



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۳۰۸۹

تجدیدنظر اول

۱۳۹۳

**INSO**

**3089**

**1st. Revision**

**2015**

روغن‌های روان‌کننده - تعیین مواد نامحلول  
در روغن‌های روان‌کننده کارکرده -  
روش آزمون

**Lubricating Oils — Determination of  
insolubles in used lubricating oils-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)<sup>۱</sup> کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> 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) 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) 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 مواد نامحلول در روغن‌های روان‌کننده کارکرده - روش آزمون» تجدید نظر اول

#### رئیس:

هاشمی، مهدی  
(دکتری شیمی تجزیه)

#### سمت و/یا نمایندگی

دانشگاه بوعلی سینا همدان

#### دبیر:

افتخاری دافچاهی، سمیه  
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

#### اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

بابازاده، فرشته

(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

کارشناس استاندارد

بیگلری، حسن

(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

پژوهشکده شیمی و پتروشیمی پژوهشگاه استاندارد

حسینی، مجتبی

(کارشناس ارشد شیمی آلی)

شرکت بندر آبادان ده هزار

ردائی، احسان

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد استان همدان

شیخ علیزاده، کاملیا

(کارشناس شیمی)

پالایشگاه نفت پارس

صیافی، سید مهدی

(کارشناس شیمی)

شرکت پالایش الموت آبادان

صنعتگر، الهام

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

عندلیبی، مریم

(کارشناس شیمی)

آزمایشگاه مرجع شیمی تجزیه راک

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش‌گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ اصول آزمون
۳	۵ وسایل
۵	۶ مواد و/یا واکنشگرها
۶	۷ نمونه‌برداری
۷	۸ روش الف برای مواد نامحلول در پنتان و تولوئن، بدون مواد منعقدکننده
۸	۹ روش ب، برای مواد نامحلول منعقد شده در پنتان و تولوئن
۹	۱۰ محاسبات
۹	۱۱ گزارش آزمون
۹	۱۲ دقت و اریبی

## پیش‌گفتار

استاندارد «روغن‌های روان‌کننده - تعیین مواد نامحلول در روغن‌های روان‌کننده کارکرده - 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 هیئت کمیته ملی استاندارد فراورده‌های 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 ۳۰۸۹ سال ۱۳۷۴ است.

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

ASTM D893:2014, Standard Test Method for Insolubles in Used Lubricating Oils

مواد نامحلول در پنتان شامل مواد نامحلول در روغن و مقداری مواد رزینی نامحلول در روغن ناشی از خود روغن یا مواد افزودنی به روغن که تغییر ماهیت داده‌اند و/یا هر دو آن‌ها می‌باشد. مواد نامحلول در تولوئن ممکن است ناشی از (۱) آلودگی خارجی، (۲) کربن موجود در سوخت و مواد شدیداً کربونیزه حاصل از تجزیه سوخت، روغن و مواد افزودنی و (۳) مواد حاصل از سائیدگی موتور و مواد حاصل از خوردگی باشد. هر تغییر شدید در مواد نامحلول در پنتان، مواد نامحلول در تولوئن (با ماده منعقدکننده یا بدون منعقدکننده) و رزین‌های نامحلول، نشان‌دهنده یک تغییر در روغن است که منجر به ایجاد اشکال در سامانه روان‌کاری می‌شود. مواد نامحلول اندازه‌گیری شده می‌تواند در اندازه‌گیری کارایی روغن کار کرده یا تعیین علت نقص دستگاه کمک کند.

# روغن‌های روان کننده - تعیین مواد نامحلول در روغن‌های روان کننده کارکرده - 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 مواد نامحلول در پنتان و تولوئن در روغن‌های روان کننده کار کرده می‌باشد.

۱-۲ روش الف، تعیین مواد نامحلول در پنتان بدون استفاده از ماده منعقدکننده می‌باشد. این روش نشانگر موادی است که می‌تواند به آسانی به وسیله سانتریفیوژ از محلول روغن - حلال جدا شود.

۱-۳ روش ب، تعیین مواد نامحلول در روغن‌های محتوی پاک‌کننده‌ها می‌باشد و در آن از ماده منعقدکننده برای مواد نامحلول در پنتان و تولوئن استفاده می‌گردد. علاوه بر موادی که با استفاده از روش الف جدا شده است، این روش انعقاد، مواد بسیار ریزی را که ممکن است در روغن معلق باشد جدا می‌نماید.

یادآوری- به دلیل این که روش‌های الف و ب معمولاً نتایج متفاوتی را می‌دهند، توصیه می‌شود این دو روش با هم مقایسه نشوند. هرگاه نتایج حاصل از دو آزمون در فواصل زمانی مختلف یا نتایج به دست آمده از دو یا چند آزمایشگاه مختلف مورد مقایسه قرار گیرند، توصیه می‌شود از روش آزمون یکسانی استفاده شود.

## 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 ۱۷۲۸، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹، روش‌های نمونه‌برداری دستی از مواد و فراورده‌های نفتی  
2-3 ASTM D4177, Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products

### ۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

#### منعقد شدن

ویسکوز یا غلیظ شدن به یک توده منسجم.

۲-۳

#### مواد نامحلول منعقد شده در پنتان، در تجزیه روغن کارکرده

ماده جدا شده هنگامی که یک ماده منعقدکننده<sup>۱</sup> به محلول روغن کارکرده در پنتان اضافه می‌شود. یادآوری- به دلیل ویژگی‌های ماده معلق‌کننده<sup>۲</sup> افزوده شده به روغن، اضافه کردن ماده منعقدکننده به جداسازی مواد بسیار ریز معلق در روغن کمک خواهد کرد.

۳-۳

#### مواد نامحلول منعقد شده در تولوئن، در تجزیه روغن کارکرده

ماده جدا شده و منعقد شده که در پنتان یا تولوئن قابل حل نمی‌باشد.

۴-۳

#### مواد نامحلول در پنتان، در تجزیه روغن کارکرده

ماده جدا شده هنگامی که روغن کارکرده با پنتان مخلوط می‌شود. یادآوری- در این استاندارد جداسازی با سانتریفیوژ انجام می‌شود.

۵-۳

#### مواد نامحلول در تولوئن، در تجزیه روغن کارکرده

بخشی از مواد نامحلول در پنتان که در تولوئن نیز محلول نمی‌باشد.

۶-۳

#### روغن کارکرده

عبارت است از روغنی که در یک دستگاه (به عنوان مثال موتور، جعبه دنده، مبدل یا توربین) چه به صورت کارکرده یا نو باشد.

یادآوری- در این استاندارد، منظور از روغن، هر گونه روغنی است که برای روانکاری استفاده می‌شود.

---

1- Coagulant  
2- Dispersan



### رزین‌های نامحلول، در تجزیه روغن کارکرده

ماده جدا شده‌ای که در تولوئن محلول می‌باشد اما در پنتان نامحلول است. یادآوری - رزین‌های نامحلول را می‌توان در هر دو روش الف یا ب با کم کردن مقدار مواد نامحلول در تولوئن از مقدار مواد نامحلول در پنتان محاسبه کرد.

## ۴ اصول آزمون

۱-۴ روش الف، یک نمونه معرف روغن روان‌کننده کارکرده با پنتان مخلوط شده و سانتریفیوژ می‌شود. محلول روغن، دور ریخته می‌شود و رسوب دوبار با پنتان شسته شده و خشک می‌شود، سپس جهت اندازه‌گیری مقدار مواد نامحلول در پنتان وزن می‌شود. برای تعیین مواد نامحلول در تولوئن، یک نمونه دیگر از روغن با پنتان مخلوط شده و سپس سانتریفیوژ می‌شود. رسوب به ترتیب دوبار با پنتان، یکبار با محلول تولوئن - الکل و یکبار با تولوئن شستشو داده می‌شود. سپس مواد نامحلول خشک شده و برای تعیین مقدار آن وزن می‌شود.

۲-۴ روش ب، یک نمونه معرف روغن روان‌کننده کارکرده با محلول ماده منعقد کننده - پنتان مخلوط شده و سانتریفیوژ می‌شود. رسوب دوبار با پنتان شسته شده، خشک می‌شود و جهت تعیین مواد نامحلول منعقد شده در پنتان وزن می‌شود. در مورد مواد نامحلول منعقد شده در تولوئن، یک نمونه دیگر از روغن با محلول ماده منعقد کننده - پنتان، مخلوط شده و سانتریفیوژ می‌شود. رسوب به ترتیب دوبار با پنتان، یکبار با محلول تولوئن - الکل و یکبار با تولوئن شستشو داده می‌شود. سپس مواد نامحلول خشک شده و جهت تعیین مواد نامحلول منعقد شده در تولوئن وزن می‌شود.

## ۵ وسایل

۱-۵ لوله سانتریفیوژ، مخروطی شکل، مطابق با ابعاد داده شده در شکل ۱ و از جنس شیشه مقاوم. درجه‌بندی‌ها باید مطابق با شکل ۱ به‌طور واضح و مشخص باشد و دهانه آن به شکلی باشد که با چوب پنبه بسته شود. رواداری‌های خطا و زینه‌بندی‌های بین علامت‌های کالیبراسیون‌های مختلف را مطابق جدول ۱ تنظیم کنید و برای کالیبراسیون از آب بدون هوا در  $20^{\circ}\text{C}$  استفاده کنید.

۲-۵ سانتریفیوژ، دارای الزامات ایمنی جهت انجام کارهای معمولی و قادر به چرخاندن حداقل دو لوله سانتریفیوژ پر شده، به‌طوری که بتواند نیروی گریز از مرکز نسبی (rcf)<sup>۱</sup> برابر ۶۰۰-۷۰۰ را کنترل کند. سر دوار حلقه‌های مربوطه و لوله‌های فلزی و کلاهک‌های دارای بالشتک‌های لاستیکی باید به شکلی ساخته شود که بتواند حداکثر نیروی گریز از مرکز را که به وسیله موتور الکتریکی دستگاه ایجاد می‌گردد، تحمل کند. محفظه‌های فلزی و بالشتک‌ها، هنگامی که سانتریفیوژ در حرکت است لوله‌ها را نگه‌داری می‌کند. دستگاه

1- Relative centrifugal force

سانتریفیوژ به وسیله یک قفسه فلزی یا قاب که به اندازه کافی محکم است، محصور می‌باشد تا از خطر ناشی از شکستن احتمالی جلوگیری شود. سرعت سر دوار با استفاده از معادله ۱ محاسبه می‌شود:

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

که در آن:

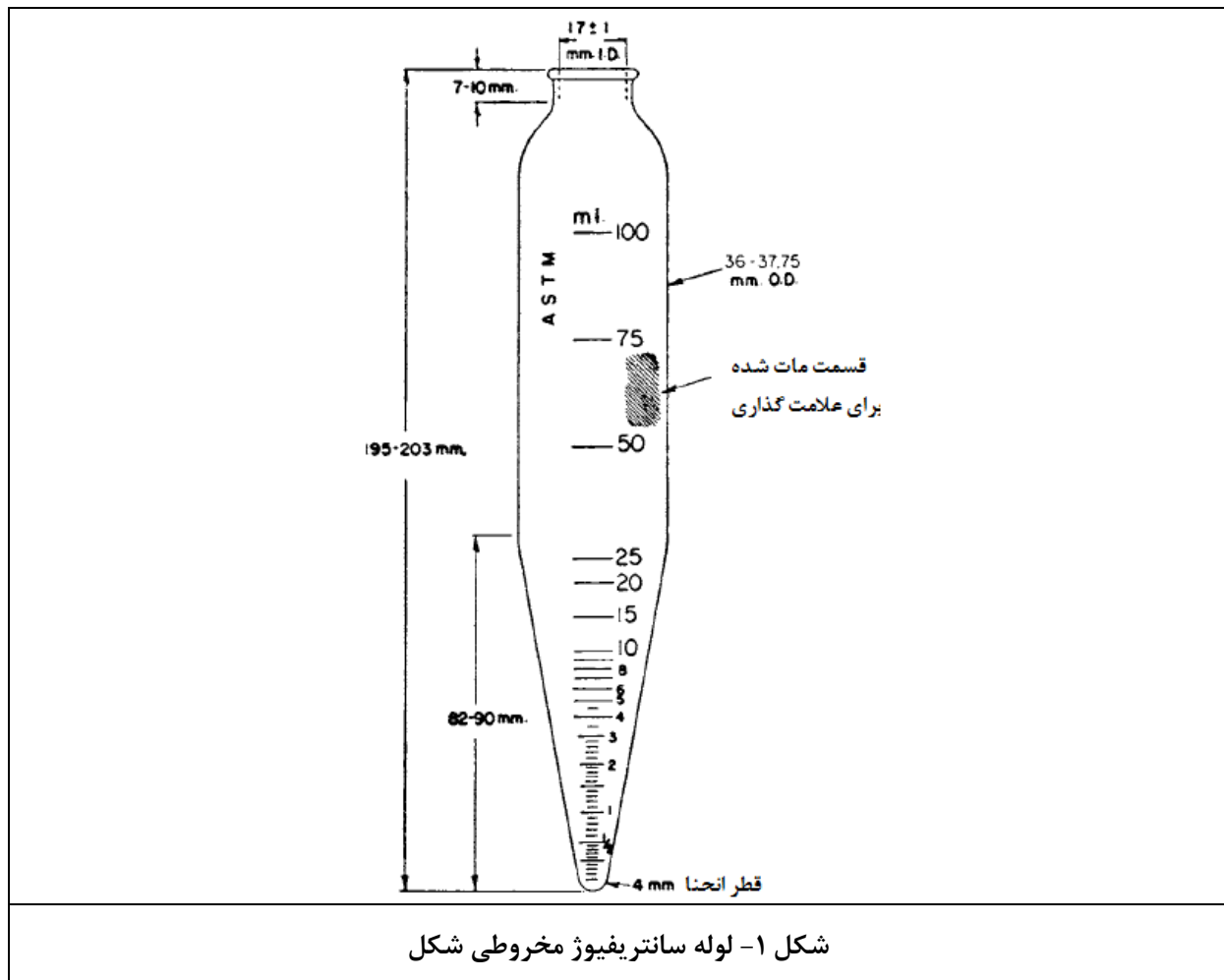
rcf نیروی گریز از مرکز نسبی؛

d قطر تاب بر حسب میلی‌متر، فاصله دو انتهای لوله‌های مقابل هم در هنگام چرخش.

در جدول ۲ ارتباط بین قطر تاب، نیروی گریز از مرکز و سرعت نشان داده شده است.

۳-۵ گرمخانه، ضد انفجار، ایمن، مجهز به تخلیه حلال و با قابلیت نگهداری دما در  $C(10.5 \pm 3)$ .

۴-۵ ترازو، با حساسیت mg ۰٫۵ جهت توزین بشر ۱۰۰ میلی‌لیتری و لوله‌های سانتریفیوژ و ترازویی با حساسیت g ۰٫۱ جهت توزین نمونه روغن.



جدول ۱- رواداری درجه بندی لوله سانتریفیوژ مخروطی شکل

بیشینه مقدار خطای زینه بندی	زینه بندی، ml	گستره، ml
±۰٫۰۲	۰٫۰۵	۰ تا ۰٫۱
±۰٫۰۳	۰٫۰۵	بیش از ۰٫۱ تا ۰٫۳
±۰٫۰۵	۰٫۰۵	بیش از ۰٫۳ تا ۰٫۵
±۰٫۰۵	۰٫۱	بیش از ۰٫۵ تا ۱٫۰
±۰٫۱۰	۰٫۱	بیش از ۱٫۰ تا ۲٫۰
±۰٫۱۰	۰٫۲	بیش از ۲٫۰ تا ۳٫۰
±۰٫۲۰	۰٫۵	بیش از ۳٫۰ تا ۵٫۰
±۰٫۵۰	۱٫۰	بیش از ۵٫۰ تا ۱۰٫۰
±۱٫۰	۵٫۰	بیش از ۱۰٫۰ تا ۲۵
±۱٫۰	۲۵٫۰	بیش از ۲۵ تا ۱۰۰

جدول ۲- مقادیر سرعت چرخش برای سانتریفیوژهایی با قطر تاب مختلف

سرعت در نیروی گریز از مرکز نسبی ۶۰۰ (rpm)	سرعت در نیروی گریز از مرکز نسبی ۷۰۰ (rpm)	قطر تاب، mm
۱۴۹۰	۱۶۱۰	۴۸۳
۱۴۵۰	۱۵۷۰	۵۰۸
۱۴۲۰	۱۵۳۰	۵۳۳
۱۳۹۰	۱۵۰۰	۵۵۹

## ۶ مواد و/یا واکنشگرها

در طی تجزیه، فقط از واکنشگرهایی با خلوص آزمایشگاهی و آب تقطیر شده یا آب با خلوص معادل نوع VI مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده کنید. مواد شیمیایی با درجات دیگر مشروط بر دارا بودن خلوص آزمایشگاهی و بدون اثرگذاری روی درستی اندازه گیری، استفاده می شوند.

### ۱-۶ n- بوتیل دی اتانول آمین، (۲ و ۲- (بوتیل ایمینو) دی اتانول)

هشدار- n- بوتیل دی اتانول آمین در صورت استنشاق یا بلعیده شدن، خطرناک است.

### ۲-۶ اتانول تقلیبی

هشدار- قابل اشتعال، سمیت اتانول تقلیبی را نمی توان از بین برد.

## ۳-۶ پنتان

هشدار- پنتان به شدت قابل اشتعال می‌باشد و ممکن است بخارات آن موجب اشتعال ناگهانی شود.

## ۴-۶ ۲- پروپانول (ایزوپروپیل الکل)

هشدار- قابل اشتعال، سمیت ایزوپروپیل الکل تقلیبی را نمی‌توان از بین برد.

## ۵-۶ تولوئن

هشدار- تولوئن قابل اشتعال می‌باشد و دارای بخارات خطرناک است.

۶-۶ محلول تولوئن - الکل، محلول شستشو مخلوطی از یک حجم تولوئن (بند ۵-۶) و یک حجم اتانول تقلیبی.

هشدار- قابل اشتعال، سمیت محلول تولوئن - الکل تقلیبی را نمی‌توان از بین برد.

۷-۶ محلول ماده منعقدکننده - پنتان، ۵۰ ml، n- بوتیل دی‌اتانول آمین (بند ۱-۶) و ۵۰ ml، ایزوپروپیل الکل (۲- پروپانول) (بند ۴-۶) را به یک لیتر n- پنتان (بند ۳-۶) اضافه کرده و مخلوط کنید.

هشدار ۱- n- بوتیل دی‌اتانول آمین، قابل اشتعال است.

هشدار ۲- از آنجایی که روغن کارکرده در مدت زمان نگهداری (ذخیره‌سازی) تغییرات قابل توجهی دارد، بنابراین توصیه می‌شود نمونه‌ها در اسرع وقت پس از نمونه‌برداری از سامانه روان‌کننده، آزمون شده و تاریخ‌های نمونه‌برداری ذکر شود.

هشدار ۳- n- پنتان، در صورت استنشاق یا بلعیده شدن، خطرناک است.

## ۷ نمونه‌برداری

۱-۷ نمونه‌برداری را مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹ و استاندارد ASTM D4177 انجام دهید.

۲-۷ در صورتی که ظرف اصلی از مواد کدر باشد یا بیش از  $\frac{3}{4}$  آن پر باشد، تمام نمونه را به یک بطری

شیشه‌ای شفاف با داشتن ظرفیتی حداقل  $\frac{1}{3}$  بیشتر از حجم نمونه منتقل کنید و تمام ذرات رسوب را با تکان دادن شدید از ظرف اصلی به بطری بریزید. نمونه روغن کار کرده را به مدت  $(1 \pm 30)$  دقیقه تا  $(5 \pm 60)^\circ\text{C}$  در ظرف اصلی گرم کنید و تا زمانی که تمام رسوب به طور یکنواخت در روغن معلق شود، هم بزنید. بعد از تعلیق کامل رسوب، نمونه یا مقدار مناسبی از آن را از یک الک ۱۵۰ میکرونی (نمره ۱۰۰) عبور دهید تا ذرات درشت آلوده‌کننده آن جدا شوند.

یادآوری- هنگامی که نمونه روشن، شفاف و عاری از رسوب است، روش صاف کردن شرح داده شده در بند ۲-۷ را حذف کنید.

## ۸ روش الف، برای مواد نامحلول در پنتان و تولوئن، بدون مواد منعقدکننده

### ۸-۱ مواد نامحلول در پنتان

۸-۱-۱ یک لوله سانتیفریوژ تمیز را به مدت  $(1 \pm 3)$  دقیقه در دمای  $C (3 \pm 105)$  خشک کنید. سپس آن را در یک خشکانه سرد کرده و با تقریب  $1 \text{ mg}$  وزن کنید. مقدار  $g (0.10 \pm 0.1)$  نمونه روغن کار کرده آماده شده را در یک لوله وزن کرده و آن را تا علامت  $75$  میلی‌لیتری با پنتان پر کنید (هشدار- در صورت استنشاق یا بلعیده شدن، خطرناک است). سر لوله را ببندید و تکان دهید تا مخلوط یکنواختی به دست آید. اجازه دهید حداقل سه ساعت باقی بماند.

۸-۱-۲ درپوش را بردارید و به کمک یک آبفشان با نوک باریک، مواد نامحلول را با پنتان از درپوش شسته، در داخل لوله سانتیفریوژ بریزید و حجم حلال را به  $100 \text{ ml}$  برسانید. لوله‌های سانتیفریوژ را به صورت متقارن و مقابل هم در سانتیفریوژ قرار داده به نحوی که عدم تعادل به حداقل برسد. در صورتی که تعداد لوله‌ها فرد باشد، لوله دیگری را با استفاده از آب و وزن مشابه با نمونه، جهت برقراری تعادل پر کنید و سپس به مدت  $(1 \pm 2)$  دقیقه و مطابق سرعت نسبی محاسبه شده در بند ۵-۲ و مناسب برای تولید نیروی گریز از مرکز نسبی (rcf) بین  $600-700$  در انتهای لوله‌های چرخان، سانتیفریوژ کنید (به جدول ۲ مراجعه کنید). بدون اینکه رسوب بهم بخورد یا پراکنده شود، مایع روئی را سر ریز کنید، به طوریکه بیش از  $3 \text{ ml}$  از مایع در داخل لوله سانتیفریوژ باقی نماند.

یادآوری- با توجه به اهمیت مسایل ایمنی در هنگام کار با مواد قابل اشتعال، برخی از آزمایشگاه‌ها از سانتیفریوژهای ضد انفجار یا یخچال‌دار یا فلجان‌های سانتیفریوژ محکم شده با درپوش پیچ‌دار استفاده می‌کنند.

۸-۱-۳  $1 \pm 1 \text{ ml}$  پنتان را به لوله بیفزائید، تمام مواد نامحلول را از ته لوله به وسیله یک میله فلزی سخت و تمیز جدا کنید. تمام مواد نامحلول چسبیده به میله را با پنتان در داخل لوله شستشو دهید. لوله را تا نشانه  $25$  میلی‌لیتری با پنتان پر کنید. درپوش آن را بگذارید و تکان دهید تا محلول یکنواختی به دست آید. درپوش را بردارسته و با پنتان شستشو دهید و لوله را تا نشانه  $50$  میلی‌لیتری پر کنید. به مدت  $(1 \pm 2)$  دقیقه سانتیفریوژ کنید. مایع روی آن را از لوله سانتیفریوژ بیرون بریزید. دقت کنید رسوب ته لوله به هم نخورد.

۸-۱-۴ عملیات مندرج در بند ۸-۱-۳ را مجدداً به طور کامل تکرار کنید.

۸-۱-۵ لوله سانتیفریوژ محتوی رسوب شسته شده را به مدت  $(1 \pm 3)$  دقیقه در دمای  $C (3 \pm 105)$  خشک کرده و در یک خشکانه سرد کنید و تا تقریب  $1 \text{ mg}$  وزن کنید.

۸-۱-۶ در مواردی که رسوب‌های نسبتاً سنگینی تشکیل شده باشد در صورت انتقال مستقیم رسوب از سانتیفریوژ به داخل گرمخانه، ممکن است ذرات رسوب به اطراف پاشیده شوند. در چنین مواردی باید رسوب را قبل از قرار دادن در گرمخانه، به وسیله هوادهی در دمای محیط یا کمی دمای بالاتر از آن، تا حدی خشک کنید.

## ۸-۲ مواد نامحلول در تولوئن

۸-۲-۱ با یک نمونه روغن کار کرده جدید، عملیات رسوب‌گیری و سانتی‌فیوژ مواد نامحلول در پنتان را مطابق روش‌های مذکور در بندهای ۸-۱-۱ تا ۸-۱-۴ انجام دهید، اما مواد نامحلول را در لوله سانتی‌فیوژ خشک نکنید.

۸-۲-۲ ml  $(1 \pm 0.1)$  محلول تولوئن-الکل را به لوله بیفزائید. تمام مواد نامحلول را از ته لوله به وسیله یک میله فلزی تمیز و سخت جدا کنید. آنچه از مواد نامحلول به میله فلزی چسبیده است را با محلول تولوئن-الکل در داخل لوله بشوئید. با استفاده از مقدار مناسبی از این حلال، لوله را تا نشانه ۲۵ ml پر کنید. درپوش آن را بگذارید و تا زمانی که محلول یکنواخت شود، تکان دهید. درپوش را بردارید و مواد نامحلول چسبیده به آن را با حداقل مقدار تولوئن در داخل لوله بشوئید و حجم نهایی محلول را به ۵۰ ml برسانید. به مدت  $(1 \pm 0.2)$  دقیقه سانتی‌فیوژ کنید. مایع شفاف روئی را آهسته خالی کنید و دقت کنید رسوب ته لوله به هم نخورد.

۸-۲-۳ روش شستشوی مذکور در بند ۸-۲-۲ را تکرار کنید و برای این منظور به جای استفاده از محلول تولوئن-الکل فقط تولوئن به کار برید.

۸-۲-۴ به مدت  $(1 \pm 0.6)$  دقیقه در دمای  $C(3 \pm 0.5)$  آن را خشک کنید، در یک خشکانه سرد کرده و با تقریب ۱ mg آن را وزن کنید.

## ۹ روش ب، برای مواد نامحلول منعقد شده در پنتان و تولوئن

۹-۱ مواد نامحلول منعقد شده در پنتان، مطابق بند ۸-۱-۱ و ۸-۱-۲ عمل کنید ولی در بند ۸-۱-۱ به جای پنتان از محلول ماده منعقد کننده-پنتان (بند ۶-۷) استفاده کنید. رسوب را دوبار با پنتان بشوئید، سپس آن را مطابق بند ۸-۱-۳، ۸-۱-۴ و ۸-۱-۵ خشک و وزن کنید.

۹-۱-۱ چنانچه وجود آب در نمونه محرز شود و یا به صورت رسوب صمغ مانند، وجود آب نشان داده شود، آزمون را بر روی نمونه‌ای که در دمای  $C(3 \pm 0.5)$  خشک شده است، در یک بشر تکرار کنید.

۹-۲ مواد نامحلول منعقد شده در تولوئن، مطابق بند ۸-۱-۱ و ۸-۱-۲ عمل کنید ولی در بند ۸-۱-۱ به جای پنتان از محلول ماده منعقد کننده-پنتان (بند ۶-۷) استفاده کنید. مطابق بند ۸-۱-۳ و ۸-۱-۴ مواد نامحلول را دوبار با پنتان سپس با محلول تولوئن-الکل و سرانجام با تولوئن بشوئید، سپس خشک کرده و مطابق بند ۸-۲-۲ تا ۸-۲-۴ وزن کنید.

## ۱۰ محاسبات

درصد مواد نامحلول موجود در روغن کار کرده را با استفاده از معادله ۲ محاسبه کنید:

$$(2) \quad (B - A) \times 10 = \text{درصد مواد نامحلول}$$

که در آن:

A جرم لوله سانتریفیوژ تمیز و خشک، بر حسب گرم؛

B جرم لوله سانتریفیوژ و مواد نامحلول خشک، بر حسب گرم.

## ۱۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل حاوی اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۱ روش آزمون طبق این استاندارد ملی ایران؛

۲-۱۱ درصد مواد نامحلول در پنتان و مواد نامحلول در تولوئن، در صورتی که روش الف (بند ۸) به کار گرفته شود؛

۳-۱۱ درصد مواد نامحلول منعقد شده در محلول پنتان و مواد نامحلول منعقد شده در محلول تولوئن در صورتی که روش ب (بند ۹) به کار گرفته شود؛

۴-۱۱ با کم کردن مواد نامحلول در تولوئن از مواد نامحلول در پنتان، رزین‌های نامحلول یا رزین‌های نامحلول منعقد شده را می‌توان به ترتیب برای روش الف و ب گزارش کرد.

## ۱۲ دقت و اریبی

۱-۱۲ دقت، معیار زیر جهت قضاوت در قابل قبول بودن نتایج (با اطمینان ۹۵٪) به کار می‌رود:

۱-۱-۱۲ تکرار پذیری، اختلاف بین نتایج آزمون متوالی به دست آمده توسط یک آزمایشگر، با وسایل آزمون یکسان در شرایط ثابت و مواد مشابه، در دراز مدت و با روش آزمون صحیح و معمول، از هر ۲۰ مورد می‌تواند فقط یک مورد بیش از ارقام زیر باشد.

۱-۱-۱-۱۲ روش الف، مواد نامحلول در پنتان و روش ب، مواد نامحلول منعقد شده در پنتان:

تکرار پذیری، واحدهای یکسان	درصد مواد نامحلول
۰٫۰۷	۱٫۰ تا ۰٫۱۰
۱۰٪ میانگین	بیشتر از ۱٫۰

۲-۱-۱-۱۲ روش الف، مواد نامحلول در تولوئن و روش ب، مواد نامحلول منعقد شده در تولوئن:

تجدیدپذیری، واحدهای یکسان الف	میانگین مواد نامحلول، %
۰,۰۶۸	۰,۱
۰,۰۹۷	۰,۲
۰,۱۲	۰,۳
۰,۱۴	۰,۴
۰,۱۵	۰,۵
۰,۱۷	۰,۶
۰,۱۸	۰,۷
۰,۱۹	۰,۸

الف داده دقت از رابطه زیر محاسبه شده است:

$$0.216\sqrt{I} = \text{تکرار پذیری}$$

که در آن:

I مواد نامحلول در تولوئن یا مواد نامحلول در تولوئن منعقد شده

۲-۱-۱۲ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون منفرد و مستقل به دست آمده توسط دو آزمایشگر مختلف در آزمایشگاه‌های مختلف با مواد شیمیائی مشابه در دراز مدت، با روش آزمون صحیح و معمول، از هر ۲۰ مورد فقط یک مورد می‌تواند بیش از ارقام زیر باشد:

۱-۲-۱-۱۲ روش الف، مواد نامحلول در پنتان و روش ب، مواد نامحلول منعقد شده در پنتان:

تکرار پذیری، واحدهای یکسان	درصد مواد نامحلول
۰,۱۰	۱۰ تا ۰,۱۰
۱۵٪ میانگین	بیشتر از ۱۰



۲-۲-۱-۱۲ روش الف، مواد نامحلول در تولوئن:

تجدید پذیری، واحدهای یکسان الف	میانگین مواد نامحلول، %
۰٫۱۴	۰٫۱
۰٫۲۰	۰٫۲
۰٫۲۴	۰٫۳
۰٫۲۸	۰٫۴
۰٫۳۱	۰٫۵
۰٫۳۴	۰٫۶
۰٫۳۷	۰٫۷
۰٫۳۹	۰٫۸
۰٫۴۲	۰٫۹
۰٫۴۴	۱٫۰
۰٫۴۶	۱٫۱

الف داده دقت از رابطه زیر محاسبه شده است:

$$0.441\sqrt{I_A} = \text{تجدید پذیری}$$

که در آن:

$I_A$  مواد نامحلول در تولوئن

۳-۲-۱-۱۲ روش ب، مواد نامحلول منعقد شده در تولوئن:

تجدید پذیری، واحدهای یکسان الف	میانگین مواد نامحلول، %
۰٫۳۰	۰٫۱
۰٫۴۳	۰٫۲
۰٫۵۳	۰٫۳
۰٫۶۰	۰٫۴
۰٫۶۸	۰٫۵
۰٫۷۴	۰٫۶
۰٫۸۰	۰٫۷
۰٫۸۶	۰٫۸
۰٫۹۱	۰٫۹
۰٫۹۶	۱٫۰
۱٫۰۰	۱٫۱

الف داده دقت از رابطه زیر محاسبه شده است:

$$0.957\sqrt{I_B} = \text{تجدید پذیری}$$

که در آن:

$I_B$  مواد نامحلول در تولوئن منعقد شده

**یادآوری-** با توجه به اختلاف قابل ملاحظه بین آزمایشگاه‌های مختلف (تجدیدپذیری) مقایسه نتایج آزمایش روش ب (مواد نامحلول در تولوئن منعقد شده) برای آزمایشگاه‌های مختلف مناسب نمی‌باشد.

**۲-۱۲ اریبی،** به دلیل که درصد جرم مواد نامحلول فقط در اصطلاحات و تعاریف این استاندارد تعریف شده است، روش‌های آزمون در این استاندارد فاقد اریبی می‌باشد.