



جمهوری اسلامی ایران

Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

استاندارد ملی ایران

۲۱۹۸۳

چاپ اول

۱۳۹۵

Iranian National Standardization Organization

فراورده های نفتی - تعیین پایداری
اکسیداسیون روغن های توربین بخار بوسیله
مخزن های گردان تحت فشار - روش آزمون



دارای محتوای رنگی

Petroleum products – Determination of
oxidation stability of steam turbine oils by
rotating pressure vessel - Test method

ICS: 75.100



shaghool.ir

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، 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)

رایانامه: standard@isiri.org.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.1294 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.gov.ir>

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 رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح‌بیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه 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)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکترونیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ 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) وسائل 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 یکاه، واسنجی وسائل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبهای 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

« فراورده های نفتی - تعیین پایداری اکسیداسیون روغن های توربین بخار بوسیله ظرف های گردان تحت فشار - روش آزمون »

سمت و/یا محل اشتغال:

رئیس:

شرکت پتروشیمی خراسان

پرور، مهدی

(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

دبیر:

شرکت کیفیت گستر بجنورد

گرایلی، علیرضا

(کارشناس شیمی)

سمت و/یا محل اشتغال:

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

شرکت نفت پارس

ایزدمنش، یحیی

(دکتری شیمی)

آزمایشگاه همکار بیژن یورد

حسینی عزیز، رقیه بی بی

(مهندسی شیمی)

شرکت کیفیت گستر بجنورد

پرور، زهرا

(کارشناس ارشد مهندسی محیط زیست)

شرکت کیفیت گستر بجنورد

حسینیان، ساعد

(کارشناس مهندسی طراحی صنعتی)

سازمان استاندارد خراسان شمالی

خالقیان مقدم، جواد

(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

شرکت کیفیت گستر بجنورد

رازی، مریم

(کارشناس ارشد شیمی آلی)

دانشگاه پیام نور بجنورد

سعیدی، صدیقه

(کارشناس شیمی)

شرکت مدیریت تولید برق جنوب غرب

شايانفر، تايماز

(نيروگاه سیکل ترکیبی آبادان)

(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

سمت و / یا محل اشتغال:

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

شرکت کیفیت گستر بجنورد	صباغی، طاهر (مهندسی کامپیوتر نرم افزار)
هیئت علمی گروه پژوهش روغن پژوهشگاه صنعت نفت ایران	فرزین نژاد، نجمه (دکتری شیمی تجزیه)
شرکت کیفیت گستر بجنورد	قورچی، عاطفه (کارشناس ارشد صنایع غذایی)
شرکت نسل برتر مشاورین آبان صنعت	كمالی ، منصوره (کارشناس ارشد مهندسی شیمی)
عضو هیئت علمی دانشگاه بجنورد	گرمهودی اصیل، علی (دکتری مهندسی شیمی)
شرکت پژوهشکده کیمیاگران ارتیان	گریوانی، ذکیه (کارشناس ارشد شیمی کاربردی)
شرکت کیفیت گستر بجنورد	محمدزاده، نسیبه (کارشناسی ارشد زیست شناسی)
کارشناس پژوهشی جهاد دانشگاهی بجنورد	محمدیان، یدالله (کارشناس شیمی)
هیئت علمی دانشگاه آزاد اراک	مرجانی، اعظم (دکتری شیمی کاربردی)
شرکت پرتو شفق پارس	نیکدل، علی (کارشناس برق)
شرکت کیفیت گستر بجنورد	نیکدل، معصومه (کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)
<p><u>ویراستار:</u></p>	
کارشناس استاندارد	بابازاده، فرشته (کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
ح	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۲	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اساس روش (خلاصه روش آزمون)
۴	۴ روش الف RPVOT در حمام مایع
۴	۱-۴ وسایل
۴	۲-۴ مواد و/یا واکنشگرها
۵	۳-۴ نمونه برداری
۶	۴-۴ آماده سازی وسایل
۷	۵-۴ روش کار
۱۰	۶-۴ پایش کنترل کیفیت
۱۱	۷-۴ گزارش
۱۱	۸-۴ دقت و اریبی
۱۲	۵ روش ب RPVOT در حمام بلوك خشک
۱۲	۱-۵ وسایل
۱۳	۲-۵ مواد و/یا واکنشگرها
۱۴	۳-۵ نمونه برداری
۱۴	۴-۵ آماده سازی وسایل
۱۵	۵-۵ روش کار
۱۷	۶-۵ پایش کنترل کیفیت
۱۸	۷-۵ گزارش
۱۹	۸-۵ دقت و اریبی
۲۰	پیوست الف (الزامی) وسایل و تجهیزات
۳۶	پیوست ب (آگاهی دهنده) آماده سازی مقدماتی نمونه برای تعیین درصد بازداری آزمون اکسیداسیون مخزن گردان تحت فشار

پیش‌گفتار

استاندارد «فراورده‌های نفتی - تعیین پایداری اکسیداسیون روغن‌های توربین بخار بوسیله مخزن‌های گردان تحت فشار - روش آزمون» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط تهیه و تدوین شده، در هشتاد و هشتادمین جلاسیه کمیته ملی استاندارد فراورده‌های نفتی مورخ ۹۵/۱۰/۱۳ 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 خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی 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 D2272:2014, Standard Test Method for Oxidation Stability of Steam Turbine Oils by Rotating Pressure Vessel

مقدمه

روغن‌ها علی‌رغم میل ترکیبی کمی که دارند، در معرض هوا، حضور برخی فلزات که نقش کاتالیزور دارند و درجه حرارت بالای کار دچار اکسایش می‌شوند. مقاومت یک روغن در مقابل اکسیداسیون، به میزان پالایش و همچنین نوع مواد افروزنده اکسیداسیون آن بستگی دارد. اکسیداسیون روغن سبب اثرات نامطلوبی همچون ایجاد اسید، لجن، کف کردن زیاد، جدا نشدن روغن از آبی که احتمالاً با آن مخلوط می‌شود، خورندگی و ویسکوز شدن (عدم جاری بودن روغن) می‌شود. تعیین پایداری اکسیداسیون روغن‌های توربین بخار بوسیله مخزن‌های گردان تحت فشار در واقع اندازه‌گیری میزان پایدار بودن یک روغن در سرویس در برابر اکسیداسیون نسبت به نتیجه روغن جدید می‌باشد.

فراورده های نفتی - تعیین پایداری اکسیداسیون روغن های توربین بخار بوسیله مخزن های گردان تحت فشار - روش آزمون

هشدار - در این استاندارد تمام موارد ایمنی مربوط به کاربرد این روش بیان نشده است. در صورت وجود چنین مواردی مسئولیت کاربر این استاندارد است که اقدامات ایمنی و اصول بهداشتی مناسب را برقرار کند و قبل از استفاده محدودیت های اجرایی آنرا مشخص نماید. برای مشاهده شرح هشدارهای خاص بخش های ۶-۴، ۶-۲، ۶-۵، ۶-۱۰ و ۶-۱۰ را ببینید.

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، تعیین مقاومت روغن های تازه و روغن های در سرویس^۱ توربین های بخار در برابر اکسیداسیون، با استفاده از یک مخزن تحت فشار اکسیژن است. روغن های مورد بررسی دارای ترکیب یکسان (از نظر سیال پایه و افزودنیها) می باشند. این آزمون در حضور آب و سیم پیچ مس بعنوان کاتالیزور در دمای 150°C انجام می شود.

۲-۱ پیوست ب روش آماده سازی مقدماتی یک نمونه اختیاری از روغن توربین تازه (کارنکرده) را بوسیله دمیدن نیتروژن شرح می دهد، هدف از این کار تعیین درصد نسبت باقیمانده مقدار آزمون اکسیداسیون با مخزن گردان تحت فشار (RPVOT)^۲ برای نمونه ای که مراحل آماده سازی مقدماتی بر روی آن انجام شده، نسبت به مقدار RPVOT روغن تازه (بدون آماده سازی مقدماتی) می باشد. این نسبت گاهی به «درصد بازدارندگی RPVOT» اشاره دارد. این روش آماده سازی مقدماتی به منظور تشخیص بازدارنده های آنتی اکسیدان فراری که برای استفاده در توربین های گازی دما بالا مناسب نیستند طراحی شده است.

۳-۱ برآوردهای اکسیداسیون در کنترل تداوم این خصوصیت برای پذیرش دسته ای^۳ از بهر^۴ (ابوه) محصولات با کاربرد یکسان مفید است. البته این بدان معنی نیست که این روش آزمون را می توان در مورد خصوصیات اکسیداسیون روغن های توربین معدنی با مواد بازدارنده به کار برد و یا از آن برای مقایسه طول عمر سرویس دهی روغن های تازه با ترکیبات متفاوت استفاده کرد (یادآوری را ببینید).

یادآوری - به استاندارد ملی ایران شماره ۸۴۰۰ و ASTM D 943 مراجعه شود.

1 - in-service

2- Rotating Pressure Vessel Oxidation Test

3 - batch acceptance

4 - Lot

۴-۱ این روش آزمون همچنین برای تعیین عمر باقیمانده روغن‌های در حال سرویس‌دهی نیز مورد استفاده قرار می‌گیرد.

۵-۱ مقادیر بیان شده در واحد SI به عنوان استاندارد در نظر گرفته می‌شوند. سایر واحدهای اندازه-گیری مشمول این استاندارد نمی‌شوند.

استثنای سایر واحدهایی که در پرانتر ذکر شده‌اند (psi، گرم و اینچ)، یا استاندارد پذیرفته شده در صنعت هستند و یا دستگاه‌ها بر اساس اعداد و ارقام این واحدهای استاندارد ساخته شده‌اند و یا هردو شامل زیربند فوق نمی‌شوند.

۲ مراجع الزامی

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

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعي 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 کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ISO 3170, Petroleum Liquids—Manual Sampling

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹: سال ۱۳۷۵، روشهای نمونه‌برداری دستی از مواد و فراورده‌های نفتی، با استفاده از استاندارد ۱۹۸۸: ASTM D4057 تدوین شده است.

2-2 ASTM B1, Specification for Hard-Drawn Copper Wire

2-3 ASTM D1193, Specification for Reagent Water

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۰، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه-ویژگیها و روشهای آزمون، با استفاده از استاندارد ۱۹۸۷: ISO 3696 تدوین شده است.

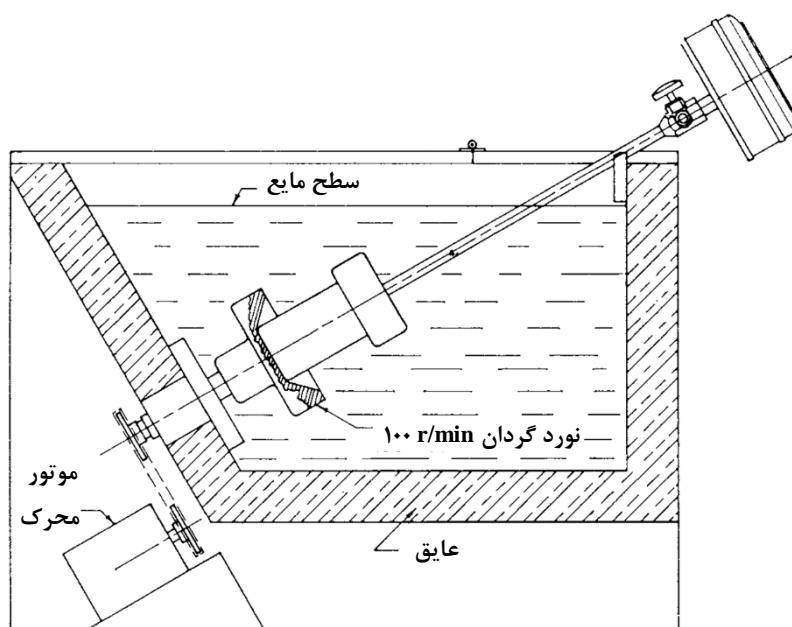
۳ اساس روش (خلاصه روش آزمون)

۱-۳ یک ظرف شیشه‌ای درپوشیده که حاوی نمونه روغن آزمایشی، آب و سیم‌پیچ مسی بعنوان کاتالیزور است، در یک مخزن مجهز به فشارسنج قرار می‌گیرد. این مخزن با اکسیژن تا فشار ۶۲۰ KPa (psi ۶/۲ bar) پر می‌شود (معادله ۱) و در یک حمام روغن با دمای ثابت ۹۰°C ۱۵۰ دمای ۱۵۰°C یا یک حمام بلوك

خشک^۱ که در دمای 150°C (شکل ۱ و ۲) تنظیم شده تعییه می‌گردد و بصورت محوری با سرعت 100-r/min و زاویه 30° نسبت به افق می‌چرخد.

۲-۳ پایداری اکسیداسیون نمونه، مدت زمان لازم بر حسب دقیقه جهت رسیدن به افت مشخص فشار در فشارسنج است.

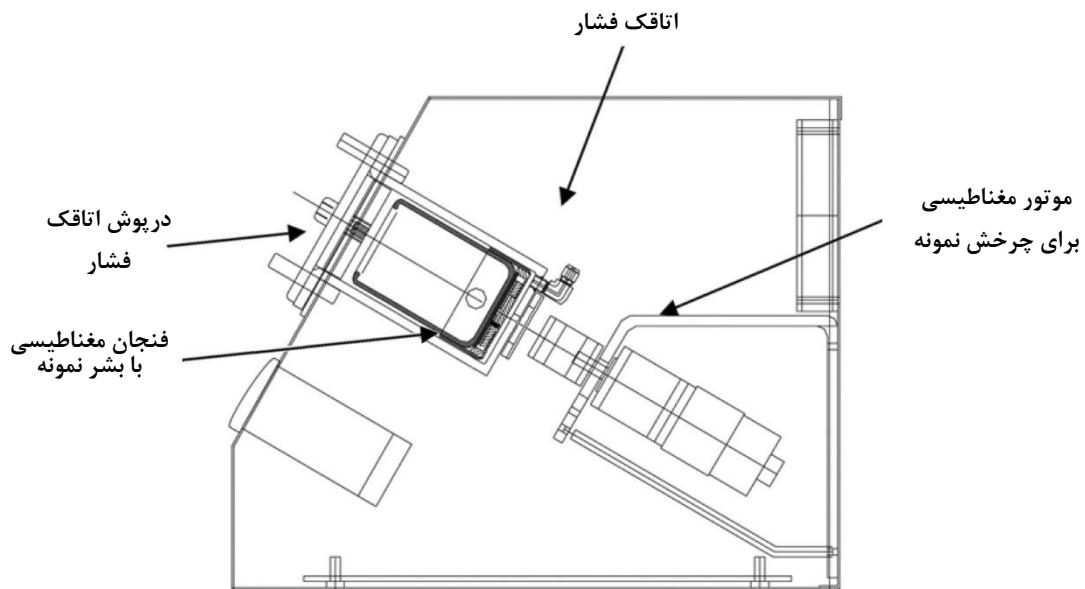
$100 \text{ kPa} = 1 \text{ bar} = 14,5 \text{ psi}$ (۱)



شکل ۱ - شمای دستگاه آزمون مخزن گردان

1 - Dry block bath

۲ - دور در دقیقه



شکل ۲- دستگاه حمام بلوک خشک RPVOT

۴ روش الف RPVOT در حمام مایع**۱-۴ وسایل**

۱-۱-۴ مخزن اکسیداسیون، ظرف نمونه شیشه‌ای با دیسک پلی‌تترافلوروئتیلن (PTFE)^۱ دارای چهار سوراخ، فتر نگهدارنده^۲، سیم پیچ کاتالیزور، فشارسنج، دماسنجد و حمام آزمون به نحوی که در پیوست الف-۱ توصیف شده است. نمودار طرح‌وار دستگاه سوار شده در شکل ۱ و شکل الف-۱-۶ به نمایش درآمده است.

۲-۱-۴ نمایشگر دما- تفکیک‌پذیری نمایشگر دما باید $0^{\circ}/1^{\circ} \text{C}$ یا بهتر باشد و همانطور که در پیوست الف-۱ شرح داده شده است بصورت سالیانه کالیبره شود.

۳-۱-۴ نمایشگر فشار- خروجی فشار چه بصورت آنالوگ یا دیجیتال، باید به نحوی که در پیوست الف-۱ توصیف شده است کالیبره گردد.

۲-۴ مواد و/یا واکنشگرها

در تمام آزمون‌ها، فقط از واکنشگرهایی با خلوص معرف^۳ استفاده کنید، مگر اینکه نوع دیگری در متن

1- Poly Tetrafluroethylen (PTFE)

2- Hold-Down Spring

3- Reagent grade

مشخص شده باشد. استفاده از موادی با سایر درجه‌های خلوص نیز مجاز است مشروط بر آنکه ابتدا ثابت شود که درجه خلوص ماده استفاده شده برای انجام آزمون بدون کاهش صحت اندازه‌گیری‌ها کافی است.

۱-۲-۴ ایزوپروپیل الکل، درجه خلوص معروف؛ (هشدار- قابل اشتعال و برای سلامتی مضر است).

۲-۲-۴ شوینده مایع^۱؛

۳-۲-۴ n-هپتان، حداقل٪ ۹۹/۰ مولی (از درجه خالص)^۲؛ (هشدار- قابل اشتعال و برای سلامتی مضر است).

۴-۲-۴ اکسیژن، با خلوص٪ ۹۹/۵، با تنظیم فشار تا ۶۲۰ kPa (۶/۲ bar)؛ (هشدار- به شدت فرایند سوختن را تسريع می‌کند).

۵-۲-۴ پتابسیم هیدروکسید، محلول الکلی یک درصد، ۱۲ گرم دانه‌های پتابسیم هیدروکسید (KOH) را در یک لیتر ایزوپروپیل الکل حل کنید؛ (هشدار- قابل اشتعال و برای سلامتی مضر است).

۶-۲-۴ سمیاده پارچه‌ای، با ساینده سیلیکون کاربید، دانه‌بندی ۱۰۰ با ورقه پشتی پارچه‌ای؛

۷-۲-۴ گریس سیلیکونی شیرآلات آزمایشگاهی؛

۸-۲-۴ کاتالیزور سیمی، سیم مسی الکترولیزی^۳ با قطر ۱۶۳ میلی‌متر با رواداری نسبی٪ ±۰/۰۶۴ اینچ با رواداری نسبی٪ ±۱ (معادل سیم شماره ۱۶ استاندارد انگلیسی سنجه سیم^۴ یا شماره ۱۴ استاندارد امریکایی سنجه سیم^۵ و خلوص٪ ۹۹/۹، رجوع شود به استاندارد ASTM B1. از سیم مسی نرم با خلوص مشابه نیز می‌توان استفاده کرد؛

۹-۲-۴ استون، با خلوص معروف؛ (هشدار- قابل اشتعال و برای سلامتی مضر است).

۱۰-۲-۴ آب، رجوع شود به استاندارد ASTM D1193 برای آب با درجه خلوص نوع دو.

۳-۴ نمونه‌برداری

نمونه‌ها برای این روش آزمون، می‌توانند از تانک‌ها، چلیک‌ها^۱، مخزن‌های کوچک، و یا حتی تجهیزات

1- Liquid Detergent

2- Pure grade

3- Electrolytic Copper Wire

4- Imperial Wire Gauge or British Standard Gauge (SWG)

5- American Wire Gauge (AWG). ASTM B258

عملیاتی گرفته شوند. از آنجایی که نتایج حاصل از این آزمون به سهولت با مقادیر ناچیزی از ناخالصی‌ها تحت تاثیر قرار می‌گیرند، از آلوده شدن نمونه طی فرایند نمونه‌گیری و جابجایی نمونه خصوصاً در مورد سیالات کارکرده جلوگیری به عمل آورید. جهت مشاهده روش آماده‌سازی و تخلیه نمونه رجوع شود به استاندارد بین‌المللی ISO 3170. نمونه باید دور از نور در بطری‌های تیره رنگ ذخیره گردد.

۴-۴ آماده‌سازی وسایل

۱-۴-۴ آماده‌سازی کاتالیزور

قبل از استفاده، تقریباً سه متر از سیم مسی را بوسیله سمباده پارچه‌ای سیلیکون کاربید صیقل دهید و گرد حاصل از سمباده زدن را با استفاده از پارچه خشک و تمیز پاک کنید. سیم را با پیچاندن به شکل سیم پیچی با قطر خارجی mm ۴۴ تا ۴۸ mm و وزن g ($55/6 \pm 0/3$) درآورید و آن را بکشید تا به طول mm ۴۰ تا ۴۲ mm برسد. سیم پیچ را کاملاً با ایزوپروپیل‌الکل تمیز کنید، در مجاورت هوا کاملاً خشک نمایید و درصورت لزوم با حرکت چرخشی در داخل ظرف نمونه شیشه‌ای قرار دهید. برای هر نمونه از یک سیم پیچ جدید استفاده کنید. برای ذخیره‌سازی سیم پیچ آماده شده در مدت زمان طولانی‌تر، می‌توانید آن را در یک اتمسفر خشک و بی اثر بسته‌بندی نمایید، برای مدت زمان تا یک شبانه‌روز (کمتر از ۲۴ h)، می‌توانید سیم پیچ‌ها را در n-هپتان یا سیکلوهگزان نگهداری نمایید.

یادآوری - از سیم پیچ‌های تجاری که بصورت بسته‌بندی شده در دسترس هستند و مطابق با روش مسروح در زیربند ۵-۱ تهیه شده‌اند نیز می‌توانید استفاده کنید.

۲-۴-۴ تمیز کردن مخزن

بدنه، درپوش و داخل ساقه مخزن را ابتدا با حلal مناسب (عنوان مثال، حلal نفتی^۲، هپتان، یا استون) شستشو دهید. سپس با محلول شوینده داغ شستشو دهید و با آب کاملاً آبکشی کنید. داخل ساقه ظرف را با ایزوپروپیل‌الکل شستشو دهید و با دمیدن هوای تمیز فشرده خشک کنید. شیر پلاستیکی را دور از شوینده داغ نگه دارید تا از خرابی آن جلوگیری شود. عدم حذف باقی‌مانده‌های اکسیداسیون می‌تواند تاثیر منفی بر نتایج آزمون داشته باشد.

۳-۴-۴ تمیز کردن ظروف شیشه‌ای

ظروف شیشه‌ای را ابتدا با حلal مناسب (عنوان مثال، حلal نفتی با خلوص غیرمعرف، هپتان، یا استون) شستشو دهید و حلal را تخلیه کنید. سپس آنها را با محلول شوینده آبی تمیز کنید یا در آن محلول غوطه-

1 - Drum

2 - Petroleum spirit

ور نمایید. ظروف را کاملاً برس بزنید و با استفاده از جریان سریع آب شستشو دهید. سپس با ایزوپروپیل‌الکل و بدنبال آن با آب مقطر شستشو دهید و در مجاورت هوا خشک کنید. چنانچه پس از انجام مراحل فوق مواد نامحلولی روی ظروف باقی مانده بود آنها را بمدت یک شب‌انه روز در یک محلول پاک‌کننده اسیدی غوطه‌ور کنید و مراحل فوق را از مرحله شستشو با جریان سریع آب تکرار نمایید. از شیشه‌آلات لب پریده یا ترکدار استفاده نکنید.

۴-۴-۴ تمیز کردن دیسک پلی‌تترافلورواتیلن (PTFE)

تمام روغن باقی‌مانده بر روی دیسک را با استفاده از حلال مناسب بزدایید و با محلول شوینده برس بزنید تا تمیز شود. سپس دیسک را با آب شیر و بدنبال آن با آب مقطر شستشو دهید و در مجاورت هوا خشک نمایید.

۵-۴ روش کار

۱-۵-۴ بارگیری

۱-۵-۴ ظرف نمونه شیشه‌ای حاوی سیم‌پیچ کاتالیزور مسی را که تازه تمیز نموده‌اید وزن کنید. $g \pm 0.5$ (۰.۵) از نمونه روغن را در داخل ظرف توزین کنید؛ پنج میلی‌لیتر آب خالص به آن اضافه نمایید. پنج میلی‌لیتر آب خالص دیگر را درون بدنه مخزن بریزید و سپس ظرف شیشه‌ای محتوی نمونه را به درون بدنه مخزن بلغزانید (یادآوری را ببینید). ظرف شیشه‌ای را با یک دیسک PTFE به قطر $57/2$ mm (۲.۲۵ in) بپوشانید و یک فنر نگهدارنده در بالای دیسک PTFE قرار دهید. با استفاده از یک لایه نازک گریس سیلیکونی، آب‌بند اورینگ^۱ مخزن را که در شیار واشر درپوش مخزن قرار گرفته است روغنکاری کنید و درپوش را درون بدنه مخزن جای دهید.

یادآوری- آب بین دیوار مخزن و ظرف نمونه به انتقال حرارت کمک می‌کند.

۲-۱-۵-۴ بست حلقه‌ای^۲ درب دستگاه را با دست سفت کنید. رزووهای گریس خور^۳ سنجه فشار را با لایه نازکی از گریس پوشش دهید (نوار لوله PTFE جایگزین مناسبی بجای گریس شیرآلات است) و سنجه را به مرکز بخش فوقانی ساقه مخزن پیچ کنید. خط انتقال اکسیژن را که در مسیرش به یک سنجه فشار مجهز شده است به شیر ورودی در قسمت ساقه مخزن متصل نمایید. به آهستگی شیر منبع اکسیژن را باز کنید تا فشار به 620 kPa ($6/2$ bar, 90 psi) برسد. شیر منبع اکسیژن را ببندید. به آرامی با شل کردن اتصالات و یا با استفاده از یک دریچه اطمینان تعییه شده در مسیر، فشار را کاهش دهید. فرایند تخلیه را

1- O-ring

2- Closure ring

3- Nipple

دوبار دیگر تکرار کنید؛ مراحل تخلیه باید حدود سه دقیقه طول بکشد. در دمای اتاق 25°C (77°F)، شیر تنظیم فشار تانک ذخیره اکسیژن را روی فشار 14 ± 1 kPa (620 ± 62 bar) معادل 90 psi تنظیم کنید. به ازای هر 20°C (36°F) بالاتر یا پایین‌تر از این دما، باید 5 kPa (0.05 bar) به فشار اولیه افزوده و یا از آن کم کنید تا فشار اولیه مورد نیاز تامین شود. مخزن را تا رسیدن به فشار اولیه مورد نیاز آزمون پر کنید و سپس شیر ورودی را با دست محکم ببندید. یک بار دیگر شیر فشار را باز کنید و سنجه فشار را نگاه کنید تا اطمینان حاصل نمایید که فشار کاهش نیافته است. چنانچه تغییری در فشار ایجاد نشده بود، شیر را ببندید. در صورت تمایل می‌توانید نشتی مخزن را با غوطه‌ور ساختن آن در آب آزمایش کنید (یادآوری را ببینید).

یادآوری - چنانچه جهت بررسی نشتی مخزن، آن را در آب غوطه‌ور کردید، سطح خارجی مخزن را با وسیله مناسبی همچون دمیدن هوا یا حوله، خشک نمایید. خشک کردن به منظور جلوگیری از ورود آب آزاد به داخل حمام روغن داغ که می‌تواند سبب پاشش روغن شود توصیه می‌گردد. جهت حفظ ایمنی، استفاده از محافظه صورت در طول فرایند بارگیری توصیه می‌شود.

۴-۵-۴ اکسیداسیون

حمام گرمایشی را در حالی که همزن روشن است به دمای آزمون برسانید. همزن را خاموش کنید، مخزن را در داخل محفظه حمام قرار دهید، و زمان را ثبت نمایید. مجدداً همزن را به کار بیندازید. اگر از گرمکن کمکی استفاده می‌کنید آن را در پنج دقیقه ابتدایی کار روشن نگه دارید و سپس خاموش کنید (یادآوری ۱ را ببینید). پس از قرار دادن مخزن دمای حمام باید به مدت ۱۵ دقیقه در دمای آزمون ثابت باشد. دمای آزمون را در محدوده $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$ تثبیت کنید (یادآوری ۲ را ببینید).

یادآوری ۱ - مدت زمان لازم برای رسیدن دمای حمام به درجه حرارت عملیاتی پس از جایگذاری مخزن ممکن است با توجه به تفاوت در نحوه چیدمان دستگاهها متفاوت باشد، این زمان باید برای هر دستگاه تعیین شود. هدف، رسیدن به مجموعه شرایطی است که امکان کاهش بیشتر از 2°C در تمام مدت زمان انجام آزمون وجود نداشته باشد و رسیدن فشار مخزن به سطح پایدار ظرف مدت ۳۰ دقیقه امکان پذیر شود. همانطور که نمودار A شکل ۳ نشان می‌دهد.

یادآوری ۲ - حفظ دمای صحیح در محدوده تعیین شده $20 \pm 1^{\circ}\text{C}$ در تمام مدت زمان انجام آزمون عامل مهمی در تضمین تکرارپذیری و تجدیدپذیری نتایج آزمون است.

۳-۵-۴ در تمام مدت انجام آزمون مخزن نمونه را کاملاً در حمام غوطه‌ور نگه دارید و چرخش یکنواخت و مداوم آن را حفظ کنید. سرعت چرخش استاندارد مورد نیاز $5 \text{ r/min} \pm 0.05$ است؛ هر گونه تغییرات قابل ملاحظه در سرعت چرخش می‌تواند منجر به نتایج نامنظم و غیر قابل پیش‌بینی گردد.

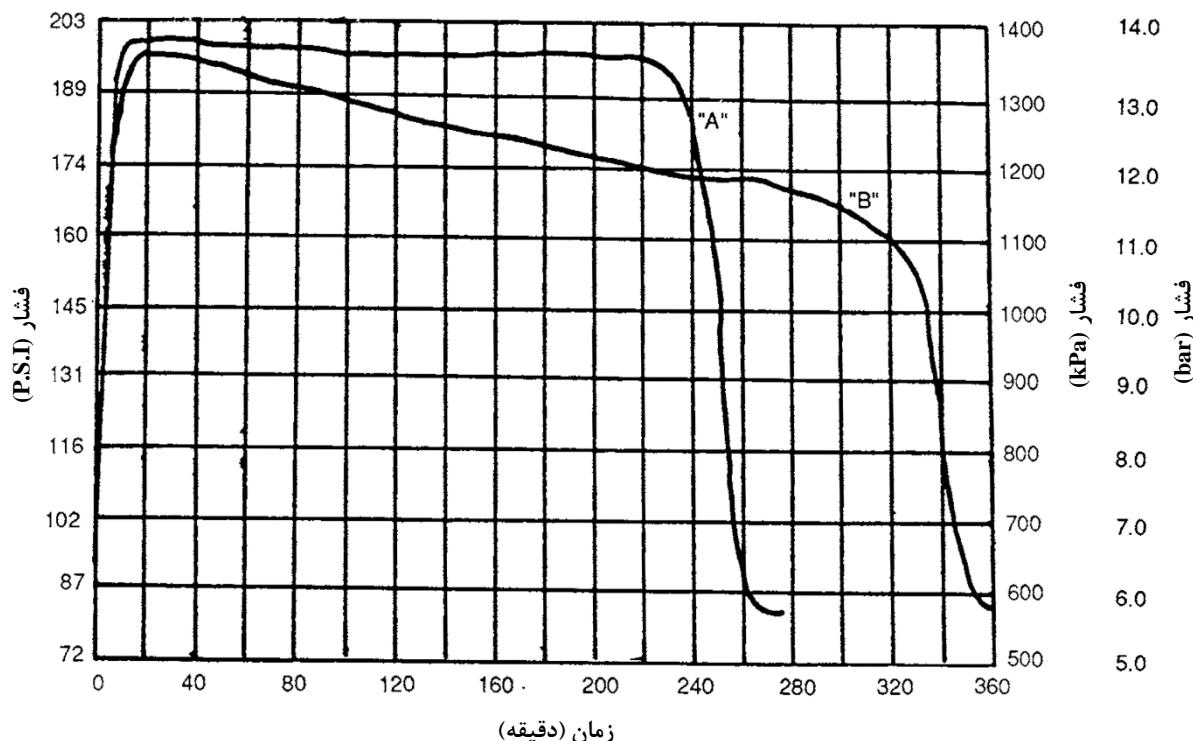
۴-۵-۴ آزمون وقتی کامل می‌شود که فشار بیش از 175 kPa ($25/4 \text{ psi}$) از مقدار بیشینه کاهش یابد (یادآوری ۱ را ببینید). معمولاً و نه همیشه، مقدار 175 kPa کاهش در فشار مخزن با یک دوره-

القایی افت سریع فشار^۱ همزمان می‌شود. هنگامی که این اتفاق نمی‌افتد، درستی آزمایش برای کاربر مورد سوال خواهد بود (یادآوری ۲ را ببینید).

یادآوری ۱- هرچند طبق روش استاندارد، خاتمه آزمون پس از ۱۷۵ kPa (۲۵/۴ psi، ۱/۷۵ bar) کاهش در فشار مخزن به وقوع می‌پیوندد، اما با این حال برخی اپراتورها ممکن است تصمیم بگیرند که آزمون را در مقادیر کمتری از افت فشار خاتمه دهنده، یا شرایط روغن را پس از دوره‌ای که از قبل تعیین شده است مثلاً ۱۰۰ دقیقه بررسی کنند؛ این کار در مورد دوره‌القایی متعارف روغن‌های بازداری شده تازه مناسب است.

یادآوری ۲- نمودار A در شکل ۳ نتیجه یک آزمون از این نوع را نشان می‌دهد، بر اساس این نمودار انتظار می‌رود فشار در مدت ۳۰ دقیقه به بیشینه مقدار برسد، سپس شرایط پایدار فشار برقرار شده و پس از آن یک افت فشار القایی مشاهده می‌شود. ارزیابی منحنی B این شکل که دارای یک کاهش تدریجی فشار قبل از شکست القایی می‌باشد، مشکل‌تر است. کاهش تدریجی فشار ممکن است ناشی از نشتی در مخزن باشد، هر چند برخی سیالهای سنتزی این نوع منحنی را ایجاد می‌کنند. در مواجهه با چنین نمودارهایی چنانچه به وجود نشتی در مخزن مشکوک هستید، آزمون را در مخزن دیگری تکرار کنید. اگر با وجود تکرار آزمون باز هم منحنی مشابهی حاصل شد، آزمایش به احتمال زیاد معتبر است.

۵-۵-۴ پس از پایان آزمون، باید مخزن را از حمام روغن خارج کرده و تا دمای اتاق سرد کنید. مخزن نمونه را می‌توانید کمی در داخل حمامی از یک روغن معدنی سبک فرو کرده و حرکت دهید تا آنچه از حمام روغن بر آن چسبیده شسته شود. سپس آن را با آب داغ آبکشی نمایید. برای اینکه مخزن سریعتر به دمای اتاق برسد می‌توانید آن را در داخل آب سرد فرو ببرید و یا اینکه آن را در هوا تا دمای اتاق سرد کنید. فشار اضافی اکسیژن را تخلیه کنید و مخزن را باز نمایید.



شکل ۳- نمودار تغییرات فشار در مقابل زمان برای دو آزمون اکسیداسیون مخزن گردان

۶-۴ پایش کنترل کیفیت

عملکرد دستگاه را با استفاده از آزمایش بر روی نمونه‌های QC^۱ تایید کنید.

پیش از پایش فرایند اندازه‌گیری، مقدار میانگین و حدود کنترل را برای نمونه QC تعیین کنید.

نتایج QC را ثبت کرده و با استفاده از نمودارهای کنترل یا سایر روش‌های آماری معادل، تحلیل کنید تا وضعیت کنترل آماری برای کل فرایند آزمون تعیین گردد. تمام نتایج خارج از کنترل را برای ریشه‌یابی علت‌های بروز آن بررسی نمایید.

تعداد دفعات تکرار آزمون QC به بحرانی بودن^۲ اندازه‌گیری، پایداری اثبات شده فرایند آزمون، و نیازمندی‌های مشتری بستگی دارد. دقیق آزمون نمونه QC با استفاده از صورت دوره‌ای مقارن با دقیق مورد انتظار روش آزمون بررسی شود تا کیفیت نتایج تضمین شود.

توصیه می‌شود در صورت امکان نوع نمونه QC که بطور مرتب مورد آزمون قرار می‌دهید،

1- quality control (QC)

2- Criticality

بیانگر نمونه‌هایی باشد که بصورت روزمره آزمایش می‌کنید. از موادی که به عنوان نمونه QC استفاده می‌کنید بایستی به مقدار زیاد برای استفاده در مدتی که از قبل تعیین شده است، در دسترس باشد. این نمونه‌ها باید همگن بوده و تحت شرایط انبارش پیش‌بینی شده پایدار باشند.

یادآوری - برای راهنمایی بیشتر درمورد نظارت بر کنترل کیفیت به استانداردهای ASTM D6299 و ASTM MNL7 مراجعه کنید.

۷-۴ گزارش

۱-۷-۴ تفسیر نتایج

منحنی فشار در مقابل زمان را ببینید و فشار بیشینه را احراز نمایید (یادآوری ۲ زیربند ۴-۵-۴ را ببینید). زمان را در نقطه‌ای از قسمت نزولی منحنی که فشار 175 kPa ($25/4 \text{ psi}$) پایین‌تر از مقدار بیشینه است ثبت کنید. در صورت تکرار آزمون، بیشینه فشار در آزمونهای تکراری نبایست بیش از 35 kPa ($5/1 \text{ psi}$) باهم تفاوت داشته باشند.

۲-۷-۴ گزارش نتایج

۱-۲-۷-۴ طول عمر نمونه، فاصله زمانی (برحسب دقیقه) است از شروع آزمون تا جایی که فشار مخزن به میزان 175 kPa ($25/4 \text{ psi}$) از بیشینه مقدار خود کاهش یابد.

۲-۲-۷-۴ روشی را که مورد استفاده قرار داده‌اید گزارش کنید: روش آزمون الف یا روش آزمون ب.

۳-۲-۷-۴ در صورت درخواست و چنانچه تغییر شدیدی در فشار مشاهده شده است، زمان توقف آزمون را بر حسب دقیقه گزارش نمایید.

یادآوری - توصیه می‌شود در گزارش نتایج آزمون، نوع مخزن مورد استفاده در آزمون‌ها را مشخص کنید (فولاد زنگ نزن یا از جنس مس با روکش کروم^۱).

۴-۴ دقت و اربی

۱-۸-۴ بیان دقت و اربی از گزارش پژوهشی (سطح اطمینان ۹۵٪) حاصل شده است. گستره نتایج در یک گزارش پژوهشی نوعی^۲ از حدود ۲۰۰ تا ۳۰۰۰ دقیقه است.

۱-۱-۸-۴ تکرارپذیری - تفاوت بین نتایج دو آزمون متوالی بر روی مواد آزمایشی یکسان که توسط یک

1- Chrome-plate copper

2- Research Report RR:D02-1777

آزمونگر با تجهیزات یکسان و تحت شرایط عملیاتی یکسان بدست آمده است، در مدت زمان طولانی و در شرایط عادی و صحیح روش آزمون، فقط در یک مورد از هر بیست مورد آزمون از مقادیر زیر تجاوز می‌کند:

$$0,15 \times X^{1,02} \text{ minutes}$$

که در آن:

$X =$ نشان دهنده مقدار میانگین است.

۲-۱-۸-۴ تجدیدپذیری- تفاوت بین دو نتیجه مستقل و مجزا که توسط دو آزمونگر متفاوت در دو آزمایشگاه مختلف بر روی مواد آزمایشی یکسان حاصل شده است، در مدت زمان طولانی و در شرایط عادی و صحیح روش آزمون، فقط در یک مورد از هر بیست مورد آزمون از مقادیر زیر تجاوز می‌کند:

$$0,2 \times X^{1,02} \text{ minutes}$$

که در آن:

$X =$ نشان دهنده مقدار میانگین است.

یادآوری - این بیان دقت، بر اساس نتایج هفت نمونه روغن تهیه شده است (یک نمونه روغن پایه بازداری نشده^۱، سه نمونه روغن تازه و سه نمونه روغن توربین بخار کارکرده) که توسط یازده همکار مورد آزمون قرار گرفتند. روغن‌ها مقادیری در محدوده تقریبی ۲۰۰ تا ۳۰۰۰ دقیقه را پوشش می‌دادند.

۲-۸-۴ اربیبی - هیچ مرجعی برای اندازه‌گیری اربیبی در ترکیبات این محصول مورد آزمون وجود ندارد، لذا بیان اربیبی انجام‌پذیر نیست.

۵ روش ب RPVOT در حمام بلوک خشک

۱-۵ وسایل

۱-۱-۵ اتفاک اکسیداسیون خشک، ظرف نمونه شیشه‌ای با دیسک پلی‌ترافلورواتیلن (PTFE)^۲ و پایه پلی‌اتراکرتون (PEEK)^۳، سیم‌پیچ کاتالیزور، فشارسنج و دماسنج، دستگاه به نحوی که در پیوست الف-۲ شرح داده شده است. شما و تصویر دستگاه سوار شده در شکل ۲، شکل الف-۱-۲ و شکل الف-۲-۲ به نمایش درآمده اند.

۲-۱-۵ نمایشگر دما - تفکیک‌پذیری نمایشگر دما باید $0/1^{\circ}\text{C}$ یا بهتر باشد و همانطور که در پیوست

۱- بدون مواد ضد اکسیداسیون

2- Poly Tetrafluroethylen (PTFE)
3- Polyether Ether Ketone

الف-۲ شرح داده شده است بصورت سالیانه کالیبره شود.

۳-۱-۵ نمایشگر فشار- قرائت گر^۱ دیجیتال فشار، باید به صورتی که در پیوست الف-۲ توصیف شده است کالیبره گردد.

۲-۵ مواد و/یا واکنشگرها

در تمام آزمون‌ها، فقط از واکنشگرهایی با خلوص معرف^۲ استفاده کنید، مگر اینکه نوع دیگری در متن مشخص شده باشد. استفاده از موادی با سایر درجه‌های خلوص نیز مجاز است مشروط بر آنکه ابتدا ثابت شود که درجه خلوص ماده استفاده شده برای انجام آزمون بدون کاهش صحت اندازه‌گیری‌ها کافی است.

۱-۲-۵ ایزوپروپیل الکل، خلوص معرف؛ (هشدار- قابل اشتعال و برای سلامتی مضر است).

۲-۲-۵ حلال مواد روغنی^۳؟

۳-۲-۵ n-هیتان، حداقل٪ ۹۹/۰ مولی (از درجه خالص)^۴؛ (هشدار- قابل اشتعال و برای سلامتی مضر است).

۴-۲-۵ اکسیژن،٪ ۹۹/۵، با تنظیم فشار تا ۶۲۰ kPa (۹۰ bar، ۶/۲ psi). (هشدار- به شدت فرایند سوختن را تسريع می‌کند)؛

۵-۲-۵ پتاسیم هیدروکسید، محلول الکلی یک درصد،- ۱۲ گرم دانه‌های پتاسیم هیدروکسید (KOH) را در یک لیتر ایزوپروپیل الکل حل کنید؛ (هشدار- قابل اشتعال و برای سلامتی مضر است).

۶-۲-۵ سمباده پارچه‌ای با ساینده سیلیکون کاربید، دانه‌بندی ۱۰۰ با ورقه پشتی پارچه‌ای؛

۷-۲-۵ متانول- تقلیبی^۵؛

۸-۲-۵ کاتالیزور سیمی، سیم مسی الکترولیزی با قطر ۱۶۳ میلی‌متر با رواداری نسبی٪ ±۱ (۰،۰۶۴) اینچ با رواداری نسبی٪ ±۱ (معادل سیم شماره ۱۶ استاندارد انگلیسی سنجه سیم یا شماره ۱۴ استاندارد امریکایی سنجه سیم) و خلوص٪ ۹۹/۹، رجوع شود به استاندارد ASTM B1. از سیم مسی نرم با خلوص مشابه نیز می‌توان استفاده کرد؛

1- Readout

2- Reagent grade

3- Varclean Varnish Remover

4- Pure grade

5- Denatured

۹-۲-۵ سیکلو هگزان؛ (هشدار- قابل اشتعال و برای سلامتی مضر است).

۱۰-۲-۵ آب، رجوع شود به استاندارد ASTM D1193 برای آب با درجه خلوص نوع .

۳-۵ نمونه برداری

نمونه‌ها برای این روش آزمون، می‌توانند از تانک‌ها، چلیک (درام)‌ها، مخازن کوچک، و یا حتی تجهیزات عملیاتی گرفته شوند. از آنجایی که نتایج حاصل از این آزمون به سهولت با مقادیر ناچیزی از ناخالصی‌ها تحت تاثیر قرار می‌گیرند، از آلوده شدن نمونه در طی فرایند نمونه‌گیری و جابجایی نمونه خصوصاً در مورد سیالاتی که قبل استفاده شده‌اند جلوگیری به عمل آورید. جهت مشاهده روش آماده‌سازی و تخلیه نمونه رجوع شود به استاندارد بین‌المللی ISO 3170. نمونه باید دور از نور در بطری‌های تیره رنگ ذخیره گردد.

۴-۵ آماده‌سازی وسایل

۱-۴-۵ آماده‌سازی کاتالیزور

قبل از استفاده، تقریباً سه متر از سیم مسی را بوسیله سمباده پارچه‌ای سیلیکون کاربید صیقل دهید و گرد حاصل از سمباده‌زن را با استفاده از پارچه خشک و تمیز پاک کنید. سیم را با پیچاندن به شکل سیم پیچی با قطر خارجی mm ۴۶ تا ۴۸ و وزن g (55.6 ± 0.3) درآورید و آن را بکشید تا به طول mm ۴۰ تا ۴۲ برسد. سیم پیچ را کاملاً با ایزوپروپیل‌الکل تمیز کنید، در مجاورت هوا کاملاً خشک نمایید و در صورت لزوم با حرکت چرخشی در داخل ظرف نمونه شیشه‌ای قرار دهید. برای هر نمونه از یک سیم پیچ جدید استفاده کنید. برای ذخیره‌سازی سیم پیچ آماده شده در مدت زمان طولانی‌تر، می‌توانید آن را در یک اتمسفر خشک و بی اثر بسته‌بندی نمایید، برای مدت زمان تا یک شبانه‌روز (کمتر از ۲۴ h)، می‌توانید سیم پیچ‌ها را در n-هپتان یا سیکلوهگزان نگهداری نمایید.

۵-۱-۴-۵ یادآوری - از سیم پیچ‌های تجاری که بصورت بسته‌بندی شده در دسترس هستند و مطابق با روش مسروخ در زیربند ۵-۱ تهیه شده‌اند نیز می‌توانید استفاده کنید.

۲-۴-۵ تمیز کردن اتاقک فشار

پس از خاتمه هر آزمون، تمام رسوبات موجود در داخل اتاقک را با کمک انبر و بالشتک پاک کننده^۱ تخلیه کنید. با استفاده از یک بطری آبغشان، آب سرد و تمیز را در امتداد دیواره‌های اتاقک اسپری نمایید تا سطح آب تقریباً به سوراخ ورودی اکسیژن در بخش فوقانی انتهای اتاقک برسد. پس از چند دقیقه، از یک بطری آبغشان خالی جهت تخلیه مخلوط آب داخل اتاقک استفاده کنید، بدین ترتیب که ابتدا بطری را فشرده کنید

1- Cleaning pad

سپس لوله مکنده آب را به داخل مخلوط آب فرو کنید و بطری را رها نمایید تا آب را بیرون بکشد. جهت زدودن رسوبات سخت می‌توانید از حلال مواد روغنی استفاده کنید. اتاقک را چندین مرتبه با آب و در نهایت یکبار نیز بوسیله مтанول شستشو دهید. جهت اطمینان از اینکه تمام آب از ورودی اکسیژن خارج شده است، شیر پرکننده اکسیژن را چندین بار فشار دهید تا تمام آب از مسیر ورودی اکسیژن تخلیه شود. بخش داخلی اتاقک فشار را با کاغذ حوله‌ای خشک کنید.

۳-۴-۵ تمیز کردن ظرف شیشه‌ای

ظرف شیشه‌ای را با حلال مناسب (بعنوان مثال، سیکلوهگزان، یا استون) شستشو دهید و تخلیه کنید. سپس آن را در محلولی از حلال مواد روغنی غوطه‌ور نمایید یا با آن آغشته نمایید بعد کاملاً برس بزنید و با استفاده از جریان سریع آب شستشو دهید. در نهایت ظرف را با ایزوپروپیل‌الکل و بدنبال آن با آب مقطر شستشو دهید و در مجاورت هوا خشک کنید. چنانچه پس از انجام مراحل فوق مواد نامحلولی در ظرف باقی مانده بود، آن را بمدت یک شب‌انه‌روز در محلولی از حلال مواد روغنی غوطه‌ور کنید و مراحل فوق را تکرار نمایید.

۴-۴-۵ تمیز کردن دیسک پلی‌ترافلوروواتیلن (PTFE)، فنجان مغناطیسی^۱ و گیره فنری^۲

تمام روغن باقی‌مانده را بوسیله حلال مناسب بزدایید و با حلال مواد روغنی برس بزنید تا تمیز شود. در انتهای با استفاده از جریان سریع آب کاملاً شستشو دهید و با آب مقطر آبکشی نمایید و در مجاورت هوا خشک کنید.

۵-۵ روش کار

۱-۵-۵ مراحل آماده‌سازی

۱-۵-۵ سیم‌پیچ کاتالیزوری را که تازه تمیز کرده‌اید داخل بشر شیشه‌ای نمونه قرار دهید و با هم توزین کنید. مقدار $g (50 \pm 5)$ از نمونه روغن را در داخل بشر وزن کنید؛ پنج میلی‌لیتر آب با درجه خلوص دو داخل بشر بیافزا باید. بشر نمونه و گیره فنری را در داخل فنجان مغناطیسی قرار دهید. اطمینان حاصل کنید که حلقه ضدسایش^۳ روی فنجان مغناطیسی تغییر رنگ نداده است. اگر این اتفاق افتاده بود، بایستی بر طبق کتابچه راهنمای کاربر تعویض شود. گیره فنری بایستی طوری فنجان را نگه دارد که آزادانه نچرخد. ظرف شیشه‌ای را با پوشش بشر PTFE بپوشانید. پنج میلی‌لیتر دیگر از آب با درجه خلوص دو به

1- Magnetic Cup

2- Spring Clip

3- Anti-friction ring

بدنه مخزن اضافه نمایید و فنجان مغناطیسی را با ظرف نمونه به سمت اتاقک فشار بلغزانید. یک واشر اورینگ جدید ببروی درپوش اتاقک قرار دهید و درپوش را در داخل اتاقک فشار جای دهید.

یادآوری- آب بین دیواره مخزن و ظرف نمونه به تبادل حرارت کمک می کند.

۲-۱-۵-۵ درپوش اتاقک را با پیچاندن سه مهره آجدار یکی پس از دیگری محکم کنید بطوری که درپوش بطور ایمن در جای خود قرار گیرد و بطور یکنواخت شکاف دورتا دور درپوش و لبه اتاقک فشار را فرا بگیرد. شیر ورودی اکسیژن را فشار دهید تا فشار حداقل به 620 kPa ($6,2 \text{ bar}$) (90 psi) برسد. شیر منبع ذخیره اکسیژن را ببندید. به آرامی با شل کردن شیر تخلیه اکسیژن فشار را کاهش دهید. این فرایند تخلیه را دوبار دیگر تکرار کنید؛ مراحل تخلیه باید حدود سه دقیقه طول بکشد. در دمای اتاق 25°C (77°F), شیر تنظیم فشار تانک ذخیره اکسیژن را روی فشار $1,4 \pm 0,2 \text{ bar}$ (140 psi) معادل (620 kPa) تنظیم کنید. با ازای هر 20°C (36°F) بالاتر یا پایین‌تر از این دما، باید 5 kPa ($0,5 \text{ bar}$) ($0,7 \text{ psi}$) به فشار اولیه افزوده و یا از آن کم کنید تا فشار اولیه مورد نیاز برای آزمون تامین شود. مخزن را تا رسیدن به این فشار اولیه پر کنید و سپس شیر ورودی را با دست محکم ببندید.

یادآوری- در صورت تمایل، وجود نشته در مخزن دستگاه را می‌توانید با افزایش و تخلیه فشار اتاقک، گرما دادن تا 150°C و پایش میزان افت فشار در مدت یک شب‌نه روز آزمایش کنید. چنانچه در این بررسی فشار مخزن اتاقک خشک بیش از 2 psi از مقدار بیشینه کاهش یافت جهت اخذ راهنمایی بیشتر با سازنده دستگاه تماس بگیرید.

۲-۵-۵ اکسیداسیون

در این مرحله، اطمینان حاصل کنید دستگاه ثبات آمده و روشن است، پوشش PTFE را روی درپوش اتاقک قرار دهید و کلید موتور دستگاه را روشن کنید تا چرخش نمونه آغاز شود، سپس کلید گرمکن که در قسمت جلوی پیشانه^۱ دستگاه قرار گرفته است را روشن نمایید. مطمئن شوید نظام دما برای 150°C تنظیم شده است و تغییرات دما را پس از پایداری در محدوده $10^{\circ}\text{C} \pm 0,1^{\circ}\text{C}$ حفظ می‌کند.

یادآوری ۱- هنگام پایان آزمون پوشش PTFE روی درپوش را بردارید.

یادآوری ۲- در تمام مدت زمان انجام آزمون، تثبیت صحیح دما در محدوده تعیین شده $0,1^{\circ}\text{C} \pm$ عامل مهمی در تضمین تکرارپذیری و تجدیدپذیری نتایج آزمون است.

۳-۵-۵ آزمون وقتی کامل می‌شود که فشار بیشتر از 175 kPa ($1,75 \text{ bar}$) ($25,4 \text{ psi}$) از مقدار بیشینه کاهش یابد (یادآوری ۱ را ببینید). معمولاً و نه همیشه، مقدار 175 kPa کاهش در فشار مخزن با یک دوره القایی افت سریع فشار همزمان می‌شود. هنگامی که این اتفاق نمی‌افتد، درستی آزمایش برای کاربر

مورد سوال خواهد بود (یادآوری ۲ را ببینید).

یادآوری ۱- هرچند طبق روش استاندارد، خاتمه آزمون پس از ۱۷۵ kPa (۲۵/۴ psi، ۱/۷۵ bar) کاهش در فشار به وقوع می‌بیوندد، با این حال برخی اپراتورها ممکن است تصمیم بگیرند که آزمون را در مقادیر کمتری از افت فشار خاتمه دهند، یا شرایط روغن را پس از دوره‌ای که از قبل تعیین شده است مثلاً ۱۰۰ دقیقه بررسی نمایند؛ این کار در مورد دوره‌القایی متعارف روغنهای بازداری شده تازه مناسب است.

یادآوری ۲- نمودار A در شکل ۳ نتیجه یک آزمون از این نوع را نشان می‌دهد، بر اساس این نمودار انتظار می‌رود فشار در مدت ۳۰ دقیقه به بیشینه مقدار برسد، سپس شرایط پایدار فشار برقرار شده و پس از آن یک افت فشار القایی مشاهده می‌شود. ارزیابی منحنی B این شکل که دارای یک کاهش تدریجی فشار قبل از شکست القایی می‌باشد، مشکل‌تر است. کاهش تدریجی فشار ممکن است ناشی از نشتی مخزن باشد، هر چند برخی سیالهای سنتزی این نوع منحنی را ایجاد می‌کنند. در مواجهه با چنین نمودارهایی چنانچه به وجود نشتی در مخزن مشکوک هستید، آزمون را در مخزن دیگری تکرار کنید. اگر با وجود تکرار آزمون باز هم منحنی مشابهی حاصل شد، آزمایش به احتمال زیاد معتبر است.

۴-۵- پس از خاتمه آزمون، پوشش PTFE درپوش را بردارید تا دستگاه سریعتر خنک شود. چنانچه قابلیت خاموشی خودکار فعال شده باشد، دستگاه حمام بلوک فلزی بصورت خودکار موتور گرمکن و موتورمحرك مغناطیسی را خاموش خواهد کرد. اگر تمایل دارید بصورت دستی عمل کنید، کلید موتور محرك و سیستم گرمایشی دستگاه را خاموش کنید.

۵-۵- هنگامی که چراغ نشانگر باز کردن ایمن دستگاه سبز است، ابتدا به آهستگی شیر تخلیه اکسیژن را باز کنید تا فشار با سرعت ۵ psi یا کمتر کاهش یابد. سپس مهره‌های آجدار درپوش را جدا کنید و ابزار بازکردن درپوش را به سمت درگاه خروج بپیچانید تا درپوش نسبتاً داغ اتفاق خارج شود.

۶-۵- با استفاده از ابزار بازکردن، درپوش PTFE را خارج کنید و سپس فنجان مغناطیسی حاوی بشر شیشه‌ای نمونه را از داخل اتفاق خارج نمایید. گاهی بشر یا پوشش روی آن بدون فنجان خارج می‌شود که در این صورت می‌توانید با استفاده از یک انبر فنجان مغناطیسی را خارج کنید.

۷-۵- جهت تمیز کردن تجهیزات به زیربند ۴-۵ مراجعه کنید.

۶-۵ پایش کنترل کیفیت

۱-۶- عملکرد دستگاه را بایستی با آزمایش بر روی نمونه‌های (QC) کنترل کیفیت (QC) تایید کنید.

۲-۶- پیش از پایش فرایند اندازه‌گیری، مقدار میانگین و حدود کنترل را برای نمونه QC تعیین کنید.

۳-۶- نتایج QC را ثبت کرده و با استفاده از نمودارهای کنترل یا سایر روش‌های آماری معادل،

تحلیل کنید تا وضعیت کنترل آماری برای کل فرایند آزمون تعیین گردد. تمام نتایج خارج از کنترل را برای ریشه‌یابی علت(های) بروز آن بررسی نمایید.

۴-۶-۵ تعداد دفعات تکرار آزمون QC به بحرانی بودن اندازه‌گیری، پایداری اثبات شده فرایند آزمون، و نیازمندی‌های مشتری بستگی دارد. دقت آزمون نمونه QC باقیستی بصورت دوره‌ای مقارن با دقت مورد انتظار روش آزمون بررسی شود تا کیفیت نتایج تصمیم شود.

۵-۶-۵ توصیه می‌شود در صورت امکان نوع نمونه QC که بصورت منظم مورد آزمون قرار می‌دهید، بیانگر نمونه‌هایی باشد که بصورت روزمره آزمایش می‌کنید. از موادی که به عنوان نمونه QC استفاده می‌کنید باقیستی به مقدار زیاد برای استفاده در مدتی که از قبل تعیین شده است، در دسترس باشد. این نمونه‌ها باید همگن بوده و تحت شرایط انبارش پیش‌بینی شده پایدار باشند.

یادآوری - برای راهنمایی بیشتر درمورد نظارت بر کنترل کیفیت به استانداردهای ASTM D6299 و ASTM MNL7 مراجعه کنید.

۷-۵ گزارش

۱-۷-۵ تفسیر نتایج

منحنی فشار در مقابل زمان را ببینید و فشار بیشینه را احراز نمایید (یادآوری ۲ زیربند ۳-۵-۵ را ببینید). زمان را در نقطه‌ای از قسمت نزولی منحنی که فشار ۱۷۵ kPa (۲۵/۴ psi) پایین‌تر از مقدار بیشینه است ثبت کنید. در صورت تکرار آزمون، بیشینه فشار در آزمونهای تکراری نبایست بیش از ۳۵ kPa (۵/۱ psi)، ۰، ۳۵ bar باهم تفاوت داشته باشند.

۲-۷-۵ گزارش نتایج

۱-۲-۷-۵ طول عمر نمونه، فاصله زمانی (بر حسب دقیقه) است از شروع آزمون تا جایی که فشار مخزن به میزان ۱۷۵ kPa (۲۵/۴ psi) از بیشینه مقدار خود کاهش یابد.

۲-۲-۷-۵ روشی را که مورد استفاده قرار داده‌اید گزارش کنید: روش آزمون الف یا روش آزمون ب.

۳-۲-۷-۵ در صورت درخواست، و چنانچه تغییر شدیدی در فشار مشاهده شده است، زمان توقف آزمون را بر حسب دقیقه گزارش نمایید.

یادآوری - توصیه می‌شود در گزارش نتایج آزمون، نوع مخزن مورد استفاده در آزمون‌ها را مشخص کنید (فولاد زنگ نزن یا از جنس مس با روکش کروم).

۸-۵ دقต و اریبی

۱-۸-۵ بیان دقت و اریبی از گزارش پژوهشی (سطح اطمینان ۹۵٪) حاصل شده است. گستره نتایج در یک گزارش پژوهشی نوعی^۱ از حدود ۲۰۰ تا ۳۰۰۰ دقیقه است.

۱-۸-۵ تکرارپذیری - تفاوت بین نتایج دو آزمون متوالی بر روی مواد آزمایشی یکسان که توسط یک آزمونگر با تجهیزات یکسان و تحت شرایط عملیاتی یکسان بدست آمده است، در مدت زمان طولانی و در شرایط عادی و صحیح روش آزمون، فقط در یک مورد از هر بیست مورد آزمون از مقادیر زیر تجاوز می‌کند:

$$0,15 \times X^{1,02} \text{ minutes}$$

که در آن:

$$X = \text{نشان دهنده مقدار میانگین}$$

۲-۱-۸-۵ تجدیدپذیری - تفاوت بین دو نتیجه مستقل و مجزا که توسط دو آزمونگر متفاوت در دو آزمایشگاه مختلف بر روی مواد آزمایشی یکسان حاصل شده است، در مدت زمان طولانی و در شرایط عادی و صحیح روش آزمون، فقط در یک مورد از هر بیست مورد آزمون از مقادیر زیر تجاوز می‌کند:

$$0,2 \times X^{1,02} \text{ minutes}$$

که در آن:

$$X = \text{نشان دهنده مقدار میانگین}$$

یادآوری - این بیان دقت، بر اساس نتایج هفت نمونه روغن تهیه شده است (یک نمونه روغن پایه بازداری نشده، سه نمونه روغن تازه و سه نمونه روغن توربین بخار کارکرده) که توسط یازده همکار مورد آزمون قرار گرفتند. روغن‌ها مقادیری در محدوده تقریبی ۲۰۰ تا ۳۰۰۰ دقیقه را پوشش می‌دادند.

۲-۸-۵ اریبی - هیچ مرجعی برای اندازه‌گیری اریبی در ترکیبات این محصول مورد آزمون وجود ندارد، لذا بیان اریبی انجام‌پذیر نیست.

پیوست الف

(الزامی)

وسایل و تجهیزات

الف-۱ وسایل آزمون اکسیداسیون با مخزن فشار گردان

الف-۱-۱ مخزن اکسیداسیون

شامل بدنه مخزن، درپوش، بست حلقه‌ای و ساقه مخزن که ساختاری مطابق با شکل‌های الف-۱ و الف-۱-۴ دارد.

الف-۱-۱-۱ درپوش و بدنه مخزن، جهت اطمینان از سرعت انتقال حرارت مناسب باید از جنس فولاد زنگنزن ۱۸-۸^۱ [یا درجه‌های 321S20 یا 321S12 استاندارد فولاد زنگ نزن (BSI) (قسمت ۱)] ساخته شده باشند. جهت سهولت در تمیزکاری سطح داخلی مخزن باید دارای انتهای صاف باشد. بعنوان جایگزین، بدنه و درپوش می‌توانند از میله مسی جامد mm ۷۶/۲ (۳ in) ساخته و سپس کاملاً کروم‌اندود شده باشند.

الف-۱-۱-۲ ساقه مخزن، باید از جنس فولاد زنگنزن با قطر داخلی mm ۶/۴ (۰/۲۵ in) ساخته شده و مجهز به یک شیر سوزنی mm ۶/۴ (۰/۲۵ in) باشد.

الف-۱-۱-۳ بست حلقه‌ای، باید از جنس فولاد کروم‌اندود یا برنز-آلومینیوم کروم‌اندود مطابق با استاندارد BS 2032 ساخته شده باشد.

الف-۱-۱-۴ مخزن باید تحمل فشار کاری Kpa ۳۴۵۰ (۵۰۰ psi، ۳۴/۵ bar) را در دمای °C ۱۵۰ داشته باشد.

الف-۱-۱-۵ واشرهای اورینگ-سیلیکونی یا وایتون^۲-قطر داخلی mm ۵۰/۸ (۲ in) و قطر خارجی mm ۶۰/۳ (۲/۳۷۴ in)^۳. درپوش‌هایی که قطر محل فرورفتگی نصب آب‌بند در آنها بزرگتر است نیازمند واشرهایی با قطر داخلی mm ۵۴ (۲/۱۲۵ in) و قطر خارجی mm ۶۰/۳ (۲/۳۷۴ in)^۴ خواهد بود.

۱ - دارای % ۱۸ کروم و % ۸ نیکل

2- Viton

3- BS/USA size No. 329

4- BS/USA size No. 227

الف-۱-۲ ظرف نمونه شیشه‌ای

این ظرف به همراه کاتالیزور سیم پیچ مسی، همانطور که در شکل الف-۱-۵ نشان داده شده است گنجایش ۱۷۵ ml داشته و از شیشه بروسیلیکات ساخته شده است. ظرف نمونه شیشه‌ای باید بصورت کشویی در داخل مخزن قرار بگیرد و فضای جانبی آزاد (لقی) بیش از حدی نداشته باشد. حداکثر ضخامت دیواره ظرف به تنها باید ۰,۵ mm باشد و وزن آن بیش از ۱۰۰ g نباشد.

الف-۱-۲ روی ظرف نمونه، باید بوسیله یک دیسک PTFE به قطر ۵۷,۲ mm (۲,۲۵ in) پوشانده شود. دیسک دارای چهار سوراخ با قطر ۳,۲ mm (۰,۱۲۵ in) است که بطور یکنواخت در فاصله شعاعی ۹,۵ mm (۰,۳۷۵ in) از مرکز دیسک قرار گرفته‌اند. ضخامت دیسک باید ۱,۶ mm (۰,۰۶۳ in) باشد. یک فنر نگهدارنده از جنس فولاد زنگ‌نزن باید به صورتی که در شکل الف-۱-۶ نشان داده شده است جهت اطمینان از چرخش ظرف نمونه استفاده شود. نحوه چیدمان اجزا در شکل الف-۱-۷ به نمایش درآمده است.

الف-۱-۳ وسایل ثبات**الف-۱-۳-۱ سنجه ثبات**

همانطور که در شکل الف-۱-۸ مشخص شده است، ثبات سنجه فشار دارای گستره ۰ تا ۱۴۰۰ kPa (۰ تا ۲۰۰ psi یا ۰ تا ۱۴ bar) بوده و در قسمتهای ۲۵ kPa (۰,۲۵ bar)، ۵ psi (۰,۰۶۳ bar) مدرج می‌باشد. صحت سنجه باید ۰,۵٪ فاصله مقیاس کلی سنجه یا کمتر باشد. سنجه‌های ثبات باقیتی طوری نصب شده باشند که صفحه آنها عمود بر محور چرخش باشد.

الف-۱-۳-۲ سیستم اندازه‌گیری فشار

این سیستم متشکل از مبدل‌های الکترونیکی فشار، منبع نیرو، تجهیزات نصب و کابل‌های رابط است. اتصالات مبدل چرخنده می‌توانند بطور مستقیم روی ساقه مخزن در محل ثباتهای فشار مکانیکی استاندارد نصب شوند. مبدل فشار باید دارای محدوده ۰ تا ۱۴۰۰ kPa (۰ تا ۱۴ bar) یا ۰ تا ۲۰۰ psi باشد و صحت آن باقیتی در محدوده وسیعی از دمای جبران شده^۱ قابل اطمینان باشد. علامت خروجی مبدل می‌تواند به یک داده نگار، ثبات مبتنی بر ریزپردازنده و یا یک کامپیووتر جهت اکتساب داده‌ها هدایت شود. بسته اکتساب داده‌ها باید توانایی ضبط داده‌های فشار و زمان را داشته باشد. صحت کلی سیستم داده‌ها باقیتی در محدوده ۰,۵٪ مقیاس کلی باشد.

الف-۱-۳-۳ کالیبراسیون سیستم اندازه‌گیری فشار

سیستم اندازه‌گیری فشار شامل مبدل‌های الکترونیکی فشار، منبع نیرو، تجهیزات نصب و کابل‌های رابط باید تقریباً پس از هر ۱۰۰ آزمون یا هر سه ماه (هر کدام که زودتر فرا برسد) تصدیق^۱ شوند، فرایند تصدیق بر اساس یک سنجه‌فشار گواهی شده انجام می‌شود. این سنجه بایستی تا 2.5 ± 0.1 psi مقياس صحیح باشد. کالیبراسیون در فشار 90 ± 10 psi انجام می‌شود. تنظیم سنجه مطابق با دستورالعمل سازنده انجام می‌شود. سنجه فشار گواهی شده، می‌بایست بصورت سالیانه تجدید گواهی شود.

الف-۱-۴ حمام اکسیداسیون

حمام مجهز به یک همزن مؤثر و وسیله‌ای مناسب جهت نگه داشتن مخزن بصورت محوری در زاویه 30° و سرعت چرخش 5 ± 100 r/min در حالی که حداقل به میزان $25 \text{ mm} (1 \text{ in})$ زیر سطح مایع در حمام روغن غوطه‌ور شده است.

الف-۱-۴-۱ حمامی با حداقل $9 \text{ in} (230 \text{ mm})$ عمق، که با $1 \text{ gal} (8 \text{ l})$ از روغن سنگین با ظرفیت گرمایی مناسب پر شده است. جهت محصور کردن بخارات روغن تولید شده ممکن است ضروری باشد که از روغن سیلیکون در حمام روغن واقع در زیر هود استفاده شود.

الف-۱-۴-۲ تنظیم حرارتی را طوری انجام دهید که تغییرات دمای حمام در محدوده 0.1°C از دمای آزمون حفظ شود. حرارت کافی برای رساندن سریع دمای حمام به دمای عملیاتی ظرف مدت ۱۵ دقیقه پس از جایگذاری مخازن باید در دسترس باشد.

الف-۱-۵ کالیبراسیون دما

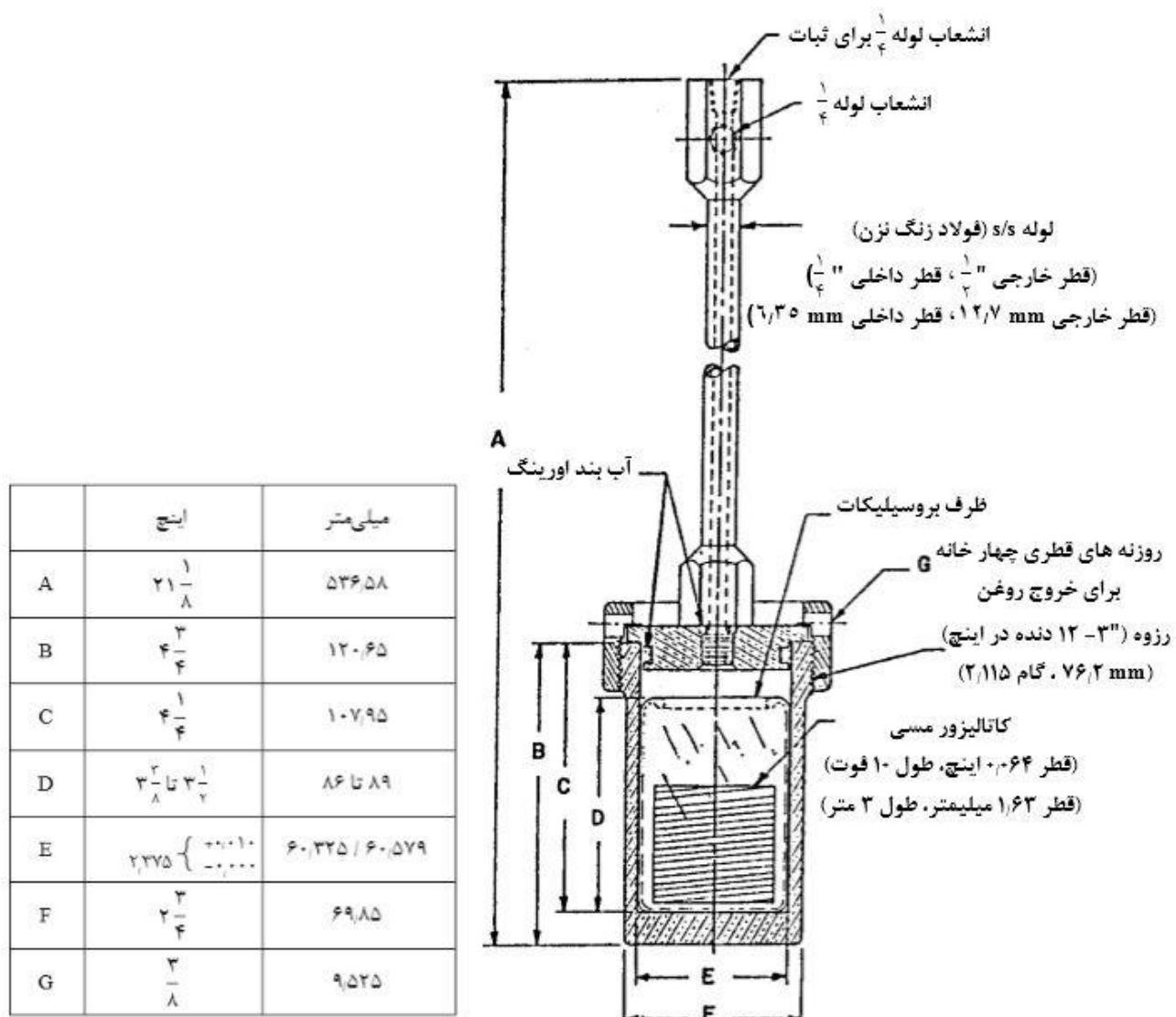
دمای حمام می‌بایست بر مبنای زمانبندی شش ماهه کالیبره شود. جهت کالیبراسیون حمام مایع در روش الف از یک دماسنجدیجیتال گواهی شده استفاده کنید و از دستورالعمل سازنده جهت تنظیم آفست^۲ کنترل کننده پیروی نمایید. دماسنجدیجیتال می‌بایست تا 1.0°C صحیح باشد. جهت کالیبراسیون حمام خشک در روش ب، از یک دماسنجدیجیتال گواهی شده استفاده کنید و جهت تنظیم آفست کنترل کننده مطابق دستورالعمل سازنده از پوشش ویژه جلوی دستگاه و یک نمونه آب در اتاق استفاده کنید. برای اطلاعات بیشتر با سازنده تماس بگیرید. دماسنجدیجیتال باید در محدوده 0.1°C صحیح عمل کند.

1- verified
2- offset

الف-۱-۶ دماسنجد

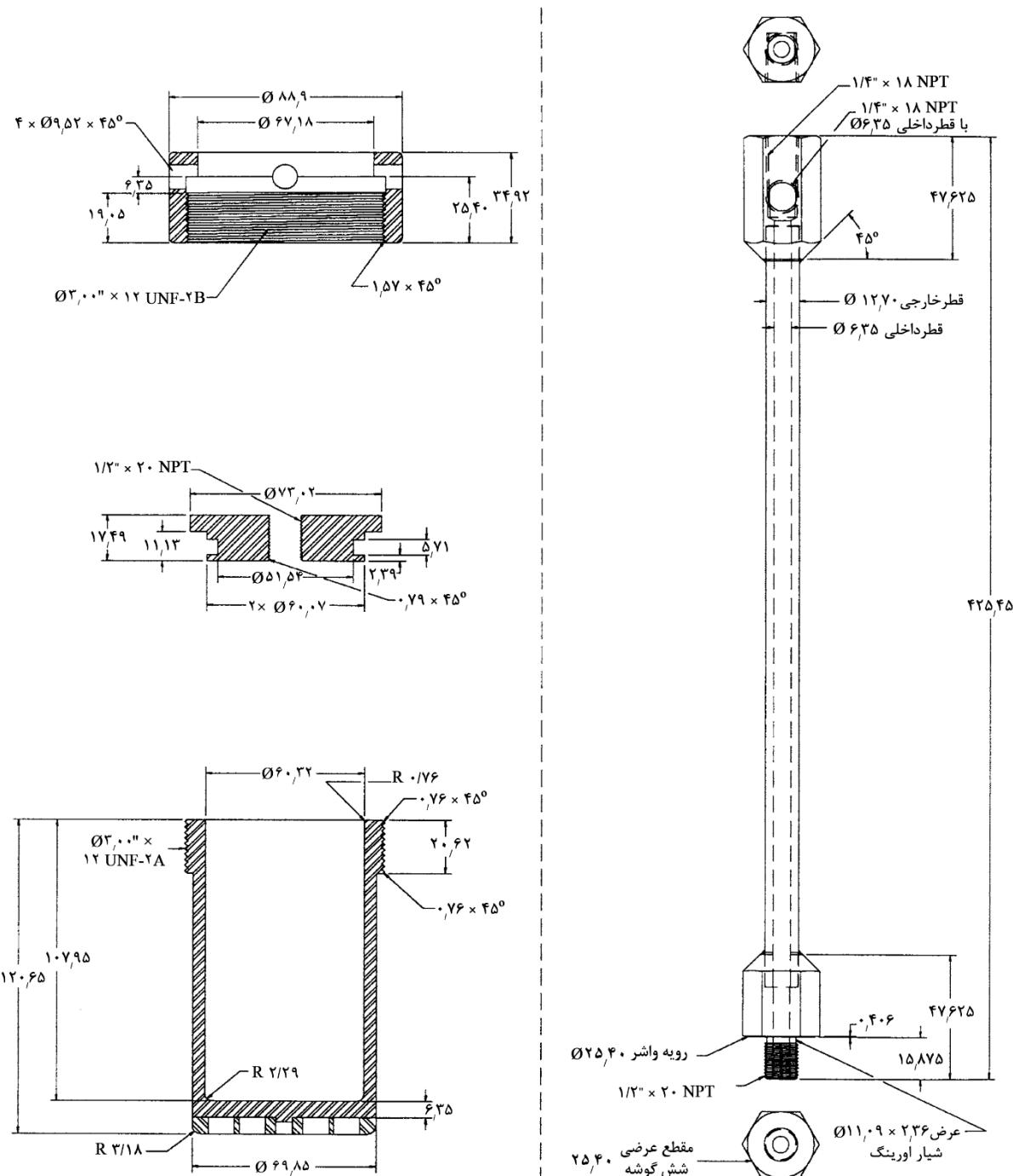
دماسنجد آزمون^۱ مطابق استاندارد IP 37C با گستره اندازه‌گیری 144°C تا 156°C که در فواصل 0.2°C مدرج شده است و یا هر وسیله اندازه‌گیری دمای دیگری که صحت 0.1°C داشته باشد.

الف-۱-۷ سنجه، برای تنظیم فشار مخزن تا 620 kPa (90 psi) (0.2 مدرج



شكل الف-۱-۱- مخزن اکسیداسیون

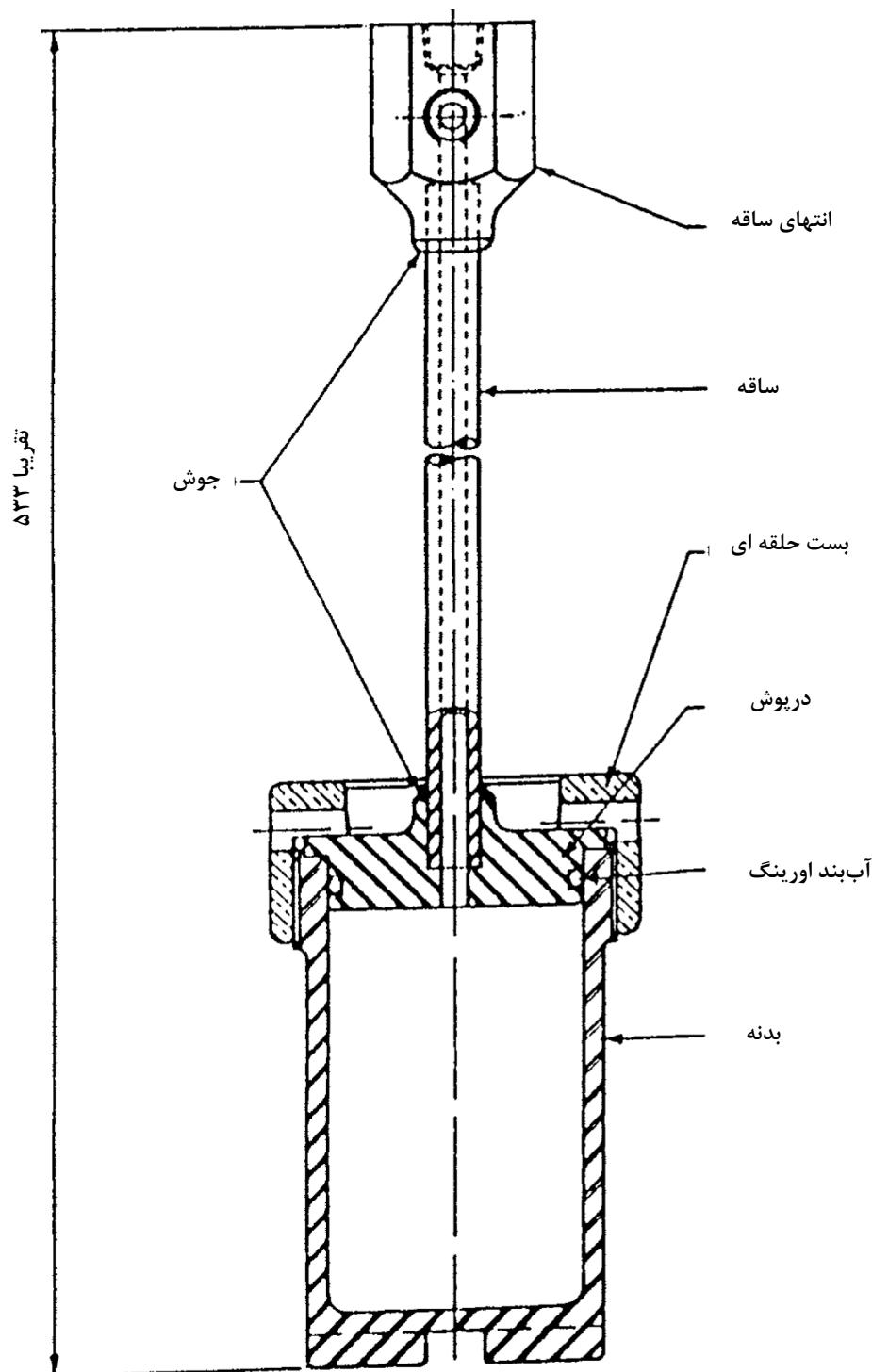
ابعاد بر حسب میلی متر (جز در مواردی که در شکل واحد دیگری بیان شده باشد).



یادآوری - \emptyset بیانگ قطر است.

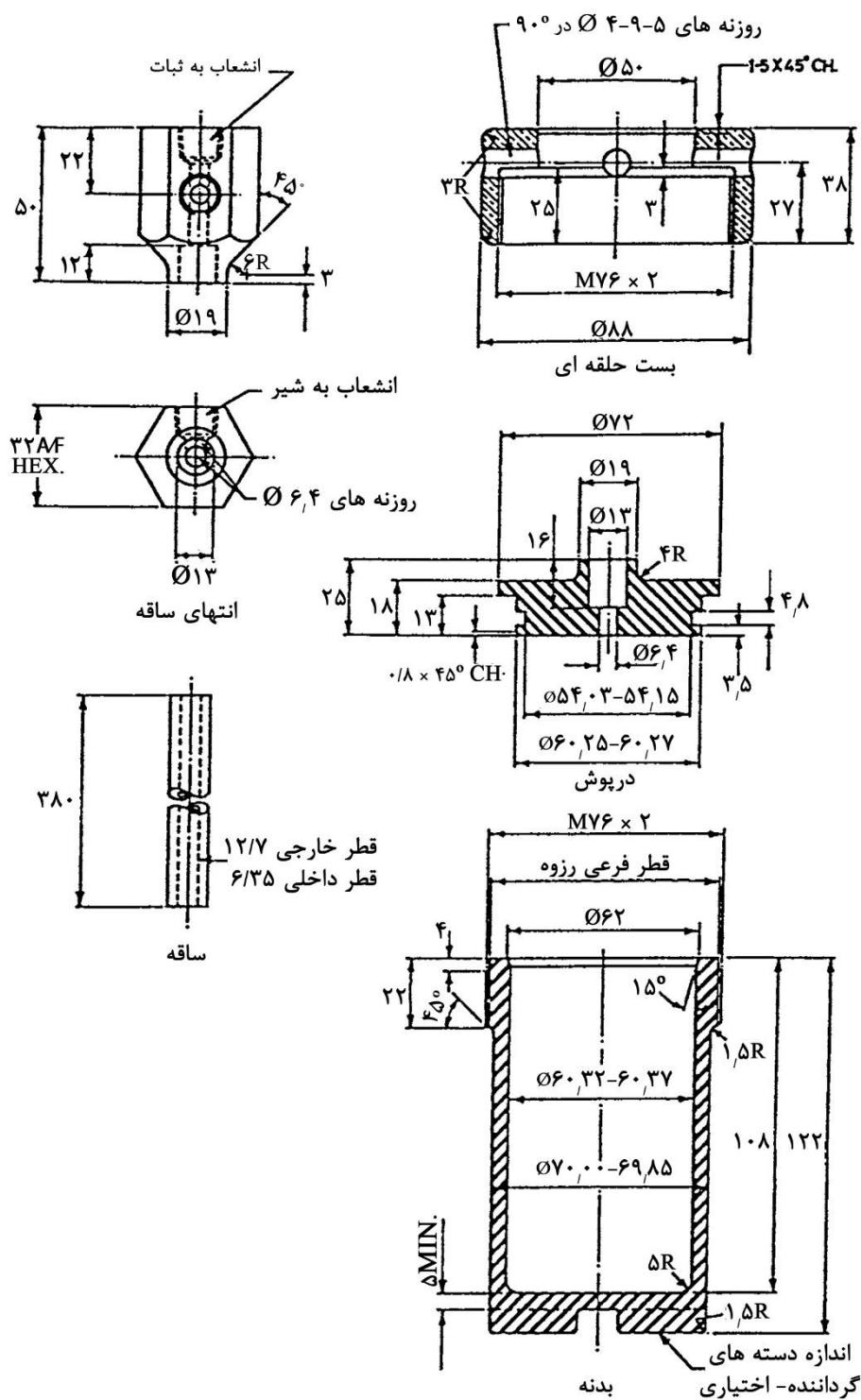
شكل الف-۱-۲- ساختار مخزن اکسیداسیون

بعاد بر حسب میلی متر



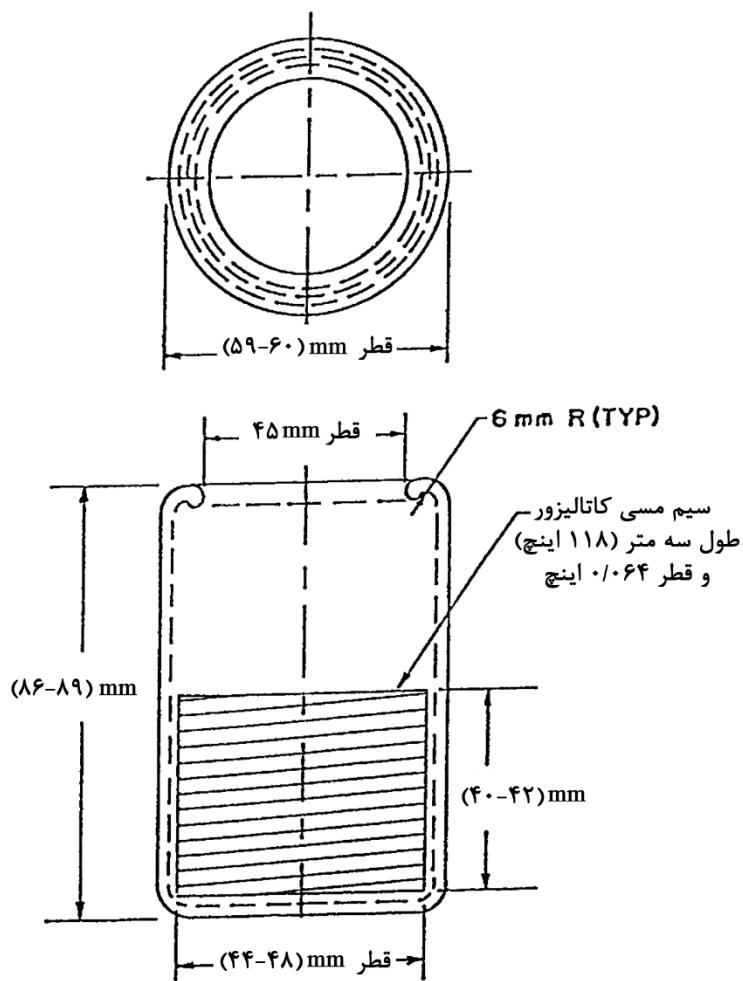
شكل الف-۱-۳ - مخزن اکسیداسیون

ابعاد بر حسب میلی متر



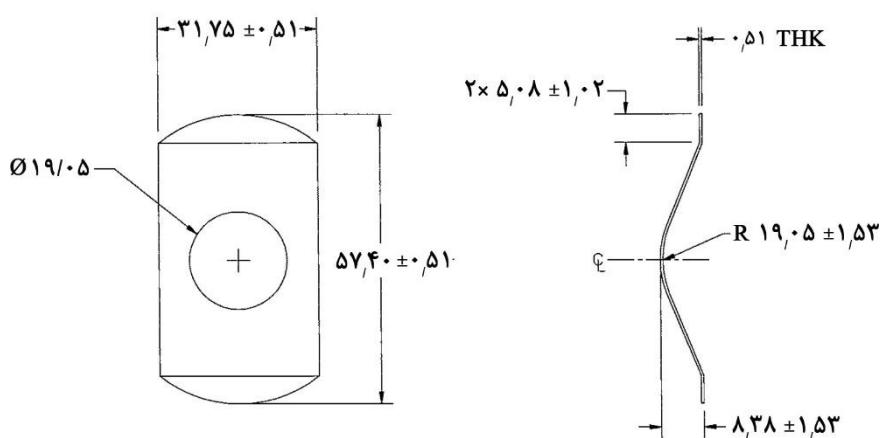
یادآوری ۱- اورینگ اندازه ۲۲۷ مطابق استاندارد BS/USA
 یادآوری ۲- رواداری ها: برای ابعاد تمام اعداد 25 ± 0.01 و برای اعداد اعشاری 1.0 ± 0.01 (جز در مواردی که در شکل مشخص شده اند).

شکل الف-۱-۴- جزئیات مخزن اکسیداسیون

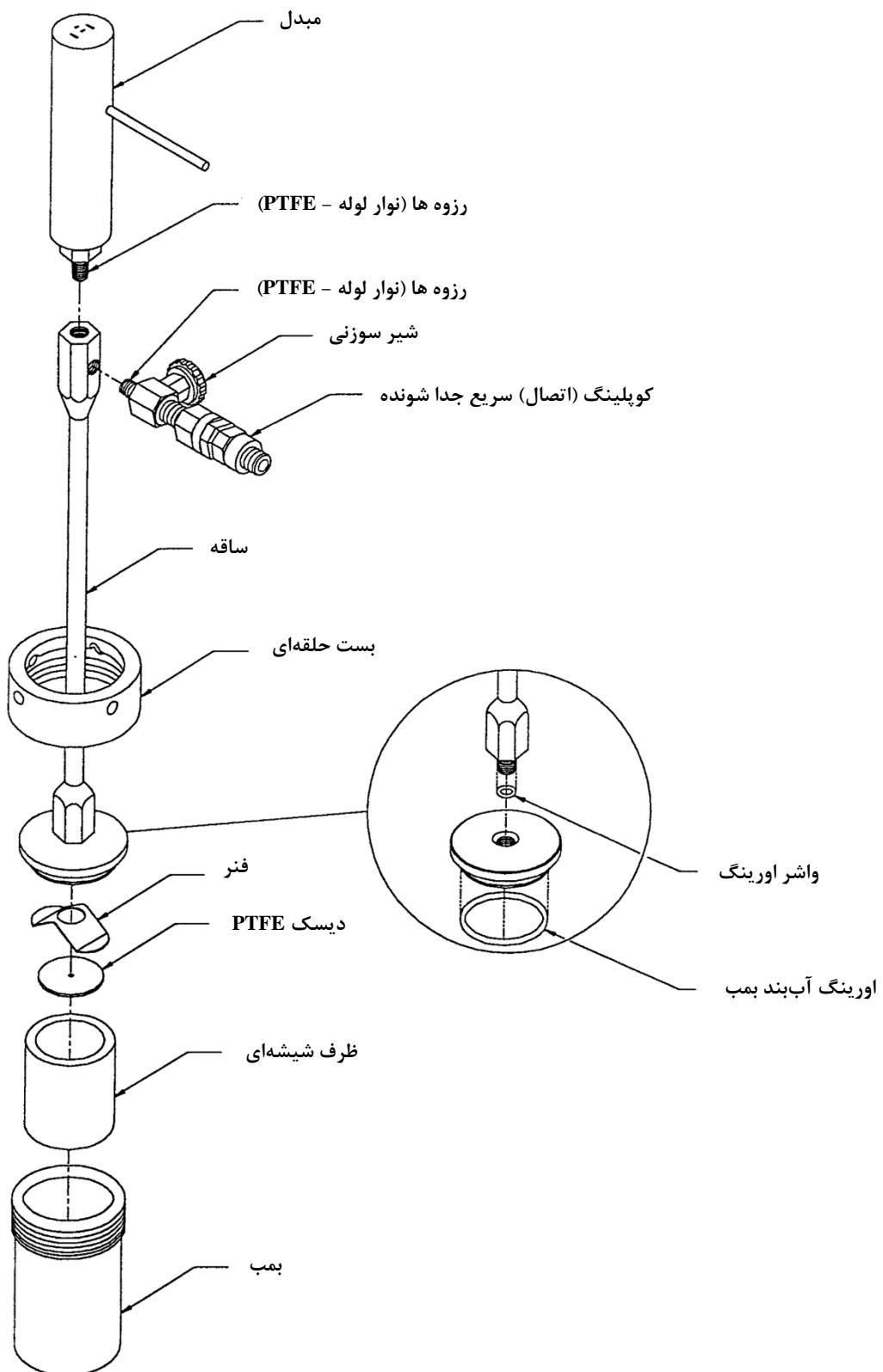


شکل الف-۱-۵- ظرف نمونه شیشه‌ای بروسیلیکات

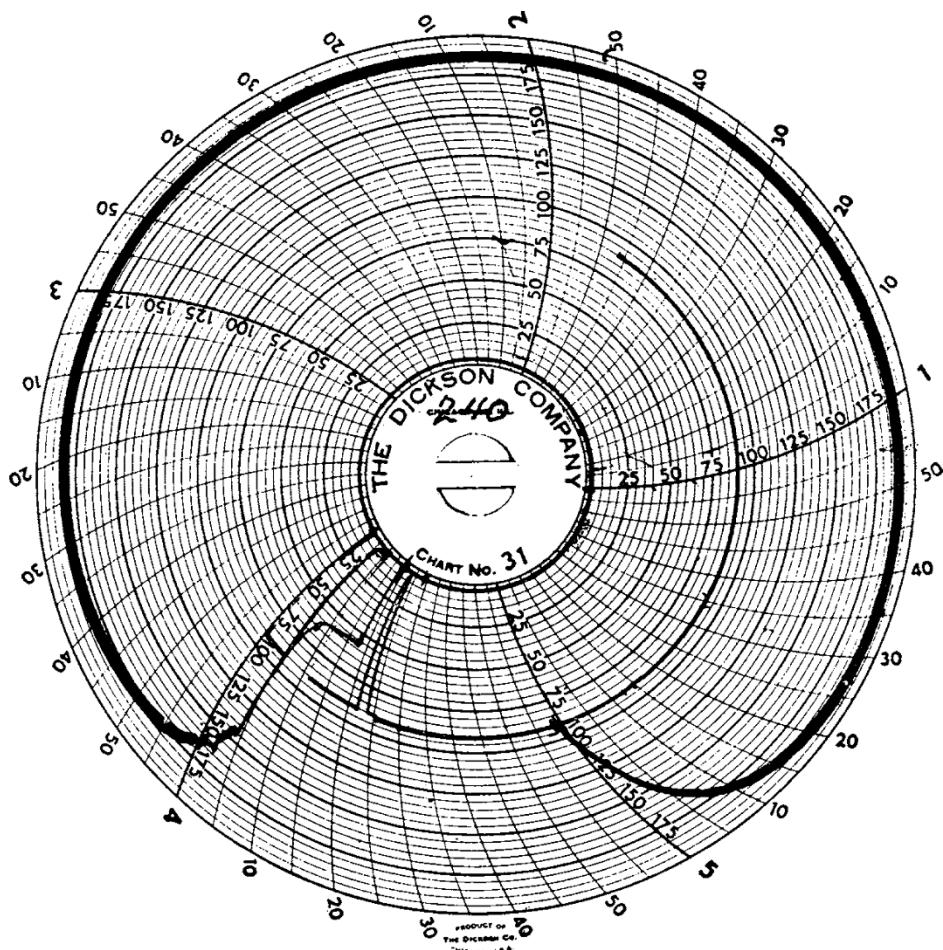
ابعاد بر حسب میلی‌متر (جز در شکل واحد دیگری بیان شده باشد). رواداری ± 0.13



شکل الف-۱-۶- فنر نگه دارنده



شكل الف-۱-۷ - نحوه سوار کردن مخزن اکسیداسیون



شکل الف-۱-۸- نگاره ثبت سنجه فشار (اندازه واقعی $4,5 \text{ in}$)

الف-۲ وسایل آزمون اکسیداسیون با مخزن فشار گردان - حمام بلوک فلزی

الف-۲-۱ ورودی اتاقک فشار

یک دهانه به قطر $63,5 \text{ mm}$ ($2,5 \text{ اینچ}$) از جنس فولاد زنگنزن در جلوی دستگاه و زیر درپوش اتاقک (شکل الف-۲ و شکل الف-۲-۲ را ببینید)، امکان دسترسی به بخش داخلی اتاقک فشار را فراهم می‌کند. این بخش جایی است که بشر شیشه‌ای نمونه که بوسیله فنجان مغناطیسی نگهداری می‌شود (شکل الف-۲-۳) در حین عملیات آزمون قرار می‌گیرد.

الف-۲-۲ درپوش اتاقک فشار

این درپوش پوششی برای اتاقک فشار است که حین عملیات، آزمون را آبندی می‌کند. همانطور در شکل الف-۲-۴ به نمایش در آمده یک اورینگ در سطح زیرین درپوش قرار گرفته است تا آبندی خوب اتاقک را حفظ کند.

الف-۳-۲ مهره‌های آجدار درپوش

سه مهره جهت اتصال درپوش به اتاقک فشار استفاده می‌شوند تا اتاقک را حین انجام آزمون آب‌بندی کنند.
این مهره‌ها آجدار بوده و با دست سفت می‌شوند.

الف-۴-۲ فنجان مغناطیسی

فنجان مغناطیسی که در شکل‌های الف-۳-۲ و الف-۴-۵ به نمایش درآمده است بشر شیشه‌ای نمونه را در حین عملیات نگه می‌دارد. این فنجان مغناطیسی بوسیله یک موتور مغناطیسی که درست در مجاورت کف اتاقک فشار درون جعبه‌ای قرار گرفته است بحرکت در می‌آید. در سطح زیرین فنجان یک پاشنه گردن^۱ (نوک چرخشی^۲) طراحی شده است تا اصطکاک فنجان در کف اتاقک را کاهش دهد. جهت تعویض قطعات به دستور العمل کاربر مراجعه نمایید.

الف-۵-۲ بشر شیشه‌ای نمونه

بشر شیشه‌ای در شکل‌های الف-۳-۲ و الف-۴-۶ به نمایش درآمده است. این بشر محل نگهداری نمونه آزمون، کاتالیزور سیم‌پیچ مس و ۵ ml آب مقطر در جریان آزمون است.

الف-۶-۲ پوشش در بشر

مطابق شکل الف-۳-۲ بشر شیشه‌ای نمونه حین آزمون پوشانده می‌شود.

الف-۷-۲ کاتالیزور سیم‌پیچ مس

کاتالیزور جهت تقویت اکسیداسیون نمونه بکار می‌رود.

الف-۸-۲ گیره فنری^۳ (بست فرنی)

گیره فنری که در شکل الف-۳-۲ به نمایش درآمده به منظور بستن محکم و مطمئن بشر شیشه‌ای نمونه در داخل فنجان مغناطیسی بکار می‌رود تا سرعت چرخش مناسب را در جریان آزمون تضمین نماید.

الف-۹-۲ انبرهای خارج کردن بشر و فنجان

انبرهای خاصی که امکان جایگذاری و خروج بشر شیشه‌ای نمونه و فنجان مغناطیسی پیش و پس از تکمیل

1- pivot point

2- peek screw

3- Spring Clip

آزمون را فراهم می‌آورند.

الف-۲-۱۰ ابزار خروج درپوش

ابزار خروج درپوش جهت گرفتن و خارج نمودن درپوش داغ اتاقک فشار استفاده می‌شود. این ابزار به درگاه^۱ جلوی درپوش اتاقک که در شکل الف-۲-۱ نشان داده شده است پیچ می‌شود.

الف-۲-۱۱ شیر پرکن اکسیژن (O₂)

یک شیر پرکن اهرمی^۲ (شکل الف-۲-۱) جهت ورود اکسیژن تحت فشار به اتاقک فشار استفاده می‌شود.

الف-۲-۱۲ شیر تخلیه اکسیژن (O₂)

یک شیر سوزنی جهت تخلیه هوای اتاقک فشار پس از آنکه اتاقک با اکسیژن تحت فشار مهر و موم شد و همچنین جهت تنظیم سطح فشار مطلوب برای آزمون استفاده می‌شود (شکل الف-۲-۱).

الف-۲-۱۳ نوار ضدسایش

پهنهای ۲۵/۴ mm (یک اینچ) از یک لوله پلاستیکی جمع شونده حرارتی^۳ خاص را در اطراف محیط دایره‌ای فنجان مغناطیسی قرار داده و آن را منقبض می‌کنند تا کاملاً به فنجان بچسبد. این کار به منظور کاهش اصطکاک و حذف سایش بین فنجان مغناطیسی و جدار داخلی اتاقک فشار حین انجام آزمون طراحی شده است. جهت تعویض این نوار به دستورالعمل کاربر مراجعه کنید.

الف-۲-۱۴ سیم تنظیم‌کننده درپوش

یک سیم فلزی محکم در امتداد حفره دسترنسی درگاه آزمون در درپوش (شکل الف-۲-۱) و درگاه آزمون کالیبراسیون که در دیواره اتاقک فشار تعییه شده است قرار گرفته است. این سیم درپوش را در موقعیت مناسب قرار می‌دهد و درگاه کالیبراسیون را از خرددهای آشغال تمیز نگاه می‌دارد.

الف-۲-۱۵ پوشش پلی‌تری‌فلورواتیلنی (PTFE) درپوش

این پوشش روی درپوش اتاقک قرار می‌گیرد و از اتلاف گرما از درپوش حین آزمون جلوگیری می‌کند. بعلاوه این پوشش کاربر را در مقابل سطح داغ درپوش اتاقک محافظت می‌نماید. استفاده از این پوشش روی درپوش حین عملیات جهت رسیدن به نتایج مطلوب لازم است.

1- Port

2- Toggle

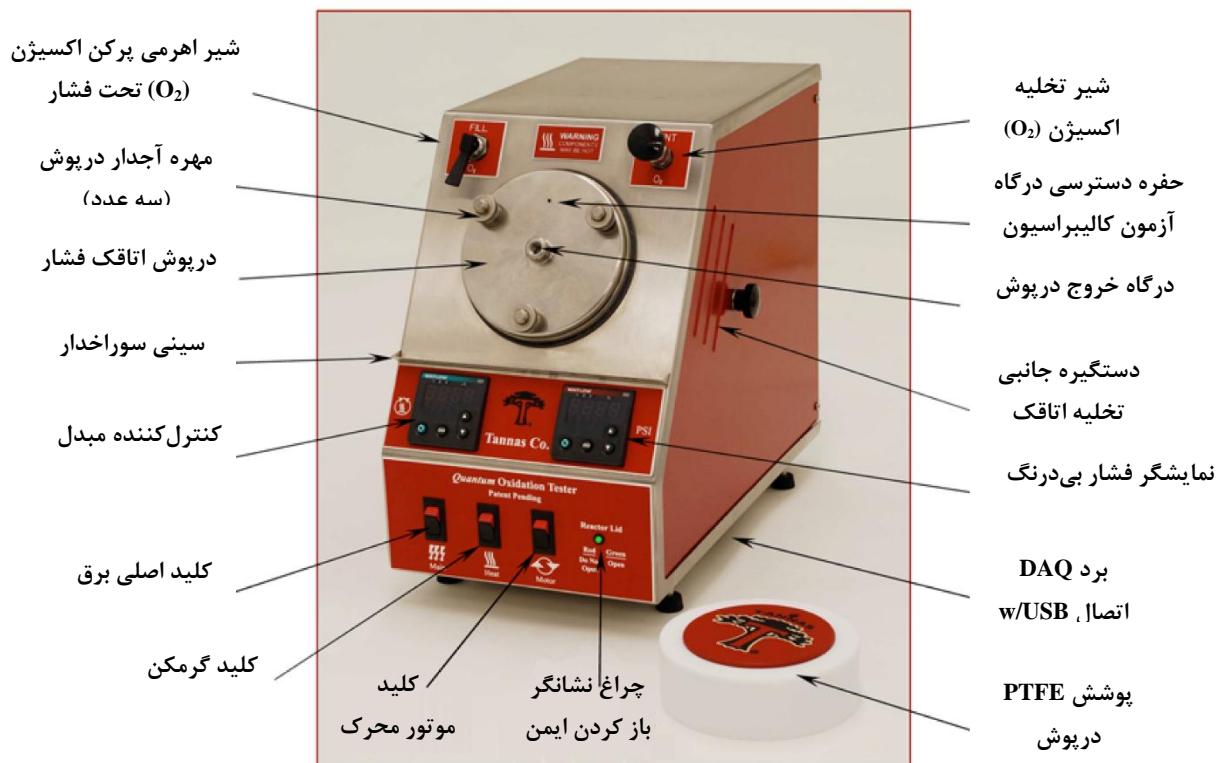
3- Heat-shrink plastic

الف-۲-۱۶ کالیبراسیون سیستم اندازه‌گیری فشار

سیستم اندازه‌گیری فشار شامل مبدل‌های الکترونیکی فشار، منبع نیرو، تجهیزات نصب و کابل‌های رابط باید تقریباً پس از هر ۱۰۰ آزمون یا هر سه ماه (هر کدام که زودتر فرا برسد) تصدیق شوند، فرایند تصدیق بر طبق یک سنجه فشار گواهی شده انجام می‌شود. این سنجه بایستی تا 2.5 ± 0.1 psi می‌باشد. کالیبراسیون در فشار 90 ± 10 psi انجام می‌شود. تنظیم سنجه مطابق با دستورالعمل سازنده انجام می‌شود. سنجه فشار گواهی شده، می‌بایست بصورت سالیانه تجدید گواهی شود.

الف-۲-۱۷ کالیبراسیون دما

دماهی حمام می‌بایست بر مبنای زمانبندی شش ماهه کالیبره شود. جهت کالیبراسیون حمام مایع در روش الف از یک دماسنجدیجیتال گواهی شده استفاده کنید و از دستورالعمل سازنده جهت تنظیم آفست کنترل کننده پیروی نمایید. دماسنجدیجیتال می‌بایست تا 1°C صریح باشد. جهت کالیبراسیون حمام خشک در روش ب، از یک دماسنجدیجیتال گواهی شده استفاده کنید و از دستورالعمل سازنده جهت تنظیم آفست کنترل کننده با استفاده از پوشش جلوی دستگاه و یک نمونه آب در اتاق حمام پیروی نمایید. برای اطلاعات بیشتر با سازنده تماس بگیرید. دماسنجدیجیتال باید در محدوده $1^{\circ}\text{C} \pm 0.1$ صریح عمل کند. دستگاه گرماسنجدیجیتال گواهی شده باید بصورت سالیانه تجدید گواهی شود.



شکل الف-۲-۱- نمای جلوی دستگاه بلوک خشک



شکل الف-۲-۲- نمای پشت دستگاه بلوک خشک

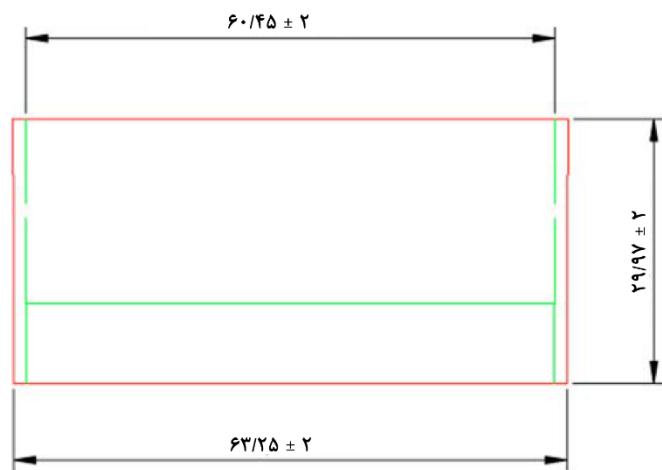


شکل الف-۲-۳- اجزای فنجان مغناطیسی



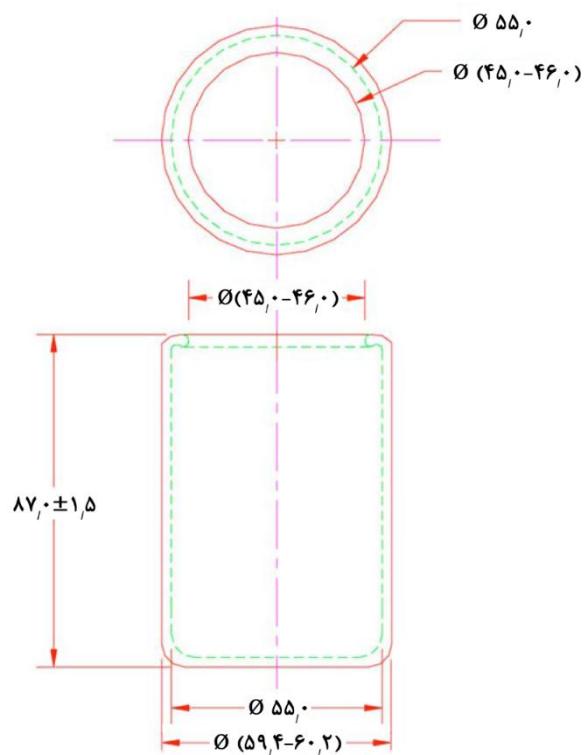
شکل الف-۲-۴- درپوش اتاقک فشار

بعاد بر حسب میلیمتر



شکل الف-۲-۵- نقشه فنجان مغناطیسی

بعاد بر حسب میلی متر



شکل الف-۲-۶- نقشه بشر شیشه‌ای نمونه

پیوست ب

(آگاهی دهنده)

آماده‌سازی مقدماتی نمونه برای تعیین درصد بازداری آزمون اکسیداسیون مخزن گردان تحت فشار (RPVOT)

ب-۱ مقدمه

این فرایند آماده‌سازی مقدماتی، اصلاح روش آزمون *ASTM D943* است.

ب-۲ دامنه کاربرد

این روش اختیاری جهت تعیین درصد RPVOT باقی‌مانده پس از آماده‌سازی مقدماتی نمونه با دمیدن نیتروژن، نسبت به اندازه‌گیری RPVOT نمونه روغن توربین تازه بکار می‌رود.

ب-۳ خلاصه روش

نمونه روغن به مدت ۴۸ h در حضور نیتروژن در دمای ۱۲۱ °C قرار می‌گیرد. در انتهای آزمون، نمونه روغن برای تعیین RPVOT خارج می‌گردد.

ب-۴ وسایل

وسایل روش آزمون مرجع زیربند ۲-۴ را ببینید.

یادآوری- نتایج قابل قبولی نیز با استفاده از یک لوله آزمایش جایگزین در یک گزارش پژوهشی^۱ مستند شده است، شرح وسایل: لوله آزمایش شیشه‌ای به ارتفاع ۳۰.۵ mm (۱۲ in) و قطر داخلی ۳۵ mm (۱۳.۷۵)، لوله عبور گاز متخلخل با تخلخل درشت، یک درپوش آزاد جهت آماده‌سازی مقدماتی ۱۲۰ g نمونه روغن به مدت ۴۸ h با جریانی از ازت به سرعت ۵۰ cm³/min در دمای ۱۲۱ °C یک حمام روغن.

ب-۵ مواد و/یا واکنشگرها

ب-۵-۱ تمام مواد شیمیایی دارای خلوص معرف هستند بجز در مواردی که نوع دیگری معین شده باشد.

ب-۵-۲ در مورد واکنشگرها و مواد رجوع شود به روش آزمون زیربند ۲-۴ مراجعه کنید، تغییرات و افزایش‌های زیر را در نظر داشته باشید:

ب-۵-۳ منبع نیتروژن- نیتروژن بدون آب و عاری از روغن، باید در فشار ثابت به هرجریان سنج وارد شود.

ب-۶ روش

ب-۶-۱ مطابق روش آزمون ذکر شده در زیربند ۴-۲ عمل نمایید، اصلاحات زیر را در روش اعمال کنید.

ب-۶-۱-۱ دمای حمام را در ${}^{\circ}\text{C}$ (121 ± 1) تنظیم کنید.

ب-۶-۱-۲ لوله اکسیداسیون خالی را با g (125 ± 5) روغن آزمون پر کنید.

ب-۶-۱-۳ از کاتالیزور فلزی استفاده نکنید.

ب-۶-۱-۴ از چگالنده^۱ استفاده نکنید بجای آن از یک درپوش چوب‌پنبه‌ای شیاردار (یادآوری ب-۱-۲) که یک لوله شیشه‌ای با قطر داخلی mm $(4-5)$ جهت عبور نیتروژن از میان آن عبور داده شده استفاده کنید. طول لوله عبور نیتروژن باید طوری باشد که یک انتهای آن به فاصله mm ۶ انتهای لوله برسد. و انتهای دیگر mm $(80-60)$ از درپوش چوب‌پنبه‌ای بیرون زده باشد.

یادآوری- برای هر دور عملیات از یک چوب پنبه جدید استفاده کنید.

ب-۶-۱-۵ از نیتروژن بجای هوا در سرعت جريان l/h (50 ± 3) استفاده کنید.

ب-۶-۱-۶ آزمون را در مدت زمان h (5 ± 0.5) تمام کنید.

ب-۷ نمونه‌برداری

ب-۷-۱ به محض تکمیل زمان آزمون آماده‌سازی مقدماتی، لوله عبور نیتروژن را خارج کنید.

ب-۷-۲ به روغن داخل لوله اکسیداسیون اجازه دهید تا حدود ${}^{\circ}\text{C}$ 50 خنک شود. نمونه روغن را به داخل یک بطری بریزید، درپوش یا پوشش بطری را قرار دهید و بگذارید قبل از انتقال نمونه برای آزمون حداقل بمدت h 6 باقی بماند.

ب-۷-۳ درست قبل از نمونه‌برداری نمونه روغن را کاملاً تکان دهید.

ب-۷-۴ حداقل g 50 از روغن را برای تعیین RPVOT با استفاده از روش آزمون پیش رو خارج کنید.

ب-۸ محاسبات

مقدار درصد RPVOT روغن تازه را به صورت زیر محاسبه کنید:

$$\text{RPVOT \% of new oil value} = 100 \left(\frac{\text{RPVOT}_f}{\text{RPVOT}_i} \right) \quad (\text{ب-1})$$

که در آن:

RPVOT_i = نتیجه RPVOT اولیه برای نمونه بدون آماده‌سازی مقدماتی، بر حسب دقیقه.

RPVOT_f = نتیجه RPVOT نهایی برای نمونه با آماده‌سازی مقدماتی، بر حسب دقیقه.

ب- ۹ گزارش

درصد RPVOT نمونه روغن تازه (کار نکرده و بدون آماده‌سازی مقدماتی) را مطابق معادله ب-۱-۱ گزارش کنید.

ب- ۱۰ دقت

دقت واقعی اندازه‌گیری RPVOT با آماده‌سازی مقدماتی بدتر از روش متداول بدون آماده‌سازی مقدماتی نیست.