



INSO  
21294

1st.Edition  
2017

جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran  
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران  
۲۱۲۹۴

چاپ اول  
۱۳۹۵

روانکنده ها - تعیین فلزات ناشی از  
فرسایش و آلاینده ها در روغن های روانکاری  
یا سیالات هیدرولیک کار کرده به روش  
طیف سنجی نشر اتمی الکترود دیسک  
چرخان - روش آزمون

Lubricants - Determination of wear metals  
and contaminants in used lubricating oils or  
used hydraulic fluids by rotating disc  
electrode atomic emission spectrometry -  
Test method

ICS: 75.100

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران - ایران

تلفن: ۸۸۸۷۹۴۶۱-۵

دورنگار: ۸۸۸۸۷۱۰۳ و ۸۸۸۸۷۰۸۰

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج - ایران

تلفن: ۰۲۶ ۳۲۸۰۶۰۳۱-۸

دورنگار: ۰۲۶ ۳۲۸۰۸۱۱۴

ایمیل: standard@isiri.org.ir

وبگاه: <http://www.isiri.org>

**Iranian National Standardization Organization (INSO)**

No. 2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.org.ir

Website: <http://www.isiri.org>

## به نام خدا

## آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد 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.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود 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، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشتہ طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود. پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهییه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد. سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین‌المللی الکترونیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود. سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرفکنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیستمحیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرگانی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیستمحیطی، آزمایشگاهها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) و سایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاهای واسنجی و سایل 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 for Legal Metrology (Organisation Internationale de Métrologie Legale)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

## کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«روان‌کننده‌ها - تعیین فلزات ناشی از فرسایش و آلاینده‌ها در روغن‌های روانکاری یا سیالات هیدرولیک کارکرده به روش طیف‌سنگی نشر اتمی الکترود دیسک چرخان - روش آزمون»

### سمت و/یا محل اشتغال:

رئیس:

پژوهشکده شیمی و پتروشیمی پژوهشگاه استاندارد

عدل نسب، لاله

(دکتری شیمی تجزیه)

### دبیر:

اداره کل استاندارد استان مرکزی

عزیزی، عبدالمجید

(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

### اعضا: (اسمی به ترتیب حروف الفبا)

اداره استاندارد کاشان

آسائی اردکانی، آمیتیس

(کارشناسی شیمی کاربردی)

پژوهشکده شیمی و پتروشیمی پژوهشگاه استاندارد

امینیان، وحید

(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

پژوهشکده شیمی و پتروشیمی پژوهشگاه استاندارد

بیگلری، حسن

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

سازمان ملی استاندارد

رادی، پانته آ

(کارشناسی شیمی)

اداره کل استاندارد استان همدان

ردائی، احسان

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

شرکت توان کاو نت

سلیمانی، داود

(کارشناسی مهندسی شیمی)

شرکت به تام روانکار

طهماسبی وفا، ایرج

(کارشناسی شیمی)

شرکت فرایبن آتیه نامی

عراقی، رضا

(کارشناسی مهندسی شیمی)

سمت و/یا محل اشتغال:

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

دانشگاه اراک

عزیزی، امیر

(دکتری شیمی کاربردی)

شرکت مشاوران آزمایشگاه نفت ایرانیان

فتح الله خان، سارا

(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

پژوهشگاه صنعت نفت

فرزین نژاد، نجمه

(دکتری شیمی تجزیه)

آزمایشگاه پیرایه زیست قزوین

فشنی، علی

(دکتری شیمی تجزیه)

پژوهشگاه صنعت نفت

قدیرلی، نگار

(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

شرکت البرز تدبیر کاران

مسعودی، هوشنگ

(کارشناسی شیمی)

پژوهشکده شیمی و پتروشیمی پژوهشگاه استاندارد

مصطفوی، اکرم

(دکتری شیمی تجزیه)

مرکز تخصصی آنالیز شیمیایی جهاد دانشگاهی

یزدانفر، نجمه

(دکتری شیمی تجزیه)

ویراستار:

اداره استاندارد کاشان

آسائی اردکانی، آمیتیس

(کارشناسی شیمی کاربردی)

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۴	۴ اصول آزمون
۴	۵ اهمیت و کاربرد
۵	۶ تداخل‌ها (مزاحمت‌ها)
۵	۷ مواد و/ یا واکنشگرها
۷	۸ دستگاه
۹	۹ نمونه‌برداری
۹	۱۰ آماده‌سازی نمونه
۹	۱۱ آماده‌سازی دستگاه
۱۰	۱۲ کالیبراسیون
۱۰	۱۳ روش اجرای آزمون
۱۱	۱۴ گزارش آزمون
۱۱	۱۵ دقیقت و اریبی

## پیش‌گفتار

استاندارد «روان کننده ها - تعیین فلزات ناشی از فرسایش و آلایندهها در روغن‌های روانکاری یا سیالات هیدرولیک کارکرد» به روش طیف‌سنجی نشر اتمی الکترود دیسک چرخان- روش آزمون» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط تهیه و تدوین شده است، درنودو سومین اجلاسیه کمیته ملی استاندارد فراورده‌های نفتی مورخ ۹۵/۱۱/۱۰ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون‌های مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

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

ASTM D6595:2016, Standard test method for determination of wear metals and contaminants in used lubricating oils or used hydraulic fluids by rotating disc electrode atomic emission spectrometry

## روان‌کننده‌ها - تعیین فلزات ناشی از فرسایش و آلاینده‌ها در روغن‌های روانکاری یا سیالات هیدرولیک کارکرده به روش طیف‌سنجی نشر اتمی الکترود دیسک چرخان - روش آزمون

هشدار - در این استاندارد تمام موارد ایمنی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی مسئولیت برقراری شرایط ایمنی مناسب و اجرای آن به عهده کاربر این استاندارد است.

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، تعیین فلزات ناشی از فرسایش و آلاینده‌ها در روغن‌های روانکاری کارکرده و سیالات هیدرولیک کارکرده به روش طیف‌سنجی نشر اتمی الکترود دیسک چرخان (RDE-AES)<sup>۱</sup> می‌باشد.

۲-۱ این روش آزمون، روش سریعی برای تشخیص فرسایش غیرعادی و حضور آلودگی در روان‌کننده‌ها و سیالات هیدرولیک کارنکرده و کارکرده می‌باشد.

۳-۱ این روش آزمون از فلزات محلول در روغن برای کالیبراسیون استفاده می‌کند و حاکی از ارتباط کمی بین مقادیر تعیین شده به صورت ذرات نامحلول و فلزات محلول نمی‌باشد. نتایج آزمون به اندازه ذرات بستگی دارد و ممکن است در مورد عناصر موجود در نمونه‌های روغن کارکرده با اندازه ذرات بزرگ، نتایج ضعیفی به دست آید.

۴-۱ این روش آزمون، توانایی تشخیص و اندازه‌گیری کمی عناصر ناشی از سایش و آلاینده‌ها در محدوده مواد محلول با اندازه ذرات تقریبی  $10 \mu\text{m}$  را دارد.

### ۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

## 1-2 ASTM D4057 Practice for manual sampling of petroleum and petroleum products

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹ : سال ۱۳۸۸، روش‌های نمونه برداری دستی از مواد و فراورده‌های نفتی، با استفاده از استاندارد ASTM D4057:1988 تدوین شده است

## 2-2 ASTM D4177 Practice for automatic sampling of petroleum and petroleum products

### ۳ اصطلاحات و تعاریف

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

#### ۱-۳ سوزاندن

##### **burn**

تبخیر و برانگیخته کردن یک نمونه با انرژی کافی برای تولید طیف نشری می‌باشد.

#### ۲-۳ کالیبراسیون

##### **calibration**

تعیین مقدار پارامترهای مهم با مقایسه مقادیر مشخص تهیه شده از یک استاندارد مرجع می‌باشد.

#### ۳-۳ منحنی کالیبراسیون

##### **calibration curve**

نمایشی گرافیکی یا ریاضی از ارتباط بین مقدار تعیین شده از استانداردها و نتایج حاصل از اندازه‌گیری می‌باشد.

#### ۴-۳ استاندارد کالیبراسیون

##### **calibration standard**

استانداردی با یک مقدار پذیرفته شده (مقدار مرجع) که برای کالیبراسیون یک دستگاه اندازه‌گیری به کار می‌رود.

#### ۵-۳ طیف‌سنجی نشری

##### **emission spectroscopy**

اندازه‌گیری انرژی نشر شده از یک هدف، که در اثر برخی انرژی‌های برانگیخته‌کننده مانند نور، تخلیه الکترونیکی و غیره ایجاد شده است.

### ۶-۳ تخلیه قوس الکتریکی

#### arc discharge

یک کاتد منحصر به فرد با خواص خود تقویت‌شوندگی، جریان با چگالی بالا و تخلیه با دمای بالا که توانایی یونیزه کردن گاز یا بخار را دارد.

### ۷-۳ نمونه کنترلی

#### check sample

یک ماده مرجع که به طور معمول توسط آزمایشگاه تهیه و برای استاندارد کالیبراسیون داخلی، استاندارد کنترل اندازه‌گیری یا صحه‌گذاری روش اندازه‌گیری استفاده می‌شود.

### ۸-۳ آلاینده

#### contaminant

ماده موجود در یک نمونه روغن که ممکن است باعث ایجاد فرسایش غیرعادی یا تخریب روان‌کننده گردد.

### ۹-۳ الکترود متقابل

#### counter electrode

هر یک از دو الکترود گرافیتی در یک طیفسنج نشر اتمی که در میان آن‌ها، قوس یا جرقه ایجاد می‌شود.

### ۱۰-۳ الکترود دیسک گرافیتی

#### graphite disc electrode

حالت نرمی از عنصر کربن که به شکل دیسک ساخته می‌شود و به عنوان الکترود متقابل برای تولید قوس یا جرقه در طیفسنج‌ها برای آنالیز روغن کاربرد دارد.

### ۱۱-۳ الکترود میله‌ای گرافیتی

#### graphite rod electrode

حالت نرمی از عنصر کربن که به شکل میله ساخته می‌شود و به عنوان الکترود متقابل برای تولید قوس یا جرقه در طیفسنج‌ها برای آنالیز روغن کاربرد دارد.

### ۱۲-۳ پروفایل

#### profiling

تنظیم موقعیت واقعی شکاف ورودی برای فراهم کردن بهینه شدت اندازه‌گیری می‌باشد.

### ۱۳-۳ استانداردسازی

#### standardization

فرآیند انجام مجدد و تصحیح یک منحنی کالیبراسیون با استفاده از کمینه دو نمونه روغن استاندارد با غلظت مشخص می‌باشد.

### ۱۴-۳ نرخ نمونه‌گیری

#### uptake rate

مقدار نمونه روغن برای آنالیز که توسط الکترود دیسک چرخان به داخل قوس به طور فیزیکی حمل می‌شود.

### ۱۵-۳ فلز ناشی از فرسایش

#### wear metal

موادی که در نتیجه تخریب یک سطح سخت ناشی از حرکت نسبی بین آن سطح و یک جسم یا اجسام در حال تماس ایجاد می‌شوند.

## ۴ اصول آزمون

۱-۴ فلزات ناشی از سایش و آلاینده‌ها در یک آزمونه روغن کارکرده توسط تخلیه قوس الکتریکی کنترل شده، به روش الکترود دیسک چرخان، تبخیر و برانگیخته می‌شوند. انرژی‌های نشر شده از خطوط تجزیه‌ای انتخاب شده و یک یا چند استاندارد مرجع توسط آشکارسازهای فتو تکثیرکننده<sup>۱</sup>، وسایل جفت‌شده با بار<sup>۲</sup> یا سایر آشکارسازهای مناسب جمع آوری و ثبت می‌شوند. شدت نشر عناصر موجود در نمونه روغن کارکرده با استاندارهای کالیبراسیون آن‌ها مقایسه می‌شود. غلظت‌های عناصر موجود در نمونه روغن محاسبه و مشخص می‌گردد. به منظور پردازش، نتایج می‌توانند وارد بانک‌های اطلاعاتی شوند.

## ۵ اهمیت و فایده

تعیین باقیمانده فلزات در روغن‌های کارکرده، یک روش تشخیصی برای پایش عملکرد ماشین‌آلات می‌باشد. در صورت وجود داده‌های غلظت مبنای مقایسه، وجود یا افزایش غلظت نوع خاصی از فلزات حاصل از فرسایش در روان‌کننده‌ها می‌تواند نشان‌دهنده وقوع اولیه فرسایش فلزات باشد. همچنین افزایش مشخص عناصر آلوده‌کننده می‌تواند نشانگر وجود مواد خارجی نظیر مواد افزودنی ضد انجاماد یا شن در روان‌کننده‌ها باشد که ممکن است منجر به فرسایش یا تخریب روان‌کننده گردد. بنابراین با تشخیص فلزات و غلظت آن‌ها با این روش آزمون می‌توان قبل از وقوع مشکلات اساسی و خسارات جبران‌ناپذیر، اقدامات پیشگیرانه را انجام داد.

---

1- Photomultiplier tubes  
2- Charge coupled devices

## ۶ تداخل ها (مزاحمت ها)<sup>۱</sup>

### ۶-۱ طیفی

با انتخاب درست خطوط طیفی می‌توان از بیشتر تداخل‌های طیفی جلوگیری کرد. غلظت بالای مواد افزودنی می‌تواند بر خطوط طیفی مورد استفاده در تعیین فلزات حاصل از سایش، اثر تداخلی داشته باشد. سازندگان دستگاه معمولاً اثر تداخل‌های طیفی را با کالیبراسیون کارخانه‌ای رفع می‌کنند. برای همین منظور یک سیستم تصحیح زمینه، برای کاهش شدت‌های ناخواسته در دوطرف خط طیفی لازم است. اگر تداخل‌های طیفی به وجود آمده با انتخاب خط طیفی و تصحیح زمینه از بین نرود، ضروری است تصحیح با استفاده از نرم‌افزار کامپیوتربی تهیه شده توسط سازنده دستگاه انجام شود.

### ۶-۲ اثرات گرانزوی

تفاوت در گرانزوی نمونه روغن‌های کارکرده باعث تفاوت در نرخ نمونه‌گیری خواهد شد. استفاده از مرجع‌های داخلی دستگاه، بخشی از تفاوت‌ها را جبران می‌کند. در روغن کارکرده، خط طیفی هیدروژن معادل  $486/10\text{ nm}$ ، استاندارد صنعتی مناسبی است که به عنوان یک مرجع داخلی مورد استفاده قرار می‌گیرد. اگر نمونه مورد آزمون گرانزوی متفاوتی نسبت به نمونه‌های استفاده شده در تصحیح خط زمینه داشته باشد، بدون استفاده از یک مرجع داخلی، روند داده‌ها در روغن کارکرده به صورت معکوس تحت تأثیر قرار خواهد گرفت.

### ۶-۳ اندازه ذرات

اگر اندازه ذرات، بزرگتر از  $10\text{ }\mu\text{m}$  باشد، نتایج به دست آمده کمتر از غلظت واقعی نشان داده خواهند شد. ذرات بزرگ توسط الکترود دیسک چرخان به طور مؤثر به داخل قوس انتقال داده نمی‌شوند و در نتیجه توسط جرقه کاملاً تبخیر نمی‌شوند.

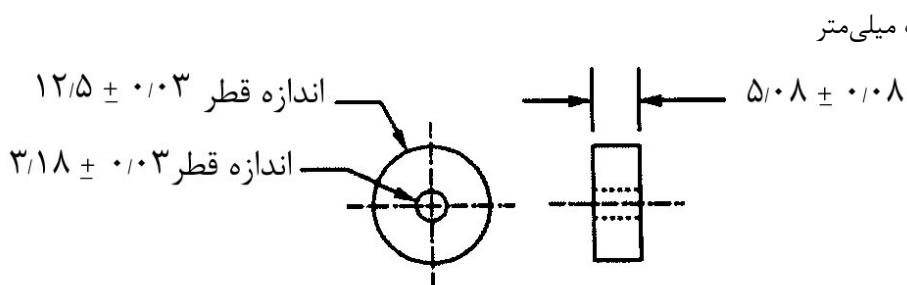
## ۷ مواد و / یا واکنشگرها

۱-۷ روغن پایه، یک روغن پایه با گرانزوی  $\text{cSt} 75$  عاری از گونه مورد آزمون، به عنوان شاهد کالیبراسیون یا برای تهیه استانداردهای کالیبراسیون استفاده می‌شود.

۲-۷ نمونه‌های کنترلی، یک روغن استاندارد یا یک نمونه با غلظت معین که به صورت دوره‌ای آزمون می‌شود تا استانداردسازی را در محدوده  $\pm 10\%$  صحت مجاز، تأیید یا رد کند.

۳-۷ محلول تمیزکننده، محلولی سازگار با محیط زیست، بدون کلر که به سرعت تبخیر شود و بدون ایجاد لایه نازک حلل، که نمونه روغن ریخته شده یا پاشیده شده روی محل استقرار نمونه را از بین ببرد.

۴-۷ الکترود دیسکی، یک الکترود از جنس گرافیت با درجه خلوص بالا (مناسب برای طیفسنجی) که ابعاد و مشخصات آن باید طبق شکل ۱ باشد.



یادآوری- ماده از جنس گرافیت با درجه خلوص بالا که برای طیفسنجی مناسب باشد.

شکل ۱- الکترود دیسکی گرافیتی

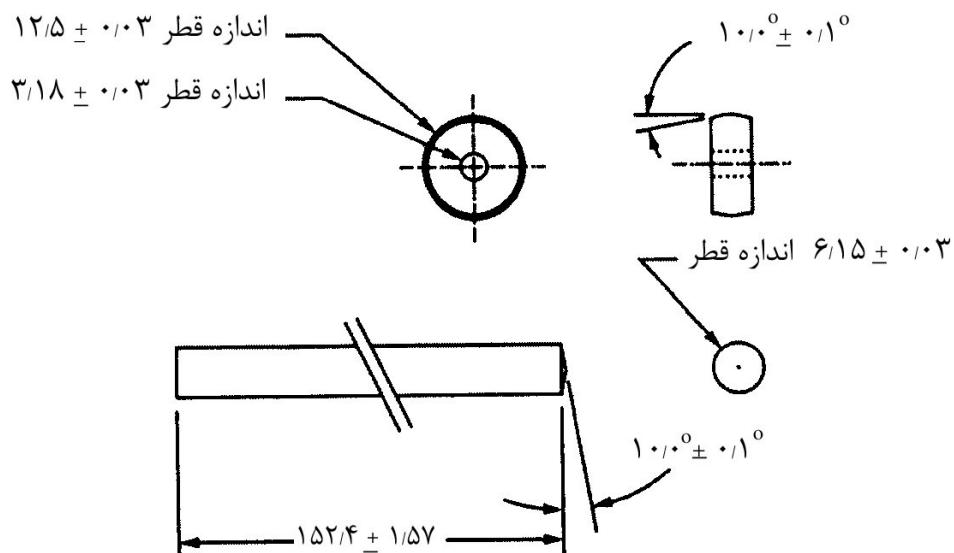
۵-۷ محلول تمیزکننده شیشه، محلولی که توانایی تمیزکردن و از بین بردن نمونه روغن‌های پاشیده شده بر روی دریچه کوارتزی محافظ لنز ورودی و فیبر نوری را دارد. ایزوپروپیل الکل یا یک شیشه پاک‌کن با پایه آمونیاکی برای انجام این کار مناسب هستند.

۶-۷ استانداردهای آلی فلزی، استانداردهای یک یا چند عنصری که به عنوان یک استاندارد با غلظت بالا برای استانداردسازی دستگاه و یا به عنوان یک نمونه کنترلی در تأیید کالیبراسیون استفاده می‌شوند. در مورد روغن‌های کارکرده، بالاترین غلظت‌های متداول در منحنی کالیبراسیون برای فلزات ناشی از فرسایش و آلاینده‌ها  $100 \text{ mg/Kg}$  و برای عناصر افزودنی  $900 \text{ mg/Kg}$  می‌باشد.

۷-۱ استانداردها عمر مفیدی دارند و در صورت گذشت زمان انقضای آن‌ها، نباید مورد استفاده قرار گیرند.

۷-۷ الکترود متقابل، الکترود متقابل می‌تواند میله‌ای یا دیسکی باشد. این الکترود باید از جنس گرافیت با درجه خلوص بالا (مناسب برای طیفسنجی) مطابق با ابعاد و مشخصات نشان داده شده در شکل ۲ باشد.

بعاد بر حسب میلی متر



یادآوری - ماده از جنس گرافیت با درجه خلوص بالا که برای طیفستنجی مناسب است.

شکل ۲- الکترود متقابل گرافیتی

۸-۷ ظرف نمونه، انواع ظرفهای نمونه می‌توانند برای آزمون نمونه‌های روغن کارکرده به کار روند. ظروف یکبار مصرف، باید پس از هر بار آزمون دور ریخته شوند و ظروف قابل استفاده مجدد، باید پس از هر بار استفاده تمیز شوند. همه ظروف نمونه باید عاری از هرگونه آلودگی باشند و به دقت نگهداری شوند. در مورد نمونه‌های روغن هیدرولیک که امکان دارد در زمان آزمون آتش بگیرند، از درپوش‌های خاص استفاده کنید.

۹-۷ نمونه‌های کنترل کیفیت (QC)<sup>۱</sup>، ترجیحاً بخش‌هایی از یک یا چند ماده نفتی مایع پایدار که نماینده‌ای از نمونه‌های مورد آزمون هستند. نمونه‌های کنترل کیفیت را می‌توان به صورتی که در بند ۱۳ شرح داده شده است، برای بررسی صحت فرآیند آزمون مورد استفاده قرار داد.

## ۸ دستگاه

۱-۸ تیزکننده الکترود، برای حذف آلاینده‌های ایجاد شده بر روی الکترود میله‌ای که از اندازه‌گیری‌های قبلی باقی می‌مانند، یک تیزکننده الکترود ضروری است. این تیزکننده، زاویه  $۱۶۰^{\circ}$  جدیدی در انتهای الکترود نیز ایجاد می‌کند. برای دستگاه‌هایی که از الکترود دیسکی به عنوان الکترود متقابل استفاده می‌کنند، تیزکننده الکترود لازم نیست.

1- Quality control

۲-۸ طیفسنج نشر اتمی الکترود دیسک چرخان، دستگاه طیفسنج متشکل از یک منبع برانگیخته کننده، چندفامساز نوری<sup>۱</sup> و یک سیستم بازخوانی است. فهرست عناصر قابل اندازه‌گیری و طول موج‌های پیشنهادی در جدول ۱ ذکر شده است. در مواردی که برای یک عنصر چندین طول موج ارائه شده است، به ترتیب، الوتیت یا گستره اندازه‌گیری موردنظر است.

جدول ۱- عناصر و طول موج‌های توصیه شده

عنصر	طول موج nm	عنصر	طول موج nm
آلومینیم	۳۰۸,۲۱	نیکل	۳۴۱,۴۸
باریم	۲۳۰,۴۸ و ۴۵۵,۴۰	فسفر	۲۵۵,۳۲ و ۲۱۴,۹۱
بور	۲۴۹,۶۷	پتاسیم	۷۶۶,۴۹
کلسیم	۳۹۳,۳۷ و ۴۴۵,۴۸	سیلیکون	۲۵۱,۶۰
کروم	۴۲۵,۴۳	نقره	۳۲۸,۰۷ و ۲۴۳,۷۸
مس	۳۲۴,۷۵ و ۲۲۴,۲۶	سدیم	۵۸۸,۸۹۹ و ۵۸۹,۵۹
آهن	۲۵۹,۹۴	قلع	۳۱۷,۵۱
سرب	۲۳۸,۳۱	تیتانیم	۳۳۴,۹۴
لیتیم	۶۷۰,۷۸	تنگستن	۴۰۰,۸۷
منگنز	۴۰۳,۰۷ و ۲۹۴,۹۲	وانادیم	۲۹۰,۸۸ و ۴۳۷,۹۲
منیزیم	۲۸۰,۲۰ و ۵۱۸,۳۶	روی	۲۱۳,۸۶
مولیبدن	۲۸۱,۶۰		

۲-۸ حمام اولتراسونیک حرارتی (توصیه شده)، حمام اولتراسونیک با گرم کردن و یکنواختنمودن، نمونه‌های روغن کارکرده را به صورت ذرات سوسپانسیونی یکنواخت در می‌آورد. این حمام باید برای نمونه‌هایی که دارای مقادیر فلزات باقی‌مانده زیادی هستند و نمونه‌هایی که  $48\text{ h}$  یا بیشتر از جابجایی و یا نگهداری آن‌ها گذشته است، استفاده شود.

## ۹ نمونه بوداری

۱-۹ نمونه گرفته شده از روغن کارکرده باید نماینده کل سیستم باشد. روش‌های مناسب نمونه‌برداری، ASTM D4177 و ASTM D4057 صحت روش آزمون را افزایش می‌دهد. نمونه‌برداری را طبق استانداردهای ASTM D4177 و ASTM D4057 انجام دهید.

## ۱۰ آماده‌سازی آزمونه

### ۱-۱۰ همگن‌سازی

نمونه‌های روغن کارکرده ممکن است حاوی ذرات معلق باشند بنابراین باید قبل از ریختن آزمونه برای آزمون، به شدت تکان داده شوند تا نماینده‌ای از کل نمونه باشند.

### ۲-۱۰ همگن‌کردن اولتراسونیک

نمونه‌هایی که به مدت چند روز حمل یا ابیار شده‌اند یا گرانروی بالایی دارند باید درون یک حمام اولتراسونیک حرارتی قرار داده شوند تا ذرات بهم چسبیده، شکسته شوند و به حالت سوسپانسیون درآیند. نمونه‌ها باید بعد از قرارگیری در حمام اولتراسونیک و قبل از ریختن آزمونه برای آزمون، به شدت تکان داده شوند. دمای حمام باید کمینه  $60^{\circ}\text{C}$  و مدت زمان همزدن، کمینه ۲ min باشد.

### ۳-۱۰ مقدار آزمونه

حداقل ۱ ml نمونه روغن کارکرده و استانداردهای روغن باید قبل از آزمون، درون ظرف آزمونه ریخته شوند. ریختن نمونه با حجم یکسان درون ظروف آزمونه منجر به تکرارپذیری مناسب آزمون می‌شود.

### ۴-۱۰ محل قرارگیری آزمونه

محل قرارگیری آزمونه باید طوری تنظیم شود که کمینه یک سوم الکترود دیسکی در آزمونه روغن فرو رود.

## ۱۱ آماده سازی دستگاه

### ۱-۱۱ گرم کردن<sup>۱</sup>

اگر دستگاه چند ساعت بدون استفاده باشد، لازم است برای تثبیت منبع برانگیختگی، کمینه سه بار عمل گرم کردن را انجام دهید. این عمل با هر نمونه روغن یا استانداردی می‌تواند انجام شود. برای الزامات گرم کردن در موارد خاص به دستورالعمل سازنده مراجعه کنید.

### ۲-۱۱ پروفایل نوری<sup>۲</sup>

روش انجام پروفایل نوری عادی در دستورالعمل کار با دستگاه وجود دارد. اگر دستگاه، مدت زمان طولانی غیر فعال باشد یا دما از آخرین کالیبراسیون، بیش از  $10^{\circ}\text{C}$  تغییر کرده باشد، باید یک پروفایل نوری مجدد انجام شود.

1- Warm-up-burns  
2- Optical profile

### ۱۱-۳ صحة‌گذاری

قبل از آزمون نمونه‌های معمول، برای تأیید یا رد کالیبراسیون، می‌توان از یک یا چند نمونه کنترلی، استفاده نمود. اگر نتایج صحة‌گذاری بیش از  $\pm 10\%$  با مقدار هر عنصر در نمونه کنترلی اختلاف داشته باشد، پروفایل نوری و استانداردسازی معمول باید انجام شوند.

## ۱۲ کالیبراسیون

### ۱-۱۲ کالیبراسیون کارخانه‌ای

گستره آزمون هر عنصر با استفاده از آنالیز استانداردهای آلی فلزی با غلظت‌های مشخص تعیین گردیده است. برای هر عنصر، یک منحنی کالیبراسیون و فاکتورهای تصحیح برای ایجاد یک پاسخ خطی تنظیم شده‌اند. نمونه‌ها باید در گستره پاسخ خطی اندازه‌گیری شوند. نمونه‌هایی از عناصر و طول موج‌های توصیه شده برای اندازه‌گیری عناصر در روغن‌های کارکرده، در جدول ۱ ارائه شده است.

### ۲-۱۲ استانداردسازی معمول

در صورت عدم تأیید صحة‌گذاری دستگاه یا در شروع هر نوبت کاری، استانداردسازی معمول باید کمینه در دو نقطه انجام شود. حداقل سه اندازه‌گیری با استفاده از شاهد و استاندارد کاری باید انجام شود.

## ۱۳ روش اجرای آزمون

### ۱-۱۳ آزمون نمونه‌های روغن

آزمونه را با همان برنامه منحنی کالیبراسیون و روش استانداردسازی، آزمون کنید. یک الکترود دیسکی جدید و یک الکترود میله‌ای تراشیده شده یا الکترود دیسکی متقابل جدید باید برای انجام هر آزمون استفاده شوند. به منظور جلوگیری از آلودگی ایجاد شده توسط انگشتان دست زمان نصب الکترود دیسکی باید از ابزار نصب یا حوله کاغذی آزمایشگاهی مخصوص استفاده کنید. برای جلوگیری همزمان از آلودگی یا افزایش ریختن نمونه، روش‌های تمیزکردن توصیه شده توسط سازنده را انجام دهید.

### ۲-۱۳ آزمون نمونه‌های قابل اشتعال

در صورت آزمون نمونه‌های روغن هیدرولیک که ممکن است در زمان آزمون آتش بگیرند، باید از ظروف نمونه با درپوش غیرپلاستیکی استفاده کنید. این درپوش‌ها، اشتعال نمونه را به تأخیر می‌اندازند و دودی را که باعث تضعیف سیگنال‌های آنالیز می‌شوند، کاهش می‌دهند. بیشتر درپوش‌ها بر روی ظروف قابل استفاده مجدد یا یکبار مصرف، جفت می‌شوند.

### ۳-۱۳ کنترل کیفیت با یک نمونه کنترلی

یک نمونه استاندارد کنترلی را کمینه هر ساعت در حین کار پیوسته با دستگاه یا پس از آزمون ۲۵ نمونه در حین کار متناوب بادستگاه، آنالیز کنید تا صحت دستگاه در محدوده  $\pm 10\%$  لازم برای هر عنصر تأیید شود.

### ۱۴ گزارش آزمون

۱-۱۴ نتایج غلظت فلزات ناشی از سایش و آلاینده‌ها را برحسب واحد  $\text{mg/Kg}$  برای غلظت‌های کمتر از  $10 \text{ mg/Kg}$  با دقت یک دهم اعشار و برای غلظت‌های بیشتر از  $10 \text{ mg/Kg}$  به صورت اعداد صحیح گزارش کنید. غلظت عناصر افزودنی را نیز برحسب  $\text{mg/Kg}$  و تا سه رقم با معنی گزارش کنید.

### ۱۵ دقت و اریبی

#### ۱-۱۵ دقت

دقت این روش آزمون با استفاده از تجزیه و تحلیل آماری نتایج بین آزمایشگاهی به دست آمده، تعیین شده است. در مجموع ۱۶ آزمایشگاه در این مطالعه بین آزمایشگاهی (ILS)<sup>۱</sup> شرکت نمودند که هر یک، ۱۴ داده را برای ۱۱ نمونه روغن (که هر کدام دوبار آزمون شدند) گزارش کردند. این ۱۱ نمونه عبارت بودند از: دو نمونه روغن موتور کارکرده، یک نمونه روغن توربین کارکرده، یک نمونه روغن دنده کارکرده، یک نمونه روغن دیزلی کارکرده، یک نمونه روغن هیدرولیک، یک نمونه روغن ادوات نظامی، یک نمونه مخلوط روغن‌های استاندارد و سه نمونه استانداردهای کالیبراسیون. هر یک از نمونه روغن‌های کارکرده به طور جداگانه، دوبار اندازه‌گیری شدند. داده‌ها در یک گزارش تحقیقاتی قابل دسترسی هستند.

#### ۱-۱۵ تکرارپذیری

اختلاف بین دو نتیجه آزمون به دست آمده از یک آزمایشگر با همان وسائل و در شرایط ثابت بر روی مواد آزمون یکسان در مدت زمان طولانی و اجرای صحیح و معمول طبق این روش آزمون، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد می‌تواند از مقادیر ارایه شده در جداول ۲ و ۳ بیشتر شود.

#### ۲-۱۵ تجدیدپذیری

اختلاف بین دو نتیجه آزمون منفرد و مستقل به دست آمده از آزمایشگرهای متفاوت، درآزمایشگاه‌های مختلف بر روی مواد آزمون یکسان، در مدت زمان طولانی و اجرای صحیح و معمول طبق این روش آزمون، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد می‌تواند از مقادیر ارایه شده در جداول ۴ و ۵ بیشتر شود.

## ۲-۱۵ اربی

مقدار اربی با آزمون سه نمونه استاندارد کالیبراسیون با غلظت‌های ۱۰۰ mg/Kg، ۳۰ mg/Kg و ۵۰ mg/Kg ارزیابی شد. آزمون آماری t تست نشان داد که انحراف برای همه عناصر به جز باریم با غلظت ۳۰ mg/Kg، نیکل با غلظت ۵۰ mg/Kg و تیتانیم با غلظت ۱۰۰ mg/Kg بی معنی بود. مقادیر اربی محاسبه شده برای روغن‌های کارکرده، از اهمیت کمتری برخوردار است.

جدول ۲- تکرارپذیری

عنصر	گستره mg/kg	تکرارپذیری mg/kg
آلومینیم	۰,۲۳ - ۱۰۱	۰,۵۴۱۹ (X+۰,۵۷) <sup>۰,۴۵</sup>
باریم	۲۸ - ۱۱۵	۰,۰۶۹۴۹۴ X <sup>۱/۱۸</sup>
بور	۰,۱۴ - ۱۲۰	۰,۴۲۸۰ (X+۰,۱۰۲۸) <sup>۰,۵۶</sup>
کلسیم	۳,۷ - ۱۱۴۶۰	۰,۱۱۰۶ (X+۲,۱۸۴)
کروم	۰,۱۸ - ۱۵۲	۰,۷۲۸۵ (X+۰,۰۵۵۷) <sup>۰,۴۱</sup>
مس	۰,۴۷ - ۱۰۰	۰,۱۶۳۱ (X+۰,۳۴۵۹) <sup>۰,۱۸۵</sup>
آهن	۴,۸ - ۲۱۰	۰,۳۱۵۹ (X+۰,۰۱۴۱) <sup>۰,۷۳</sup>
سرب	۰,۴۳ - ۱۰۱	۱,۰۶۲ (X+۰,۰۶۰۱۵) <sup>۰,۱۴</sup>
منیزیم	۴,۹ - ۱۳۶۰	۰,۱۰۴۹ X
منگنز	۰,۳ - ۱۱۷	۰,۷۰۱۷ (X+۰,۳۵۳۴) <sup>۰,۱۴</sup>
مولیبدن	۰,۲۱ - ۱۰۰	۰,۹۹۷۸ (X+۰,۴۷۹۵) <sup>۰,۱۴</sup>
نیکل	۰,۳۵ - ۱۰۰	۰,۷۱۴۲ (X+۰,۳۲۲۸) <sup>۰,۱۰</sup>
فسفر	۵۲ - ۲۵۷۲	۰,۰۷۶۱ (X+۱۴,۷۶)
پتاسیم	۰,۳۵ - ۲۴۷	۰,۴۰۷۵ (X+۰,۱۱۵۴) <sup>۰,۱۳</sup>
سیلیکون	۳,۲ - ۱۴۲	۰,۴۰۱۵ (X+۰,۱۶۹۲) <sup>۰,۱۳</sup>
نقره	۳۱ - ۱۰۲	۰,۱۵۲۳ (X+۱,۲) <sup>۰,۱۸۸</sup>
سدیم	۳,۶ - ۹۹,۶	۰,۱۲۳۱ (X+۲,۶۷۴)
قلع	۳۰ - ۱۳۹	۰,۶۷۷۷ (X+۰,۶۵۷۸) <sup>۰,۱۵</sup>
تیتانیم	۶,۸ - ۱۰۳	۰,۵۸۳۱ (X+۰,۹۳۰۴) <sup>۰,۱۰</sup>
وانادیم	۲,۱ - ۱۰۱	۰,۶۳۸۹ (X+۰,۸۴۱۸) <sup>۰,۱۱</sup>
روی	۵,۳ - ۱۳۴۵	۰,۲۰۳۱ (X+۱,۵۵۳) <sup>۰,۱۷</sup>

X: میانگین غلظت بر حسب mg/kg

## جدول ۳ - تکرارپذیری محاسبه شده در غلظت‌های انتخاب شده بر حسب mg/kg

عنصر	۱	۱۰	۱۰۰	۱۰۰۰
آلومینیم	۰,۷	۱,۶	۴,۳	
باریم			۱۶,۲	
بور	۰,۵	۱,۶	۵,۶	
کلسیم			۱۱,۳	۱۱۰,۸
کروم	۰,۷	۱,۹	۴,۸	
مس	۰,۲	۱,۲	۸,۲	
آهن		۱,۷	۹,۳	
سرب	۱,۲	۲,۴	۵,۱	
منیزیم			۱۰,۵	۱۰۴,۹
منگنز	۰,۸	۱,۶	۳,۴	
مولیبدن	۱,۱	۲,۲	۴,۸	
نیکل	۰,۸	۱,۸	۴,۵	
فسفر			۱,۹	۸,۷
پتاسیم	۰,۴	۱,۸	۷,۴	
سیلیکون		۱,۷	۷,۳	
نقره			۸,۹	
سدیم		۰,۹	۱۲,۰	
قلع			۵,۴	
تیتانیم		۱,۷	۴,۲	
وانادیم		۱,۷	۴,۲	
روی		۱,۷	۱۱,۳	۸۲,۹

جدول ۴ - تجدیدپذیری

عنصر	گستره mg/kg	تجددپذیری mg/kg
آلومینیم	۰,۲۵ - ۱۰۰	۱,۴۵۷ (X+۰,۵۷) <sup>.۱۴۵</sup>
باریم	۲۸ - ۱۱۵	۰,۱۳۱۷ X <sup>.۱۱۸</sup>
بور	۰,۱۴ - ۱۲۰	۰,۹۷۲۶ (X+۰,۱۰۲۸) <sup>.۱۵۶</sup>
کلسیم	۳,۷ - ۱۱۴۶۰	۰,۲۹۵۱ (X+۲,۱۸۴) <sup>.۱۴۱</sup>
کروم	۰,۱۸ - ۱۵۲	۱,۲۳۲ (X+۰,۰۵۵۷) <sup>.۱۴۱</sup>
مس	۰,۴۷ - ۱۰۰	۰,۴۳۸۶ (X+۰,۳۴۵۹) <sup>.۱۸۵</sup>
آهن	۴,۸ - ۲۱۰	۰,۸۳۲۳ (X+۰,۰۱۴۱) <sup>.۱۷۳</sup>
سرب	۰,۴۳ - ۱۰۱	۱,۸۱۴ (X+۰,۶۰۱۵) <sup>.۱۳۴</sup>
منیزیم	۴,۹ - ۱۳۶۰	۰,۳۵۳۵ X
منگنز	۰,۳ - ۱۱۷	۲,۲۷۲ (X+۰,۳۵۳۴) <sup>.۱۳۴</sup>
مولیبدن	۰,۲۱ - ۱۰۰	۲,۰۸۹ (X+۰,۴۷۹۵) <sup>.۱۳۴</sup>
نیکل	۰,۳۵ - ۱۰۰	۱,۲۶۱ (X+۰,۳۲۳۸) <sup>.۱۴۰</sup>
فسفر	۵۲ - ۲۵۷۲	۰,۳۰۱۶ (X+۱۴,۷۶) <sup>.۱۴۵</sup>
پتاسیم	۰,۳۵ - ۲۴۷	۱,۰۲۳ (X+۰,۱۱۵۴) <sup>.۱۶۳</sup>
سیلیکون	۳,۲ - ۱۴۲	۰,۸۷۹۶ (X+۰,۱۶۹۲) <sup>.۱۶۳</sup>
نقره	۳۱ - ۱۰۲	۰,۴۴۳۹ (X+۱,۲) <sup>.۱۸۸</sup>
سدیم	۳,۶ - ۹۹,۶	۰,۱۰۷۵ (X+۲۶,۳۶)
قلع	۳۰ - ۱۳۹	۰,۷۹۶۷ (X+۰,۶۵۷۸) <sup>.۱۴۵</sup>
تیتانیم	۶,۸ - ۱۰۳	۰,۹۶۸۲ (X+۰,۹۳۰۴) <sup>.۱۵۰</sup>
وانادیم	۲,۱ - ۱۰۱	۱,۹۸۳ (X+۰,۸۴۱۸) <sup>.۱۴۱</sup>
روی	۵,۳ - ۱۳۴۵	۰,۵۸۸۱ (X+۱,۵۵۳) <sup>.۱۸۷</sup>

X: میانگین غلظت بر حسب mg/kg

## جدول ۵ - تجدیدپذیری محاسبه شده در غلظت‌های انتخاب شده بر حسب mg/kg

عنصر	۱	۱۰	۱۰۰	۱۰۰۰
آلومینیم	۱,۸	۴,۲	۱۱,۶	
باریم			۳۰,۷	
بور	۱,۰	۳,۶	۱۲,۸	
کلسیم			۳۰,۲	۲۹۵,۷
کروم	۱,۳	۳,۲	۸,۱	
مس	۰,۶	۳,۲	۲۲,۰	
آهن			۴,۴	۲۴,۵
سرب	۲,۱	۴,۰	۸,۷	
منیزیم			۳,۵	۳۵۳,۵
منگنز	۲,۵	۵,۰	۱۰,۹	
مولیبدن	۲,۴	۴,۶	۱۰,۰	۱۳۱,۳
نیکل	۱,۴	۳,۲	۸,۰	
فسفر			۷,۵	۳۴,۶
پتاسیم	۱,۱	۴,۴	۱۸,۶	
سیلیکون			۳,۸	۱۶,۰
نقره			۲۵,۸	
سدیم			۳,۹	۱۳,۶
قلع			۶,۳	
تیتانیم			۳,۲	۹,۷
وانادیم			۵,۳	۱۳,۱
روی			۴,۹	۳۲,۸
				۲۴۰