



جمهوری اسلامی ایران

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

## شماره استاندارد ایران

۵۵۹۶



مایع خنک کننده موتور - روش آزمون اندازه یون کلرید اضافی کشنده‌ها و کشیده شونده‌ها  
- ویژگیهای طراحی و ساخت

### چاپ اول

آشنایی با موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب قانون، تنها مرجع رسمی کشور است که عهده دار وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) می‌باشد. تدوین استاندارد در رشته‌های مختلف توسط کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان موسسه، صاحبنظران مراکز و موسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط با موضوع صورت می‌گیرد. سعی بر این است که استانداردهای ملی، درجهٔ مطلوبیت‌ها و مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فنی و فن آوری حاصل از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع شامل:

تولید کنندگان، مصرف کنندگان، بازرگانان، مراکز علمی و تخصصی و نهادها و سازمان‌های دولتی باشد. پیش نویس استانداردهای ملی جهت نظرخواهی برای مراجع ذینفع و اعضای کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود. و پس از دریافت نظرات و پیشنهادها در کمیته ملی

مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی(رسمی) چاپ و منتشر می شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که توسط موسسات و سازمان‌های علاقمند و ذیصلاح و با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌شود نیز پس از طرح و بررسی در کمیته ملی مربوط و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی چاپ و منتشر می‌گردد. بدین ترتیب استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مفاد مندرج در استاندارد ملی شماره «۵» تدوین و در کمیته ملی مربوط که توسط موسسه تشکیل می‌گردد به تصویب رسیده باشد.

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضاء اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد می‌باشد که در تدوین استانداردهای ملی ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی استفاده می‌نماید. موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون به منظور 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 استانداردها را با تصویب شورای عالی استاندارد اجباری نماید. موسسه می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید.

همچنین به منظور اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان‌ها و موسسات فعال در ضمینه مشاوره، آموزش، بازرگانی، ممیزی و گواهی کنندگان سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه‌ها و کالیبره کنندگان وسایل سنجش، موسسه استاندارد اینگونه سازمان‌ها و موسسات را بر اساس ضوابط نظام تائید صلاحیت ایران مورد ارزیابی قرار داده و در صورت احراز شرایط لازم، گواهی نامه تائید صلاحیت به آنها اعطا نموده و بر عملکرد آنها نظارت می‌نماید. ترویج سیستم بین‌المللی یکاهای کالیبراسیون وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبهای و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی از دیگر وظایف این موسسه می‌باشد.

کمیسیون استاندارد مایع خنک کننده موتور - روش آزمون اندازه یون کلرید اضافی کشنده‌ها و کشیده شونده‌ها - ویژگیهای طراحی و ساخت

رئیس

سامی - سعید

لیسانس

شرکت نفت بهران

شیمی

## اعضاء

آموزگار - لیلا	لیسانس شیمی	شرکت تابکم
پور مقدم - فاطمه	لیسانس شیمی	شرکت تابکم
جهانی - حبیبا...	لیسانس شیمی	صنایع دفاع - کارخانجات شیمیایی پارچین
سرابیان تهرانی - رضا	لیسانس شیمی	شرکت کیافرین
عمادی - ربابه	لیسانس شیمی	اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان سمنان
فیروزی - فاطمه	لیسانس شیمی	شرکت فومن شیمی
کله‌ری - محمد تقی	مهندس شیمی	شرکت سامان شیمی
کیانی خدیو - کیان		شرکت زامیاد
همدانی - لیلا	لیسانس شیمی	شرکت نفت پارس

## دبیر

افضلیان نائینی -	لیسانس شیمی	موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
اعظم		موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
شیخاوندی - ریتا	لیسانس شیمی	

## فهرست مطالب

- روش آزمون اندازه‌گیری یون کلرید اضافی در مایع خنک کننده موتور
- هدف و دامنه کاربرد
- خلاصه روشن آزمون
- اهمیت
- وسایل مورد نیاز
- مواد شیمیایی لازم

هشدارهای ایمنی

نمونه برداری

تهیه حلال اندازه‌گیری حجمی

روش کار

محاسبه

گزارش

دقت و انحراف

## بسمه تعالی

### پیشگفتار

استاندارد روش آزمون اندازه‌گیری یون کلرید اضافی در مایع خنک کننده موتور بوسیله کمیسیون‌های فنی مربوطه تهیه و تدوین شده و در یکصد و شصت‌مین جلسه کمیته ملی استاندارد شیمیائی مورخ 78/8/8 مورد تایید قرار گرفته، اینک به استناد بند 1 ماده 3 قانون اصلاحی قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه 1371 بعنوان استاندارد رسمی ایران منتشر می‌گردد.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات استانداردهای ملی ایران در موقع لزوم مورد تجدیدنظر قرار خواهد گرفت و هر گونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها بررسد در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه واقع خواهد شد. بنابراین برای مراجعة به استانداردهای ایران باید همواره از آخرین تجدیدنظر آنها استفاده نمود.

در تهیه و تدوین این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه حتی المقدور بین این استاندارد و استاندارد ملی کشورهای صنعتی و پیشرفت‌های هماهنگی ایجاد شود.

منابع و مأخذی که برای تهیه این استاندارد به کار رفته به شرح زیر است:

ASTM D 3634 - 1993 Standard Test Methods For Trace Chloride Ion Engine Coolants

**روش آزمون اندازه‌گیری یون کلرید اضافی در مایع خنک کننده موتور**

1 هدف و دامنه کاربرد

1-1- هدف از تدوین این استاندارد تعیین یون کلرید در مایع خنک کننده موتور در محدوده 5 تا 200 قسمت در میلیون در حضور حداکثر 0/6 درصد وزنی مرکاپتو بنزو تیازول می باشد.

2-1- سایر موادی که با یون نقره واکنش می دهند، مزاحم واکنش می باشند.

3-1- یون کلرید در مایع خنک کننده ای که دارای یک آریل تریازول 1 به جای مرکاپتو بنزو تیازول می باشد مستقیماً طبق این روش آزمون بدون آماده سازی با پراکسید هیدروژن تعیین می گردد.

4-1- کلیه مقادیر داده شده در این استاندارد در سیستم آحاد بین المللی SI بیان گردیده است.

4-2- این استاندارد مسائل ایمنی مربوط به عملیات، وسایل و مواد مصرفی را که ممکن است خطر آفرین باشند در بر نمی گیرد. رعایت تمام جوانب ایمنی به عهده آزمایش کننده می باشد.

## 2 خلاصه روش آزمون

1-2- ابتدا نمونه ای که PH آن بین 12 تا 13 تنظیم شده است، محلول هیدروژن پراکسید اضافه می گردد تا مرکاپتو بنزو تیازول موجود در آن اکسید شده و به صورت محلول سولفونات غیر مزاحم درآید. سپس نمونه در اسید استیک گلاسیال حل می شود و به طریقه پتانسیومتری با محلول رقیق نیترات نقره استاندارد تیتر می گردد. از آنجایی که حلالیت کلرید نقره در این سیستم به اندازه ای است که مانع از بدست آمدن مقادیر جزئی یون کلرید طبق این روش آزمون می گردد، مقداری کلرید به صورت دستی به اسید استیک گلاسیال اضافه می شود و سپس توسط تیتراسیون شاهد تصحیح می گردد.

## 3 اهمیت

این روش آزمون امکان تعیین مقادیر بسیار کم یون کلرید را در مایع خنک کننده موتور که دارای مواد بازدارنده خوردگی معمولی، مرکاپتو بنزو تیازول یا مرکاپتانهای دیگر می باشد و در حالت عادی در تیتراسیون با نیترات نقره تشکیل نمک نقره نامحلول مزاحم را می نماید فراهم می سازد.

## 4 وسایل مورد نیاز

1-4- دستگاه تیتراسیون و PH متر: یک PH متر با مقیاس وسیع با دقت 1 یا 2 میلی ولت مطلوب بوده ولی ضرورت ندارد.

برای تیتراسیون یون کلرید از یک الکترود شناساگر که نوک الکترود از جنس نقره باشد و یک الکترود مرجع شیشه ای استفاده می شود. الکترود نقره را با استیک هر چند وقت یکبار توسط پشم آهنی<sup>2</sup> و یا پودر ساینده<sup>3</sup> جلا داد و بعد آنرا کاملا شست.

2-4- میکروبورت گروه A، 10 میلی لیتری که با دقت 0/02 میلی لیتر درجه بندی شده است.

یادآوری (1) اسبابهای مدرج برای تجزیه‌های کمی، با حدود تعیین شده، خصوصاً با توجه به صحت درجه‌بندی ساخته می‌شوند. در انگلستان دو درجه دستگاه موجود است که موسسه استاندارد انگلیس به آنها درجه A و درجه B داده است. حدود خطاهای مجاز برای درجه A نزدیکتر است و این دستگاهها در کارهای با صحت زیاد به کار می‌روند. دستگاههای درجه B در کارهای روزمره به کار گرفته می‌شوند، در آمریکا دایرہ ملی استاندارد در واشنگتن تنها یک درجه را تعیین کرده که معادل طبقه A انگلیس است.

#### 3-3- بشرهای الکتروولیتیک بلند با حجم 250 میلی لیتر.

یادآوری (2) ظروف الکتروولیتیک ابزار الکترو شیمیایی می‌باشند که با عبور جریان الکتریسته در داخل آنها، عمل الکتروولیز روی می‌دهد. این ظروف بر دو قسم می‌باشند:  
الف) ظروف دارای دیافراگم که شامل دو قسمت بوده و توسط غشای متخلخلی از یکدیگر جدا می‌گردد.

ب) ظرف جیوه که در آن جیوه نقش کاتد را دارد.

الکترود آند در هر نوع این ظروف از مدت‌ها پیش از گرافیت ساخته می‌شد ولی به علت تجزیه سریع این نوع الکترود هم‌زمان با پیشروی عمل الکتروولیز، انواع دیگری از الکترود با پوششی از فلزاتی نظیر تیتانیم، روتینیم و فلزات نادر دیگر جایگزین الکترود گرافیت گردید.

#### 4-4- پی‌پتهاي 10, 20, 100 میلی لیتری گروه A

4-5- ظرف ارلن مایر 250 میلی لیتری دهانه سنباده‌ای شیشه‌ای که اندازه دهانه آن 24/40 باشد.

4-6- مبرد رفلакс شیشه‌ای با خنک‌کن آبی که طول ژاکت مبرد تقریباً 200 میلی متر باشد و اندازه قطر دهانه سنباده‌ای آن جهت قرار گرفتن در ارلن مایر برابر 24/40 باشد.

#### 4-7- بالون حجمی 200 میلی لیتری گروه A.

یادآوری (3) کلیه ظروف شیشه‌ای باید تمیز شده و جهت استفاده از این روش آزمون نگهداری گردد. به این منظور تمام ظروف شیشه‌ای را با محلول پاک کننده کرمیک اسید تمیز کرده و سپس با آب و بعد استون شسته و خشک کنید.

### 5 مواد شیمیایی لازم

1-5- درجه خلوص مواد شیمیایی: در کلیه آزمونها باید از مواد با درجه خلوص شیمیایی استفاده گردد.

2-5- آب: آب مورد استفاده در این آزمون باید بر اساس ویژگیهای داده شده در استاندارد ملی شماره 1728 ایران باشد. یعنی حداکثر ذرات و مواد حل شده 2 میلی گرم در لیتر، pH در 25 درجه سانتی گراد بین 5 تا 8، حداکثر هدایت

## میکروزیمفس

### سانتی متر

الکتریکی در 25 درجه سانتی گراد 5 و حداقل زمان پایداری رنگ بر اساس پرمنگنات پتاسیم، 10 دقیقه باشد.

3-3- اسید استیک گلاسیال (هشدار ایمنی بند 6-3)

4-4- محلول پراکسید هیدروژن (هشدار ایمنی بند 6-4): از محلول پراکسید هیدروژن 30 درصد جرمی استفاده کنید. باید از محلول تازه پراکسید هیدروژن استفاده کنید، زیرا محلول کهنه یا آلوده آن به طور قابل توجهی تجزیه شده و باعث اکسیداسیون ناقص ترکیبات گوگرد و متعاقباً بدست آمدن مقادیر قابل توجهی کلرید در پایان آزمایش خواهد شد.  
5-5- محلول کلرید پتاسیم: مقدار  $0/02 \pm 0/02$  گرم کلرید پتاسیم را در 100 میلی لیتر آب حل کنید. محلول شامل یک میلی گرم یون کلرید در هر میلی لیتر خواهد بود.

5-6- محلول نیترات نقره (هشدار ایمنی بند 6-5): محلول 0/01 نرمال نیترات نقره استاندارد را به طور هفتگی توسط رقیق کردن 10 میلی لیتر از محلول استاندارد 0/1 نرمال نیترات نقره با 100 میلی لیتر آب تهیه کنید. محلول 0/1 نرمال نیترات نقره باید طبق روش استاندارد ملی شماره 1439 ایران تهیه و عیارسنجی گردد.

5-7- محلول هیدروکسید سدیم (هشدار ایمنی بند 6-6): محلول هیدروکسید سدیم 20 درصد جرمی را در آب تهیه کنید.

## **6-هشدارهای ایمنی**

6-1- اسید کرمیک: شدیداً سمی، احتمالاً سرطانزا و خورنده. از تماس آن با پوست بدن جلوگیری کنید.

6-2- استون: شدیداً آتشگیر است و در صورت بلعیدن یا تنفس مضر می‌باشد. ایجاد سوزش می‌کند.

6-3- اسید استیک گلاسیال: سمی بوده و سوختگی‌های شدیدی را ایجاد می‌کند قابل احتراق می‌باشد و در صورت بلعیدن یا تنفس مضر است.

6-4- محلول پراکسید هیدروژن: اکسید کننده قوی، در اثر تماس با مواد دیگر مشتعل می‌شود. ایجاد سوختگی‌های شدید می‌کند. درب ظرف محتوی این ماده را خیلی محکم نبندید.

6-5- نیترات نقره: ممکن است در صورت بلعیدن کشنده باشد. سوختگی‌های شدیدی را ایجاد می‌کند.

6-6- محلول هیدروکسید سدیم: ایجاد سوختگی‌های شدید می‌کند.

## **7-نمونه برداری**

نمونه برداری مایع خنک کننده موتور بایستی بر طبق استاندارد ملی شماره 1330 ایران انجام گیرد.

از شیشه پراسید استیک گلاسیال به وزن 3/2 کیلوگرم، 100 میلی لیتر اسید استیک برداشته و با محلول نیترات نقره 0/01 نرمال به طریقه پتانسیومتری تیتر کنید. اگر در نمونه شاهد بیش از 0/2 میلی لیتر نیترات نقره 0/01 نرمال مصرف شده، شیشه محتوی اسید را مردود کنید. ولی اگر میزان نیترات نقره مصرفی کمتر از 0/05 میلی لیتر بود، مقداری از محلول کلرید پتانسیم (حداکثر یک میلی لیتر) به شیشه محتوی اسید استیک گلاسیال باقی مانده در بطری (حدود 2300 میلی لیتر) اضافه کنید تا میزان نیترات نقره مصرفی در تیتراسیون شاهد حدود 0/1 میلی لیتر برای 100 میلی لیتر اسید استیک گلاسیال گردد. تیتراسیون شاهد را دقیقاً بر روی 100 میلی لیتر از حلال و در دو دفعه انجام دهید. مقادیر بدست آمده در هر دو بار نباید بیش از 0/02 میلی لیتر با یکدیگر اختلاف داشته باشد. بقیه حلال را برای آزمایش کنار گذاشته و هر چند وقت یکبار تیتراسیون شاهد را بر روی آن انجام دهید.

## 9 روش کار

1-9- در یک ظرف ارلن مایر به حجم 250 میلی لیتر، مقدار  $50 \text{ گرم} \pm 0/1$  مایع خنک کننده ریخته و حدود 30 میلی لیتر آب به آن اضافه کنید. 5 میلی لیتر محلول هیدروکسید سدیم 20 درصد جرمی به نمونه اضافه کنید تا محلول مورد نظر به شدت قلیایی شود. همزمان با همزدن محلول، 5 میلی لیتر از پراکسید هیدروژن 30 درصد جرمی را به آن اضافه کنید و بعد ارلن مایر را به دستگاه رفلاکس متصل کنید تا به مدت 30 دقیقه عمل رفلاکس انجام شود. بعد از این مدت، محلول را تا دمای اتاق سرد کرده و تمامی محتویات ارلن مایر را به بالون حجمی 200 میلی لیتری منتقل کنید و با آب مقطر آنرا به حجم برسانید.

2-9- در یک بالون 200 میلی لیتری حجمی، با افزایش 5 میلی لیتر محلول پراکسید هیدروژن 30 درصد جرمی و 5 میلی لیتر محلول هیدروکسید سدیم 20 درصد جرمی (طبق بند 1-9) و به حجم رساندن آن با آب مقطر تا حجم 200 میلی لیتر، نمونه شاهد را تهیه کنید.

3-9- توسط یک پیپت، 100 میلی لیتر از حلال تیتراسیون (اسید استیک گلاسیال) را در دو بشر جداگانه بریزید. دقیقاً 20 میلی لیتر از نمونه حاوی مایع خنک کننده موتور را به یکی از بشرها ریخته و در بشر دوم 20 میلی لیتر از نمونه شاهد را بریزید و آنرا حل کنید. محتویات هر دو بشر را در حالی که توسط همزن مغناطیسی همzedه می‌شود. با محلول نیترات نقره 0/01 نرمال به روش پتانسیومتری تیتر کنید. تعادل پتانسیلی الکترودها در مجاورت نقطه پایان تیتراسیون آهسته می‌باشد از این رو افزایش حلال تیتراسیون در این محدوده به صورت 0/02 میلی لیتر خواهد بود و زمان کافی جهت قرائت و ثبت پتانسیل ثابت لازم است.

## 10 محاسبه

1-10- منحنی پتانسیومتری را بر حسب پتانسیل خوانده شده بر میلی لیتر حلال تیتراسیون مصرف شده ترسیم کنید. محور پتانسیل خوانده شده را بر اساس 2 میلی ولت و محور حلال

تیتراسیون را بر حسب 0/02 میلی لیتر تقسیم بندی کنید. نقطه پایان در وسط پر شیب‌ترین قسمت منحنی برگزیده می‌شود. (شکل شماره 1)

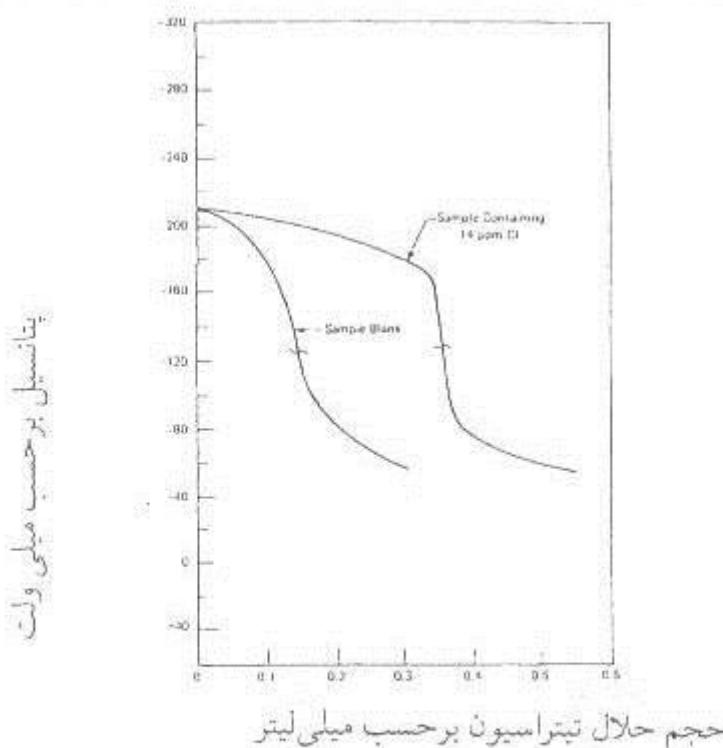
2-10- مقدار یون کلرید را بر حسب قسمت دو میلیون (ppm) به صورت زیر محاسبه کنید:

$$\text{مقدار کلرید} = \frac{(V-B) \times (N) \times (35/5) \times (2 \times 10^{-6}) \times (10^6)}{(2 \times 10^{-6}) \times (5 \times 10^{-6})} = (V-B) \times (N) \times (7100)$$

که در آن:

$V$  = حجم حلال تیتراسیون مصرف شده بر حسب میلی لیتر در نمونه حاوی مایع خنک کننده موتور

$B$  = حجم حلال تیتراسیون مصرف شده بر حسب میلی لیتر در نمونه شاهد  
 $N$  = نرمالیته حلال تیتراسیون



شکل ۱ منحنی های تیتراسیون برای اندازه گیری یون کلرید اضافی در مایع خنک کننده موتور

## 11- گزارش

11-1- مقدار یون کلرید را با تقریب واحد گزارش کنید.  
 11-2- دقت و انحراف

12- تکرارپذیری: اختلاف بین نتایج آزمونهای متوالی بدست آمده با یک آزمایش کننده و با همان وسائل تحت شرایط آزمون ثابت روی مواد آزمون یکسان، باقیستی در آزمونهای مکرر با بکار گرفتن صحیح این روش فقط یک مورد از بیست مورد تجاوز نماید.

تکرارپذیری این روش برای تعیین یون کلرید، در محدوده 5 تا 200 قسمت در میلیون برابر 5 قسمت در میلیون می‌باشد.

12-2- تجدیدپذیری: اختلاف بین نتایج دو آزمون واحد و مستقل بدست آمده با آزمایش کنندگان مختلف در آزمایشگاههای متفاوت روی مواد آزمون یکسان باشیست در آزمونهای مکرر با بکار بردن صحیح این روش، فقط یک مورد از بیست مورد تجاوز کند.

12-3- مقدار انحراف این آزمون در نظر گرفته نشده است.

---

1 - Aryltriazole

2 - steel wool

3 - scouring powder



Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER

5596



Engine coolants - Standard test methods for trace chloride ion in engine coolants

1<sup>st</sup> Edition