) حرارت داده شدند (مورد نیاز در بند ۸-۸)، نشان داد که اختلاف قابل توجهی در نتایج خاکستر سولفات شده می‌تواند وجود داشته باشد. بررسی نشان داد که نتایج خاکستر سولفات شده به دست آمده در نمونه‌هایی که مدت یک شب در کوره قرار گرفته بودند کمتر از نمونه‌هایی بود که در دوره‌های ۳۰ دقیقه‌ای حرارت داده شدند. یک آنالیز وزن‌سنجی حرارتی^۱ هم تأیید کرد که اتلاف وزن نمونه‌های ارزیابی شده در

دمای °C ۷۷۵ به عنوان تابعی از زمان ادامه می‌یابد. هم‌چنین ضروری است که الزام زمان حرارت‌دهی ۳۰ دقیقه‌ای با عمل به روش آزمون توافق داشته باشد. جزئیات مربوط به بررسی را می‌توان در گزارش تحقیقاتی ASTM RR D02-1597 پیدا کرد.

یادآوری ۲- روی دی‌آلکیل یا آلکاریل دی‌تیوفسفاتها و مخلوط‌های حاوی این مواد افزودنی، در این مرحله باقی‌مانده‌ای برجای می‌گذارند که به‌طور جزئی سیاه می‌باشد. در این مورد بندهای ۷-۸ و ۸-۸ را تا دستیابی به باقی‌مانده‌ای سفید رنگ، تکرار کنید.

۸-۹ بوته و باقی‌مانده را با تقریب ۰/۱ mg توزین کنید.

۸-۱۰ تا زمانی که دو توزین متوالی بیشتر از ۱/۰ mg اختلاف نداشته باشند، بندهای ۸-۸ و ۹-۸ را تکرار کنید.

یادآوری - معمولاً یک‌بار تکرار کفایت می‌کند، مگر اینکه مقدار زیادی روی وجود داشته باشد که در این صورت ممکن است سه یا چهار دوره حرارت‌دهی لازم باشد.

۸-۱۱ برای نمونه‌هایی که انتظار می‌رود حاوی ۰/۰۲٪ جرمی یا مقدار کمتری خاکستر سولفات شده باشند، شاهد سولفوریک اسید را به‌وسیله افزودن ۱ ml سولفوریک اسید غلیظ به یک بوته یا ظرف پلاتینی توزین شده، تعیین کرده و تا هنگامی که بخارات بیشتری متصاعد نشود بوته را حرارت داده و سپس به مدت ۳۰ دقیقه درون کوره با دمای °C (۷۷۵±۲۵) حرارت دهید. ظرف یا بوته را تا دمای اتاق در یک وسیله مناسب خنک کنید (یادآوری بند ۸-۲ را ببینید) و با تقریب ۰/۱ mg وزن کنید. در صورت مشاهده هرگونه خاکستر در سولفوریک اسید، وزن خاکستر سولفات شده به‌دست‌آمده را با تفریق وزن خاکستر توزیع‌شده به‌وسیله سولفوریک‌اسید، که از حجم کل سولفوریک اسید مورد‌استفاده و وزن خاکستر موجود در شاهد ۱ ml تعیین می‌شود، از وزن کل خاکستر سولفات شده برای نمونه تصحیح کنید. از این وزن تصحیح‌شده، w ، در محاسبه درصد خاکستر سولفات شده استفاده کنید.

۹ محاسبات و بیان نتایج

۹-۱ خاکستر سولفات شده را برحسب درصدی از نمونه اصلی، با استفاده از رابطه ۲ محاسبه کنید.

$$\text{خاکستر سولفات شده، } \% \text{جرمی} = \left(\frac{w}{W}\right) \times 100 \quad (۲)$$

که در آن:

w مقدار گرم‌های خاکستر سولفات شده؛

W مقدار گرم‌های نمونه مورد استفاده می‌باشد.

۱۰ گزارش آزمون

نتایج را برای نمونه‌های با مقادیر کمتر از ۰/۰۲٪ جرمی با تقریب ۰/۰۰۱٪ جرمی و برای مقادیر بیشتر خاکستر سولفات شده با تقریب ۰/۰۱٪ جرمی مطابق روش آزمون این استاندارد گزارش کنید.

۱۱ کنترل کیفیت

- ۱-۱۱ عملکرد دستگاه یا روش انجام آزمون را به وسیله آنالیز یک نمونه QC تایید کنید (بند ۵-۷ را ببینید).
- ۱-۱-۱۱ هنگامی که قوانین کنترل کیفیت (QC)/تضمین کیفیت (QA) ^۱ قبلاً در محل آزمون برقرار باشند، مجاز است که این قوانین به منظور تایید اعتمادپذیری نتیجه آزمون مورد استفاده قرار گیرند.
- ۱-۱-۱۱ هنگامی که هیچ قانون QC/QA در محل آزمون برقرار نباشد، پیوست الف می تواند به عنوان سیستم QC/QA مورد استفاده قرار گیرد.

۱۲ دقت و انحراف^۲

۱-۱۲ دقت این روش آزمون براساس بررسی آماری نتایج بین آزمایشگاهی به صورت زیر تعیین شده است:

۱-۱-۱۲ برای مقادیر خاکستر سولفات شده بین ۰٫۰۵٪ جرمی و ۰٫۱۰٪ جرمی:

۱-۱-۱-۱۲ تکرارپذیری

تفاوت بین نتایج دو آزمون که توسط یک کاربر با یک دستگاه تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمون مشابه که در مدت زمان طولانی و در عملیات عادی و صحیح روش آزمون به دست آمده است. نباید یک مورد از ۲۰ مورد از مقدار به دست آمده از رابطه ۳ بیش تر شود.

$$r = 0,047 X^{0,85} \quad (3)$$

که در آن:

X میانگین دو نتیجه است.

۱-۱-۱-۱۲ تجدیدپذیری

تفاوت بین نتایج دو آزمون مستقل و مجزا که توسط کاربرهای متفاوت در آزمایشگاههای مختلف روی ماده آزمون مشابه که در مدت زمان طولانی و در عملیات عادی و صحیح روش آزمون به دست آمده است. نباید یک مورد از ۲۰ مورد از مقدار به دست آمده از رابطه ۴ بیش تر شود.

$$R = 0,189 X^{0,85} \quad (4)$$

که در آن:

X میانگین دو نتیجه است.

۱-۱-۱-۱۲ داده‌های مربوط به آزمون در جدول ۱ ارایه شده‌اند.

جدول ۱- اطلاعات دقت برای مقادیر کمتر از ۰٫۱٪

تجدیدپذیری	تکرارپذیری	خاکستر سولفات شده (٪ جرمی)
۰٫۰۰۲۱	۰٫۰۰۰۵	۰٫۰۰۵
۰٫۰۰۳۸	۰٫۰۰۰۹	۰٫۰۱۰
۰٫۰۱۴۸	۰٫۰۰۳۷	۰٫۰۵
۰٫۰۲۶۷	۰٫۰۰۶۶	۰٫۱۰

یادآوری ۱- مقادیر دقت در گستره ٪ ۰٫۰۰۵ جرمی تا ٪ ۰٫۱۰ جرمی خاکستر سولفات شده توسط بررسی‌های آماری نتایج آزمون بین آزمایشگاهی در یک برنامه مشارکتی ASTM-IP پیوسته اجرا شده در سال ۱۹۷۵ به دست آمدند. فقط از ظروف پلاتینی استفاده گردید.

۱۲-۱-۲ برای مقادیر خاکستر سولفات شده بین ٪ ۰٫۱۱ جرمی و ٪ ۲۵ جرمی:

۱۲-۱-۲-۱ تکرارپذیری

تفاوت بین نتایج دو آزمون که توسط یک کاربر با یک دستگاه تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمون مشابه که در مدت زمان طولانی و در عملیات عادی و صحیح روش آزمون به دست آمده است. نباید یک مورد از ۲۰ مورد از مقدار به دست آمده از رابطه ۵ بیش تر شود.

$$r = 0.060 X^{0.75} \quad (5)$$

که در آن:

X میانگین دو نتیجه است.

۱۲-۱-۲-۲ تجدیدپذیری،

تفاوت بین نتایج دو آزمون مستقل و مجزا که توسط کاربرهای متفاوت در آزمایشگاه‌های مختلف روی ماده آزمون مشابه که در مدت زمان طولانی و در عملیات عادی و صحیح روش آزمون به دست آمده است. نباید یک مورد از ۲۰ مورد از مقدار به دست آمده از رابطه ۶ بیش تر شود.

$$R = 0.142 X^{0.75} \quad (6)$$

که در آن:

X میانگین دو نتیجه است.

۱۲-۱-۲-۳ داده‌های مربوط به آزمون در جدول ۲ ارائه شده‌اند.

جدول ۲- اطلاعات دقت برای مقادیر بیشتر از ۰/۱٪

تجدیدپذیری	تکرارپذیری	خاکستر سولفاته شده (% جرمی)
۰/۰۸۴	۰/۰۳۶	۰/۵
۰/۰۱۴۲	۰/۰۶۰	۱/۰
۰/۴۷۵	۰/۲۰۱	۵/۰
۰/۷۹۹	۰/۳۳۷	۱۰/۰
۱/۳۴۳	۰/۵۶۷	۲۰/۰
۱/۵۸۸	۰/۶۷۱	۲۵/۰

یادآوری ۲- مقادیر دقت در گستره ۰/۱۰٪ جرمی تا ۲۵٪ جرمی خاکستر سولفاته شده توسط بررسی‌های آماری نتایج آزمون بین آزمایشگاهی در یک برنامه مشارکتی ASTM-IP پیوسته اجرا شده در سال ۱۹۸۱ به دست آمدند.

۱۲-۱-۳ براساس یک بررسی بین آزمایشگاهی انجام شده در سال ۲۰۰۶، شامل ۹ آزمایشگاه و شش روغن موتور مخصوص کار سنگین^۱ با ویژگی API PC 10^۲، دقت به صورت زیر به دست آمد:

میزان غلظت خاکستر سولفاته: ۰/۸٪ جرمی تا ۱/۶٪ جرمی

تکرارپذیری: 0.08068×10^4

تجدیدپذیری: 0.11563×10^4

۱۲-۱-۳ مثال‌هایی از دقت آنالیز در جدول ۳ نمایش داده شده است.

جدول ۳- اطلاعات دقت برای روغن‌های نوع API PC 10

تجدیدپذیری	تکرارپذیری	غلظت خاکستر سولفاته شده (% جرمی)
۰/۱۱	۰/۰۶	۰/۸۰
۰/۱۳	۰/۰۷	۰/۹۰
۰/۱۸	۰/۰۹	۱/۱۰
۰/۳۰	۰/۱۶	۱/۶۰

۱۲-۲ انحراف

در این روش آزمون اندازه‌گیری خاکستر، از آنجایی که هیچ ماده مرجع قابل قبول برای تعیین انحراف روش آزمون وجود ندارد، نمی‌توان انحراف را تعیین کرد.

پیوست الف (اطلاعاتی) کنترل کیفیت

- الف-۱ عملکرد دستگاه یا روش آزمون را به وسیله آنالیز نمونه کنترل کیفیت (QC) تایید کنید.
- الف-۲ نیاز است که کاربر روش آزمون، مقدار میانگین و محدوده پایش نمونه QC را قبل از بررسی فرایند اندازه گیری تعیین کند (استاندارد ASTM D 6299 و سند MNL7^۱ را ببینید).
- الف-۳ نتایج QC و آنالیز را توسط نمودارهای کنترلی و دیگر روش های معادل آماری ثبت کنید تا وضعیت کنترل آماری فرایند کلی آزمون مشخص گردد (استاندارد ASTM D 6299 و سند MNL7 را ببینید). توصیه می شود که دلیل یا دلایل اصلی هر داده خارج از محدوده کنترل بررسی شود.
- الف-۴ در صورت عدم وجود الزامات صریح و روشن ارائه شده در روش آزمون، تکرار آزمون QC به میزان بحرانی بودن^۲ کیفیت اندازه گیری شده، پایداری اثبات شده روش آزمون و نیازمندی های مشتری بستگی دارد. معمولاً یک نمونه QC در هر روزی که آزمون انجام می شود با نمونه های روزمره آنالیز می شود. اگر تعداد زیادی نمونه به صورت روزمره آنالیز می شود، افزایش تعداد QC توصیه می گردد. با این حال، هنگامی که آزمون تحت کنترل آماری است، کاهش تعداد آزمون QC مجاز است. به منظور اطمینان از کیفیت داده ها، توصیه می شود دقت نمونه QC در مقابل دقت روش آزمون این استاندارد بررسی گردد.
- الف-۵ توصیه می شود که در صورت امکان، نوع نمونه QC که معمولاً آزمون می شود، نماینده ماده ای باشد که به صورت روزمره آنالیز می گردد. توصیه می شود یک منبع گسترده از ماده نمونه QC برای دوره معین استفاده در دسترس باشد و باید تحت شرایط پیش بینی شده ذخیره سازی همگن و پایدار باشد. برای راهنمایی بیشتر در مورد QC و روش های نموداری کنترل^۳، استاندارد ASTM D 6299 و سند MNL7 را ببینید.

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

2-Criticality

3-Control charting techniques