



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran  
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۱۵۶۵

چاپ اول

۱۳۹۵

INSO

21565

1st.Edition

2017

روغن‌های روان‌کننده - تعیین چند عنصری  
روغن‌های روان‌کننده کار کرده و کار نکرده و  
روغن‌های پایه به وسیله طیف‌سنجی نشر  
اتمی پلاسمای جفت شده القایی

**Lubricating oils - Multielement  
determination of used and unused  
lubricating oils and base oils by inductively  
coupled plasma atomic emission  
spectrometry (ICP-AES)**

ICS: 71.040.50

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج- ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: [standard@isiri.org.ir](mailto: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](mailto: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 پیشنهادهای 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 ذی‌صلاح نیز 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)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (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 استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل 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 یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

- 
- 1- International Organization for Standardization
  - 2- International Electrotechnical Commission
  - 3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)
  - 4- Contact point
  - 5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«روغن‌های روان‌کننده – تعیین چند عنصری روغن‌های روان‌کننده کار کرده و کار نکرده و روغن‌های پایه به وسیله طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسما جفت شده القایی»

رئیس:

عدل‌نسب، لاله

(دکتری شیمی تجزیه)

سمت و/یا محل اشتغال:

پژوهشگاه استاندارد

دبیر:

افتخاری دافچاهی، سمیه

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسمعیلی طارمسری، معصومه

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

بیگلری، حسن

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

پژوهشگاه استاندارد

حسینی، مجتبی

(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

شرکت بندر آبادان ده هزار

ردائی، احسان

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد استان همدان

رضوی، سید محمد رامین

(کارشناسی ارشد MBA)

شرکت پخش فرآورده‌های نفتی

شیخ‌علیزاده، کاملیا

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

پالایشگاه نفت پارس

شرکت پالایش الموت آبادان

صیافی، سید محمد

(کارشناسی شیمی)

اداره کل استاندارد استان همدان

طاهری نیا، یونس

(کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)

شرکت پتروپالایش کاسیان

قصابانی، مژگان

(کارشناسی شیمی)

دانشگاه بوعلی سینا همدان

هاشمی، مهدی

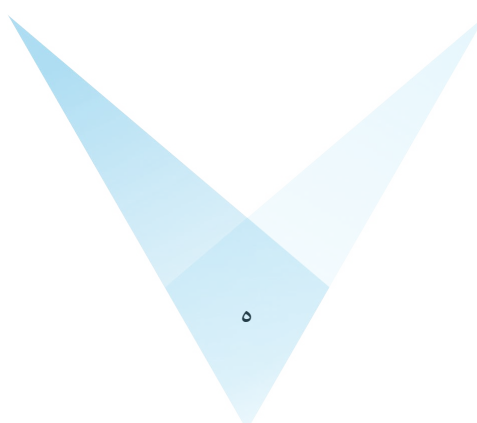
(دکتری شیمی تجزیه)

### ویراستار:

اداره کل استاندارد استان همدان

ردائی، احسان

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)



فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
ح	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۵	۲ مراجع الزامی
۷	۳ اصطلاحات و تعاریف
۹	۴ اصول آزمون
۹	۵ تداخلات
۱۱	۶ وسایل
۱۲	۷ مواد و/یا واکنشگرها
۱۳	۸ نمونه‌برداری
۱۳	۹ آماده‌سازی دستگاه‌ها
۱۴	۱۰ کالیبراسیون
۱۵	۱۱ استانداردسازی داخلی
۱۵	۱۲ جابه‌جایی نمونه
۱۵	۱۳ آماده‌سازی آزمون‌ها و استانداردها
۱۶	۱۴ روش اجرای آزمون و محاسبات
۱۷	۱۵ گزارش آزمون
۱۷	۱۶ دقت و اریبی
۱۸	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) راهنمای کاربر

## پیش‌گفتار

استاندارد «روغن‌های روان‌کننده - تعیین چند عنصری روغن‌های روان‌کننده کار کرده و کار نکرده و روغن‌های پایه به وسیله طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسما جفت شده القایی» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط تهیه و تدوین شده است، در نودمین اجلاس کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۵/۱۱/۱۶ 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 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 D5185: 2013, Standard Test Method for Multielement Determination of Used and Unused Lubricating Oils and Base Oils by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES)

## مقدمه

هزینه‌های مرتبط با نگهداری با توجه به فرسایش موتور و ماشین می‌تواند قابل توجه باشند. بنابراین روش‌های تشخیصی برای تعیین شرایط موتور دارای اهمیت مهم می‌باشد. به منظور پایش تجهیزات، در این استاندارد روش آزمونی جهت تعیین کمی غلظت فلزها در روغن‌های روان‌کننده کارکرده ارائه شده است. در این استاندارد، تعیین سریع ۲۲ عنصر در روغن‌های روان‌کننده کارکرده و کارنکرده و روغن‌های پایه و پایش سریع روغن‌های کارکرده برای تعیین فرسایش ارائه شده است. زمان تقریبی برای هر آزمون چند دقیقه بوده و برای اغلب عناصر در گستره کمتر از میلی‌گرم بر کیلوگرم قابل تعیین می‌باشد. همچنین این روش آزمون، گستره‌ای از فلزات را در روغن‌های پایه مجدد تصفیه شده پوشش می‌دهد. ۲۲ عنصر را می‌توان به صورت سریع با زمان آزمون تقریبی چند دقیقه در مورد هر آزمون تعیین کرد.

هنگامی که منبع غالب عناصر افزودنی در روغن‌های روان‌کننده کارکرده، مخلوط<sup>۱</sup> مواد افزودنی باشد اختلاف قابل توجهی بین غلظت‌های عناصر افزودنی و مشخصات مربوط به آن‌ها وجود خواهد داشت که نشان می‌دهد روغن مناسبی استفاده نشده است. در صورتی که داده‌های غلظت خط مبنا برای مقایسه وجود داشته باشد، غلظت مواد فرسایش‌یافته نشان‌دهنده فرسایش غیرعادی می‌باشد. افزایش محسوس در میزان عناصر بور، سدیم یا پتاسیم نشان‌دهنده آلودگی در نتیجه نشت مایع خنک‌کننده در تجهیزات است. این استاندارد را می‌توان برای پایش شرایط تجهیزات و هنگامی که عملکرد صحیحی موردنیاز باشد، استفاده نمود. غلظت‌های فلزات در روغن‌های پایه مجدد تصفیه شده نشان‌دهنده بازده فرایند تصفیه مجدد می‌باشد. در صورتی که با توجه به مقدار فلزات، روغن پایه مطابق با ویژگی‌ها باشد، از این روش آزمون می‌توان برای تعیین استفاده نمود.



## روغن‌های روان‌کننده - تعیین چند عنصری روغن‌های روان‌کننده کار کرده و کار نکرده و روغن‌های پایه به وسیله طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی

هشدار- در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی درج نشده است. در صورت مواجهه با چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط بهداشت و ایمنی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، تعیین عناصر افزودنی، فلزات سازنده و آلودگی‌ها در روغن‌های روان‌کننده کارکرده، کارنکرده و روغن‌های پایه به روش طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی (ICP-AES)<sup>۱</sup> می‌باشد. این عناصر در جدول ۱ ارائه شده است.

۱-۲ در این استاندارد، عناصر انتخاب شده (مطابق با جدول ۱) در روغن‌های پایه خام و مجدد تصفیه شده تعیین می‌شود.

۱-۳ برای آنالیز هر عنصر در طول موج‌های کمتر از ۱۹۰ nm، مسیر نوری خلاء یا گاز بی‌اثر موردنیاز می‌باشد. تعیین سدیم و پتاسیم در برخی از دستگاه‌ها با دارا بودن گستره طیفی محدود شده امکان‌پذیر نمی‌باشد.

۱-۴ این استاندارد برای فلزات قابل حل در روغن برای کالیبراسیون استفاده شده است و جهت تعیین کمی ذرات نامحلول به کار نمی‌رود. نتایج تجزیه‌ای، به اندازه ذرات وابسته می‌باشند و برای ذرات بزرگ‌تر از چند میکرومتر ممکن است نتایج کمتری به دست آید.

۱-۵ عناصر موجود در غلظت‌های بالاتر از حد بالایی منحنی‌های کالیبراسیون را می‌توان با رقیق‌سازی مناسب بیشتر و بدون کاهش دقت تعیین کرد.

۱-۶ برای عناصری به غیر از کلسیم، گوگرد و روی حدود پایین ارائه شده در جداول ۲ و ۳، ده برابر انحراف استاندارد تکرارپذیری تخمین زده شده است. برای کلسیم، گوگرد و روی حدود پایین، نشان‌دهنده کمترین غلظت‌های آزمون شده در مطالعات بین آزمایشگاهی است.

۱-۷ اهمیت آنالیز عناصر در روغن‌های روان‌کننده در جدول ۴ ارائه شده است.

---

1- Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

جدول ۱- عناصر مورد اندازه‌گیری و طول موج‌های پیشنهادی<sup>A</sup>

عناصر	طول موج، nm
آلومینیوم	۳۰۹٫۲۷، ۳۹۶٫۱۵، ۳۰۸٫۲۲
باریم	۴۹۳٫۴۱، ۴۵۵٫۴۰، ۲۳۳٫۵۳
بور	۲۴۹٫۷۷
کلسیم	۴۲۲٫۶۷، ۳۶۴٫۴۴، ۳۱۷٫۹۳، ۳۱۵٫۸۹
کروم	۲۶۷٫۷۲، ۲۰۵٫۵۵
مس	۳۲۴٫۷۵
آهن	۲۳۸٫۲۰، ۲۵۹٫۹۴
سرب	۲۲۰٫۳۵
منیزیم	۲۸۵٫۲۱، ۲۷۹٫۵۵، ۲۷۹٫۰۸
منگنز	۲۹۳٫۹۳، ۲۹۳٫۳۱، ۲۵۷٫۶۱
مولیبدن	۲۸۱٫۶۲، ۲۰۲٫۰۳
نیکل	۲۲۱٫۶۵، ۲۲۷٫۰۲، ۲۳۱٫۶۰
فسفر	۲۵۳٫۴۰، ۲۱۴٫۹۱، ۲۱۳٫۶۲، ۱۷۸٫۱۷۷، ۲۹٫۵۱
پتاسیم	۷۶۶٫۴۹
سدیم	۵۸۹٫۵۹
سیلیسیم	۲۵۱٫۶۱، ۲۸۸٫۱۶
نقره	۳۲۸٫۰۷
گوگرد	۱۸۲٫۶۲، ۱۸۲٫۰۴، ۱۸۰٫۷۳
قلع	۲۴۲٫۹۵، ۱۸۹٫۹۹
تیتانیوم	۳۳۴٫۹۴، ۳۵۰٫۵۰، ۳۳۷٫۲۸
وانادیم	۳۱۱٫۰۷، ۳۱۰٫۲۳، ۳۰۹٫۳۱، ۲۹۲٫۴۰
روی	۴۸۱٫۰۵، ۳۳۴٫۵۸، ۲۱۳٫۸۶، ۲۰۶٫۲۰، ۲۰۲٫۵۵

<sup>A</sup> طول موج‌ها فقط به صورت پیشنهادی می‌باشد و بیان‌کننده همه انتخاب‌های ممکن نمی‌باشد.

جدول ۲- تکرارپذیری

تکرارپذیری <sup>A</sup> μg/g	گستره mg/kg	عنصر
$0.71 \times 10^{-41}$	۴۰ - ۶	آلومینیوم
$0.24 \times 10^{-66}$	۴ - ۰.۵	باریم
$0.26 \times$	۳۰ - ۴	بور
$0.0020 \times 10^{-4}$	۹۰۰۰ - ۴۰	کلسیم
$0.17 \times 10^{-75}$	۴۰ - ۱	کروم
$0.12 \times 10^{-91}$	۱۶۰ - ۲	مس
$0.13 \times 10^{-80}$	۱۴۰ - ۲	آهن
$1.6 \times 10^{-32}$	۱۶۰ - ۱۰	سرب
$0.16 \times 10^{-86}$	۱۷۰۰ - ۵	منیزیم
$0.10 \times 10^{-3}$	۷۰۰ - ۵	منگنز
$0.29 \times 10^{-70}$	۲۰۰ - ۵	مولیبدن
$0.52 \times 10^{-49}$	۴۰ - ۵	نیکل
$1.3 \times 10^{-58}$	۱۰۰۰ - ۱۰	فسفر
$3.8 \times 10^{-33}$	۱۲۰۰ - ۴۰	پتاسیم
$1.3 \times 10^{-26}$	۵۰ - ۸	سیلیسیم
$0.15 \times 10^{-83}$	۵۰ - ۰.۵	نقره
$0.49 \times 10^{-66}$	۷۰ - ۷	سدیم
$0.49 \times 10^{-81}$	۶۰۰۰ - ۹۰۰	گوگرد
$2.4 \times 10^{-17}$	۴۰ - ۱۰	قلع
$0.54 \times 10^{-37}$	۴۰ - ۵	تیتانیم
$0.061 \times$	۵۰ - ۱	وانادیم
$0.15 \times 10^{-88}$	۱۶۰۰ - ۶۰	روی

<sup>A</sup> x میانگین غلظت، بر حسب μg/g می باشد.

جدول ۳- تجدیدپذیری

تجدیدپذیری <sup>A</sup> μg/g	گستره mg/kg	عنصر
$۳,۸ \times 10^{۲۶}$	۴۰ - ۶	آلومینیوم
$۰,۵۹ \times 10^{۹۲}$	۴ - ۰,۵	باریم
$۱۳ \times 10^۱$	۳۰ - ۴	بور
$۰,۱۵ \times 10^۱۳$	۹۰۰۰ - ۴۰	کلسیم
$۰,۸۱ \times 10^۶۱$	۴۰ - ۱	کروم
$۰,۲۴ \times$	۱۶۰ - ۲	مس
$۰,۵۲ \times 10^۸۰$	۱۴۰ - ۲	آهن
$۳,۰ \times 10^{۳۶}$	۱۶۰ - ۱۰	سرب
$۰,۷۲ \times 10^{۷۷}$	۱۷۰۰ - ۵	منیزیم
$۰,۱۳ \times 10^۱۲$	۷۰۰ - ۵	منگنز
$۰,۶۴ \times 10^{۷۱}$	۲۰۰ - ۵	مولیبدن
$۱,۵ \times 10^۵۰$	۴۰ - ۵	نیکل
$۴,۳ \times 10^۵۰$	۱۰۰۰ - ۱۰	فسفر
$۶,۶ \times 10^{۲۹}$	۱۲۰۰ - ۴۰	پتاسیم
$۲,۹ \times 10^{۳۹}$	۵۰ - ۸	سیلیسیم
$۰,۳۵ \times$	۵۰ - ۰,۵	نقره
$۱,۱ \times 10^{۷۱}$	۷۰ - ۷	سدیم
$۱,۲ \times 10^{۷۵}$	۶۰۰۰ - ۹۰۰	گوگرد
$۲,۱ \times 10^{۶۲}$	۴۰ - ۱۰	قلع
$۲,۵ \times 10^{۴۷}$	۴۰ - ۵	تیتانیم
$۰,۲۸ \times 10^۱$	۵۰ - ۱	وانادیم
$۰,۰۸۳ \times 10^۱$	۱۶۰۰ - ۶۰	روی

<sup>A</sup> X میانگین غلظت، بر حسب μg/g می باشد.

## جدول ۴- فلزات فرسایش یافته در روغن‌های روان کننده کارکرده

عناصر	نشانه فرسایش
آلومینیوم	فرسایش پیستون و یاتاقان‌ها، میل سوپاپ، خنک کننده هوا، شلنگ‌های پمپ، پمپ‌های روغن، چرخ دنده، جعبه دنده
آنتیموان	یاتاقان‌های میل لنگ و میل بادامک
بور	نشت مایع خنک کننده در سیستم
کادمیوم	یاتاقان‌ها
کروم	فرسایش رینگ، نشت سیستم خنک کننده، قطعات کروم اندود در موتور هواپیما، بوش‌های سیلندر، رینگ‌های آب‌بندی
مس	فرسایش در بوش‌ها، حفاظ‌های انژکتور، لوله‌های هسته مایع خنک کننده، واشرهای جلوبرنده، هدایت کننده سوپاپ، شاتون، رینگ‌های پیستون، یاتاقان‌ها، حفاظ‌ها، حلقه نگه‌دارنده یاتاقان
آهن	فرسایش حاصل از مجموعه موتور، سیلندر، چرخ دنده‌ها، بوش‌های سیلندر، هدایت کننده سوپاپ، گژنپین، رینگ‌ها، میل بادامک، پمپ روغن، میل لنگ، یاتاقان‌های محوری و چرخشی، زنگ‌زدگی
سرب	یاتاقان‌ها، خروج سوخت، یاتاقان‌های محوری، محفظه یاتاقان، ضامن‌های یاتاقان
منیزیم	بوش سیلندر، جعبه دنده در موتور هواپیما
مولیبدن	فرسایش در آلیاژهای یاتاقان و در خنک کننده‌های روغن، اجزای مختلف آلیاژ مولیبدن در موتور هواپیما، رینگ پیستون
نیکل	یاتاقان‌ها، سوپاپ‌ها، چرخ دنده‌های آبکاری شده
سیلیسیم	نفوذ ناخالصی از پاک کننده هوای نامناسب، مواد آب‌بندی
نقره	یاطاقان‌های گژنپین در موتورهای راه آهن و خودرو، محور آبکاری شده با نقره روان کننده پمپ
سدیم	نشت ضد یخ
قلع	یاتاقان‌ها و پوشش شاتون و پیستون‌های آهنی
تیتانیوم	اجزای مختلف آلیاژ تیتانیوم در موتور هواپیما
تنگستن	یاتاقان‌ها
روی	واشرهای نئوپرن، لوله کشی گالوانیزه

## ۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی 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 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 کاربرد این استاندارد الزامی است:

**2-1** ASTM C1109, Practice for Analysis of Aqueous Leachates from Nuclear Waste Materials Using Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectroscopy

**2-2** ASTM D1552, Test Method for Sulfur in Petroleum Products (High-Temperature Method)

**یادآوری** - استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۹۳۸: سال ۱۳۹۴، فراورده‌های نفتی - تعیین گوگرد به روش احتراق در دمای بالا و آشکارسازی با اشعه مادون قرمز - روش آزمون، با استفاده از استاندارد ASTM D1552:2015 تدوین شده است.

**2-3** ASTM D4057, Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products

**یادآوری** - استاندارد ملی ایران شماره ۴۱۸۹: سال ۱۳۸۸، روش‌های نمونه‌برداری دستی از مواد و فرآورده‌های نفتی، با استفاده از استاندارد ASTM D4057:1988 تدوین شده است.

**2-4** ASTM D4307, Practice for Preparation of Liquid Blends for Use as Analytical Standards

**یادآوری** - استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۴۵۱: سال ۱۳۹۳، آماده‌سازی مخلوط‌های مایع برای استفاده به عنوان استانداردهای تجزیه‌ای - آیین کار، با استفاده از استاندارد ASTM D4307:2010 تدوین شده است.

**2-5** ASTM D4591, Test Method for Determination of Additive Elements in Lubricating Oils by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

**یادآوری** - استاندارد ملی ایران شماره ۹۳۷۷: سال ۱۳۹۳، روغن‌های روان‌کننده - اندازه‌گیری عناصر مواد افزودنی در روغن‌های روان‌کننده به وسیله دستگاه طیف‌سنج نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی، با استفاده از استاندارد ASTM D4591:2014 تدوین شده است.

**2-6** ASTM D4628, Test Method for Analysis of Barium, Calcium, Magnesium, and Zinc in Unused Lubricating Oils by Atomic Absorption Spectrometry

**یادآوری** - استاندارد ملی ایران شماره ۳۲۸۱: سال ۱۳۹۳، روغن‌های روان‌کننده - اندازه‌گیری باریم، کلسیم، منیزیم و روی در روغن‌های روان‌کننده کار نکرده به روش طیف‌سنجی جذب، با استفاده از استاندارد ASTM D4628:2011 تدوین شده است.

**2-7** ASTM D4927, Test Methods for Elemental Analysis of Lubricant and Additive Components—Barium, Calcium, Phosphorus, Sulfur, and Zinc by Wavelength-Dispersive X-Ray Fluorescence Spectroscopy

**یادآوری** - استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۰۳۲: سال ۱۳۹۲، روان‌کننده‌ها- آنالیز عنصری اجزاء روان‌کننده‌ها و افزودنی‌ها- اندازه‌گیری باریم، کلسیم، فسفر، گوگرد و روی به روش طیف‌سنجی فلورسانس اشعه X با پاشندگی طول موج، با استفاده از استاندارد ASTM D4927:2010 تدوین شده است.

**2-8** ASTM D7260, Practice for Optimization, Calibration, and Validation of Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES) for Elemental Analysis of Petroleum Products and Lubricants

**یادآوری** - استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۷۶۰: سال ۱۳۹۲، فراورده‌های نفتی و روان‌کننده‌ها- بهینه‌سازی، کالیبراسیون و معتبرسازی روش طیف‌سنجی نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی جهت تجزیه عنصری - آیین کار، با استفاده از استاندارد ASTM D7260:2012 تدوین شده است.

2-9 ASTM E135, Terminology Relating to Analytical Chemistry for Metals, Ores, and Related Materials

۳ اصطلاحات و تعاریف

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

۱-۳

طیف سنجی نشری

**emission spectroscopy**

به استاندارد ASTM E135 مراجعه شود.

۲-۳

عناصر افزودنی

**additive element**

متشکل از یک ترکیب شیمیایی که عملکرد روغن‌های روان‌کننده را افزایش می‌دهد.

۳-۳

گونه مورد آزمون

**analyte**

عنصری که غلظت آن تعیین می‌شود.

۴-۳

مه‌پاش نوع بابینگتون

**Babington-type nebulizer**

وسیله‌ای که در آن آئروسول با عبور مایع بر روی سطح دارای دهانه‌ای که در آن گاز با سرعت بالا جریان می‌یابد، ایجاد می‌شود.

۵-۳

کالیبراسیون

**calibration**

فرایندی که در آن نسبت بین شدت سیگنال و غلظت عنصری برای آنالیز یک عنصر مشخص، تعیین می‌شود.

۶-۳

### منحنی کالیبراسیون

#### calibration curve

با استفاده از داده‌های به دست آمده با انجام اندازه‌گیری بر روی استانداردها، شدت سیگنال در مقابل غلظت عنصری، رسم می‌شود.

۷-۳

### آلودگی

#### contaminant

یک ماده خارجی که به طور معمول نامطلوب بوده و به درون روغن‌های روان‌کننده وارد می‌شود.

۸-۳

### حد تشخیص

#### detection limit

غلظتی از گونه مورد آزمون که شدت سیگنال آن چندین برابر (به طور معمول، ۲ برابر) انحراف استاندارد شدت زمینه در طول موج اندازه‌گیری می‌باشد.

۹-۳

### پلاسمای جفت شده القایی

#### inductively-coupled plasma (ICP)

تخلیه الکتریکی در دمای بالا که در اثر عبور یک گاز قابل یونش از داخل یک میدان مغناطیسی القاء شده به وسیله سیم‌پیچ پیچیده شده حول لوله حامل ایجاد می‌شود.

۱۰-۳

### گستره پاسخ خطی

#### linear response range

گستره غلظت عنصری در دقت این روش آزمون که در آن منحنی کالیبراسیون یک خط مستقیم است.

۱۱-۳

### پروفایل

#### profiling

روشی است که در آن طول موجی تعیین می‌شود که شدت سیگنال اندازه‌گیری شده برای گونه مورد آزمون خاص، بیشینه است.



۱۲-۳

### فرکانس رادیویی

#### radio frequency (RF)

محدوده فرکانسی بین محدوده‌های صوتی و مادون قرمز (۳ kHz تا ۳۰۰ GHz).

۱۳-۳

### فلز فرسایش یافته

#### wear metal

عنصری است که با فرسایش قسمت‌های در تماس با روغن به داخل روغن وارد می‌شود.

## ۴ اصول آزمون

۱-۴ بخش توزین شده از روغن‌های روان‌کننده کارکرده یا کارنکرده یا روغن پایه همگن شده تا ۱۰ برابر وزنی با مخلوط زایلین یا دیگر حلال مناسب رقیق می‌شود. استانداردها نیز به همان صورت آماده می‌شوند. جهت جبران تغییرات در بازده ورود آزمون، استاندارد داخلی به محلول‌ها اضافه می‌شود. محلول‌ها به وسیله یک پمپ پریستالتیک یا بدون مکش به دستگاه ICP وارد می‌شوند. با مقایسه شدت‌های نشر اندازه‌گیری شده با استانداردها، غلظت عناصر در آزمون محاسبه می‌شود.

۲-۴ پارامترهای عملکردی استاندارد و دیگر موارد با استفاده از تکنیک‌های ICP-AES ارائه شده در استاندارد ASTM D7260 بررسی می‌شود.

## ۵ تداخلات

۱-۵ تداخلات طیفی، همه تداخلات طیفی مورد انتظار از عناصر مذکور در جدول ۱ را بررسی کنید. از دستورالعمل سازنده به منظور به دست آوردن و اعمال ضرایب تصحیح برای جبران اثر تداخلات پیروی کنید. برای اعمال تصحیح تداخلات، همه غلظت‌ها باید در گستره پاسخ خطی ایجاد شده هر یک از عناصر مذکور در جدول ۱ باشند.

هشدار- پروفایل صحیح برای نشان دادن تداخلات طیفی ناشی از غلظت‌های بالای عناصر افزودنی بر روی خطوط طیفی مورد استفاده برای تعیین فلزات ساینده مهم می‌باشد.

۱-۱-۵ به طور معمول با انتخاب هوشمندانه طول موج‌های تجزیه‌ای می‌توان از تداخلات طیفی اجتناب نمود. هنگامی که تداخلات طیفی قابل اجتناب نباشند، توصیه می‌شود با استفاده از نرم‌افزارهای رایانه‌ای عرضه شده توسط تولیدکننده دستگاه یا از روش‌های تجربی شرح داده شده در زیر تصحیحات لازم را انجام دهید. جزئیات روش‌های تجربی در استاندارد ASTM C1109 ارائه شده است. هنگامی که تعیین خطوط

تجزیه‌ای و تداخلات به طور تکرارپذیر و دقیق ممکن نباشد، روش تصحیح تجربی را نمی‌توان با سامانه‌های طیف‌سنج پایشی استفاده کرد. با هر دستگاه، کاربر باید از امکان وجود عناصر غیرقابل انتظار که تولید خطوط طیفی تداخلی را می‌نماید آگاه باشد.

۲-۱-۵ در روش تجربی تصحیح تداخلات طیفی از ضرایب تصحیح تداخلات استفاده می‌شود. این ضرایب با آنالیز تک عنصری محلول‌های با خلوص بالا تحت شرایط مشابه استفاده شده برای آزمون تعیین می‌شوند. با اینکه شرایط پلازما می‌تواند به طور صحیح به صورت روزانه یا برای یک دوره تکرار شود، ضرایب تصحیح تداخلات اثر مشخصی بر نتایج به دست آمده از هر آزمون آنالیز شده خواهد گذاشت که در نتیجه باید مجدد تعیین شود.

۳-۱-۵ ضرایب تصحیح تداخلات،  $K_{ia}$ ، به شرح زیر برای گونه مورد آزمون  $a$  تعریف می‌شوند:

$$Ca = Ia / Ha \quad (1)$$

که در آن:

$Ca$  غلظت گونه مورد آزمون  $a$ ؛

$Ia$  شدت خالص خط (زمینه تصحیح شده) گونه مورد آزمون  $a$ ؛

$Ha$  حساسیت.

۱-۳-۱-۵ به طور مشابه برای تداخل  $i$  در همان طول موج:

$$Ci = Ii / Hi \quad (2)$$

که در آن:

$Ii$  سهم ناشی از پیک خط تداخل با شدت پیک گونه مورد آزمون  $a$ .

۲-۳-۱-۵ ضرایب تصحیح،  $k_{ia}$  با استفاده از معادله ۳ محاسبه می‌شود.

$$Kia = Hi / Ha = Ii / (Ci \times Ha) \quad (3)$$

۳-۳-۱-۵ آنالیز محلول‌های ذخیره با خلوص بالا با دستگاه‌های کالیبره شده  $Ii/Ha$  را می‌دهد، آنالیز محلول حاوی تداخل‌کننده با غلظت  $Ci$ ، منجر به خطای غلظت می‌شود. از تقسیم  $Ii/Ha$  بر  $Ci$ ، ضرایب تصحیح بدون بعد  $Kia$  حاصل می‌شود. برای اعمال این ضرایب تصحیح از معادلات ۴، ۵، ۶ و ۷ برای بیشتر از یک تداخل‌کننده از معادله ۸ استفاده می‌شود.

$$Ca \text{ ظاهری} = (Ia + Ii) / Ha \quad (4)$$

$$Ca \text{ ظاهری} = Ca + Ii / Ha \quad (5)$$

$$Ca = Ca \text{ ظاهری} - Ii / Ha \quad (6)$$

$$Ca = Ca_{\text{ظاهری}} - K_{ia} \times C_i \quad (7)$$

و؛

$$Ca = Ca_{\text{ظاهری}} - K_{1a} \times C_1 - K_{2a} \times C_2 - \dots \quad (8)$$

۴-۱-۵ در صورتی که تصحیح زمینه پیک برای عنصر  $i$  به کار نرفته باشد، ضرایب تصحیح تداخلات می‌توانند منفی باشند. هنگامی که یک خط تداخل‌کننده در طول موج تصحیح زمینه به غیر از طول موج پیک ایجاد شوند، منجر به ایجاد فاکتور تصحیح  $K_{ia}$  منفی می‌شود.

۲-۵ اثرات گرانی، تفاوت در گرانی محلول‌های آزمون و محلول‌های استاندارد می‌تواند منجر به تفاوت در سرعت کشیده شدن شود. این تفاوت‌ها می‌توانند اثر معکوسی بر روی درستی آنالیز داشته باشند. این اثرات را می‌توان با استفاده از پمپ پریستالتیک جهت تحویل محلول‌ها به مه‌پاش یا با استفاده از استاندارد داخلی، یا هر دو کاهش داد. هنگام مواجهه با اثرات گرانی شدید، آزمون و استاندارد را به جای ده برابر، ۲۰ برابر، با حفظ همان غلظت استاندارد داخلی رقیق کنید.

۳-۵ ذرات معلق، ذرات معلق می‌توانند سبب انسداد مه‌پاش شده از این رو تاثیر نامطلوبی بر صحت نتایج می‌گذارند. جهت به حداقل رساندن این اثر می‌توان از مه‌پاش باینگتون استفاده کرد. همچنین سامانه ورود آزمون، انتقال ذرات را محدود کرده و پلاسما، اتمی کردن ذرات را به صورت ناقص انجام داده و در نتیجه آن نتایجی کمتر از مقدار موردنظر به دست خواهد آمد.

## ۶ وسایل

۱-۶ ترازوی تجزیه‌ای، با قابلیت توزین  $0.001$  g یا  $0.0001$  g با ظرفیت کافی برای توزین محلول‌های آماده شده.

۲-۶ طیف‌سنج نشر اتمی پلاسمای جفت شده القایی، با پایش ترتیبی یا همزمانی، مجهز به مشعل کوارتز ICP و مولد RF جهت تشکیل پلاسمای پایدار مناسب. طول موج‌های پیشنهادی برای تعیین عناصر در روغن کارکرده در جدول ۱ ارائه شده است. برای آنالیز گوگرد، طیف‌سنج باید دارای قابلیت عملکرد در طول موج کمتر از  $180$  nm باشد.

۳-۶ مه‌پاش، مه‌پاش high-solids نوع باینگتون به طور اکید توصیه می‌شود. این نوع مه‌پاش، امکان گرفتگی و مسدود شدن را کاهش می‌دهد و اثرات آئروسول را به حداقل می‌رساند.

۴-۶ پمپ پریستالتیک، پمپ پریستالتیک به طور اکید برای برقراری یک جریان ثابت از محلول پیشنهاد می‌شود. سرعت پمپ کردن باید در گستره  $0.5$  ml/min تا  $3$  ml/min باشد. لوله‌های پمپ باید حداقل  $6$

ساعت در معرض حلال رقیق کننده، مقاوم باشند. لوله‌های ویتون<sup>۱</sup> برای حلال‌های هیدروکربنی و لوله‌های پلی‌ونیل کلرید برای متیل ایزوبوتیل کتون استفاده می‌شوند.

۵-۶ توزیع کننده حلال (اختیاری)، توزیع کننده حلال کالیبره شده برای رساندن رقیق کننده به وزن مورد نیاز مفید خواهد بود.

۶-۶ ظرف محلول آزمون، با اندازه مناسب، شیشه‌ای یا ویال‌های پلاستیکی یا بطری‌های با درپوش پیچی.

۷-۶ همگن کننده فراصوتی (اختیاری)، همگن کننده فراصوتی از نوع حمام یا پروب را می‌توان جهت همگن کردن نمونه به کار برد.

۸-۶ همزن چرخشی (اختیاری)، از همزن چرخشی نمونه می‌توان به جای همگن کننده فراصوتی استفاده کرد.

## ۷ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۷ خلوص واکنشگرها، در طول تجزیه، فقط از واکنشگرهایی با خلوص تجزیه‌ای استفاده کنید، مگر اینکه نوع دیگری مشخص شده باشد. موادی با خلوص دیگر نیز ممکن است استفاده شوند، مشروط بر آنکه ابتدا معلوم شود که این مواد دارای خلوص کافی هستند تا کاربرد آن‌ها، بدون کاهش صحت اندازه‌گیری‌ها مجاز گردد.

۲-۷ روغن پایه، وایت اویل یا روغن پایه، روان کننده‌ای که عاری از هرگونه مورد آزمون بوده و در دمای اتاق تا حد امکان دارای گرانشی مشابه با نمونه‌های مورد آزمون باشد.

هشدار- در روغن‌های پایه روان کننده حاوی گوگرد جهت تعیین گوگرد، وایت اویل برای آماده‌سازی استانداردها توصیه می‌شود.

۳-۷ استاندارد داخلی، هنگام استفاده از استاندارد داخلی، کادمیم، کبالت، ایتیریم (یا دیگر عناصر مناسب) قابل حل در روغن مورد نیاز می‌باشد.

۴-۷ استانداردهای آلی - فلزی، استانداردهای چندعنصری شامل ۰٫۰۵۰۰ درصد جرمی از هر عنصر را می‌توان از غلظت‌های مجزا تهیه نمود. در استاندارد ASTM D4307 روش‌هایی برای آماده‌سازی مخلوط‌های مایع چندعنصری ارائه شده است. هنگام تهیه استانداردهای چندعنصری باید از اختلاط کافی اطمینان حاصل نمود. یک حمام فراصوت پیشنهاد می‌گردد. غلظت‌های استاندارد چندعنصری شامل ۰٫۰۵۰۰ درصد جرمی از هر عنصر رضایتبخش می‌باشد.

1- Viton tubing

هشدار- برخی استانداردهای آلی - فلزی به صورت تجاری در دسترس می‌باشند که از سولفونات‌های فلزی تهیه شده و بنابراین حاوی گوگرد می‌باشند. برای تعیین‌های گوگرد، یک استاندارد گوگرد جداگانه مورد نیاز می‌باشد.

۵-۷ استاندارد گوگرد، جهت استفاده از سولفونات‌های فلزی به عنوان استاندارد گوگرد، سولفونات را با روش ارائه شده در استاندارد ASTM D1552 آنالیز کنید. به صورت جایگزین، می‌توان استاندارد گوگرد را با رقیق‌سازی NIST SRM 1622 در وایت اوپل تهیه کرد.

۶-۷ حلال رقیق‌سازی، یک حلال عاری از گونه‌های موردآزمون و با قابلیت انحلال کامل همه استانداردها و نمونه‌ها می‌باشد. از مخلوط زایلنها، نفت سفید<sup>۱</sup>، تولوئن و اورتو زایلن به طور موفقیت‌آمیزی به عنوان حلال‌های رقیق‌سازی در مطالعات بین آزمایشگاهی استفاده شده است.

## ۸ نمونه‌برداری

هدف از نمونه‌برداری به دست آوردن آزمونه‌ای است که بیانگر نمونه واقعی برای آنالیز باشد، بنابراین نمونه‌برداری را مطابق با دستورالعمل‌های ارائه شده در استاندارد ASTM D4057 انجام دهید. تکنیک‌های نمونه‌برداری ویژه، درستی این روش آزمون را تحت‌تاثیر قرار می‌دهد.

## ۹ آماده‌سازی دستگاه‌ها

۱-۹ دستگاه، تفاوت‌های طراحی بین دستگاه‌ها، منابع برانگیختگی ICP و طول موج‌های تجزیه‌ای انتخاب شده متفاوت برای طیف‌سنج‌های مجزا، بحث در مورد جزئیات شرایط کار با دستگاه‌ها را امکان‌پذیر می‌سازد. در مورد استفاده از شرایط دستگاه با حلال‌های آلی، به دستورالعمل سازنده مراجعه کنید. دستگاه را برای استفاده از حلال رقیق‌سازی انتخابی خاص آماده کنید.

۲-۹ پمپ پریستالتیک، قبل از استفاده از پمپ پریستالتیک، لوله‌های پمپ را بازرسی کرده و در صورت نیاز تعویض کنید. قبل از شروع آزمون در هر روز، سرعت مکش محلول را بررسی نموده و آن را در سرعت مطلوب تنظیم نمایید.

۳-۹ منبع برانگیختگی ICP، منبع پلاسما را حداقل ۳۰ min قبل از اجرای آزمون روشن کنید. در طول مدت زمان گرم شدن، حلال رقیق‌کننده را مه‌پاش کنید. مشعل را در مورد تشکیل کربن در طی مدت گرم شدن بررسی کنید و در صورت تشکیل کربن، سریعاً مشعل را تعویض نموده و از دفترچه راهنمای دستگاه برای حل مشکل استفاده کنید.

یادآوری- برخی تولیدکنندگان، مدت زمان دوره گرم کردن بیشتری را جهت کاهش تغییرات در شیب‌های منحنی کالیبراسیون پیشنهاد می‌کنند.

1- Kerosine

۴-۹ پروفایل طول موج، اجرای هرگونه پروفایل طول موج که برای عملکرد عادی دستگاه مشخص شده است.

۵-۹ پارامترهای عملکردی، جهت تعیین عناصر مورد نظر، پارامترهای عملیاتی مناسب دستگاه را اختصاص دهید. این پارامترها شامل عنصر، طول موج، نقاط تصحیح زمینه (اختیاری)، ضرایب تصحیح درون عنصری (اختیاری)، زمان انتگرال گیری و تصحیح استاندارد داخلی (اختیاری) می‌باشند. انتگرال گیری چندگانه<sup>۱</sup> برای هر اندازه‌گیری موردنیاز می‌باشد و زمان انتگرال گیری به طور نوعی  $s$  ۱۰ است.

## ۱۰ کالیبراسیون

۱-۱۰ گستره خطی را برای دستگاه مورد استفاده ایجاد کنید. این گستره خطی را با اجرای استانداردهای میانی بین شاهد و استاندارد کاری و با اجرای استانداردهای حاوی غلظت‌های بزرگ‌تر از استاندارد کاری انجام دهید. آنالیز محلول‌های آزمون را در گستره خطی پاسخ انجام دهید.

۲-۱۰ استاندارد کاری، در ابتدای آنالیز هر بچ آزمون، کالیبراسیون دو نقطه‌ای شامل شاهد و استاندارد کاری را انجام دهید. در صورتی که هر عنصر در کالیبراسیون باشد، از یک استاندارد کنترلی جهت تعیین استفاده کنید. هنگامی که نتایج به دست آمده با استاندارد کنترلی در  $5\%$  غلظت‌های مورد انتظار برای همه عناصر باشد، فرایند را با آنالیز آزمون ادامه دهید. در غیر این صورت، تنظیمات موردنیاز دستگاه را انجام داده و کالیبراسیون را تکرار کنید. این فرایند را با استاندارد کنترلی برای هر پنج نمونه تکرار کنید.

۳-۱۰ استاندارد کاری با استاندارد داخلی، دستگاه را مطابق با زیربند ۲-۱۰ کالیبره کنید و نسبت شدت را برای هر عنصر با استفاده از معادله ۹ محاسبه کنید:

$$I(Re) = (I(e) - I(Be)) / I(is) \quad (9)$$

که در آن:

$I(Re)$  نسبت شدت برای عنصر  $e$ ؛

$I(e)$  شدت برای عنصر  $e$ ؛

$I(Be)$  شدت شاهد برای عنصر  $e$ ؛

$I(is)$  شدت عنصر استاندارد داخلی.

۱-۳-۱۰ پارامترهای کالیبراسیون را از نسبت‌های شدت محاسبه کنید. در اغلب دستگاه‌های ICP AES جدید، نرم‌افزار رایانه‌ای ارائه شده توسط تولیدکننده این محاسبات را انجام می‌دهند.

## ۱۱ استانداردسازی داخلی

۱-۱۱ در روش استاندارد داخلی، هر محلول آزمون دارای غلظت یکسان (یا یک غلظت معلوم) از یک عنصر استاندارد داخلی که در آزمون اصلی وجود ندارد، می‌باشد. شدت نشر عنصر استاندارد داخلی مورد استفاده جهت تصحیح تغییرات در بازده ورود آزمون، در هر آزمون با توجه به وابستگی به خواص فیزیکی آن تغییر می‌کند.

۲-۱۱ محلول استاندارد داخلی، مقدار ۲۰ g از ۰/۵۰۰ درصد جرمی کادمیم، کبالت یا ایتیریم (یا هر فلز مناسب دیگر) از غلظت‌های آلی فلزی را در یک بالن حجمی یک لیتری وزن کنید و با حلال رقیق کننده به حجم یک لیتر برسانید. این محلول‌ها را به صورت تازه و حداقل به صورت هفتگی آماده کنید. سپس این محلول‌ها را به ظروف توزیع کننده حلال منتقل کنید. غلظت عنصر استاندارد داخلی با غلظت ۱۰۰ µg/ml مورد نیاز نمی‌باشد. با این حال، غلظت عنصر استاندارد داخلی در محلول آزمون باید حداقل ۱۰۰ برابر حد تشخیص آن باشد.

## ۱۲ جابجایی نمونه

۱-۱۲ همگن‌سازی، جهت به دست آوردن نمونه معرف، بسیار مهم است که روغن کارکرده در ظرف نمونه همگن باشد.

۲-۱۲ همگن‌سازی فراصوت<sup>۱</sup>، روغن کار کرده (در ظرف نمونه) را در یک حمام فراصوت قرار دهید. برای روغن‌های بسیار گرانبه، نمونه را ابتدا تا دمای ۶۰ °C حرارت دهید. نمونه را تا قبل از رقیق‌سازی در حمام قرار دهید.

۳-۱۲ همگن‌سازی چرخشی<sup>۲</sup>، به صورت جایگزین، برای همگن‌سازی فراصوت، روغن کار کرده را در ظرف نمونه در صورت امکان به صورت چرخشی مخلوط کنید. برای روغن‌های گرانبه، نمونه را تا دمای ۶۰ °C حرارت دهید.

## ۱۳ آماده‌سازی آزمون‌ها و استانداردها

۱-۱۳ محلول شاهد، این محلول را با رقیق‌سازی به وسیله وایت اویل یا روغن پایه تا ۱۰ برابر آماده کنید.

۲-۱۳ استاندارد کاری ۱۰ µg/ml، مقدار ۰/۵۰۰ درصد جرمی از استاندارد چند عنصری را در یک ظرف با ابعاد مناسب وزن کنید. چهار برابر وزن استاندارد چند عنصری روغن پایه را اضافه کرده و با ۴۵ برابر وزن

1- Ultrasonic Homogenization  
2- Vortex Homogenization

استاندارد چند عنصری حلال رقیق‌سازی، رقیق کنید. استانداردهای کاری حاوی غلظت‌های بالاتر یا کمتر را می‌توان بسته به غلظت‌های عناصر افزودنی، فلزات ساینده یا آلودگی‌ها در روغن‌های کارکرده آماده کرد. همچنین محلول‌های حاوی عناصر مجزا را می‌توان آماده کرد. با این حال، اطمینان حاصل کنید که رقیق‌سازی ۱۰ برابری برای همه محلول‌ها حفظ شده است.

**یادآوری-** هنگامی که استاندارد کاری با غلظت ۰/۰۵۰۰ درصد جرمی با توزین ۲ g استاندارد چند عنصری در یک ظرف شیشه‌ای آماده می‌شود، افزودن ۸ g روغن و رقیق‌سازی با ۹۰ g حلال رقیق‌کننده نتایج قابل قبولی را ایجاد می‌کند.

**۱۳-۳ استاندارد کنترلی،** استانداردهای کنترلی دستگاه را به همان روش استانداردهای کاری که غلظت عناصر در استانداردهای کنترلی مشابه با غلظت عناصر در محلول آزمون است، تهیه کنید.

**۱۳-۴ آزمون،** مقداری از نمونه را که به خوبی همگن شده است در یک ظرف مناسب وزن کنید. حلال رقیق‌سازی را تا زمانی که غلظت آزمون ۱۰٪ جرمی باشد، اضافه کنید.

**۱۳-۵ استاندارد داخلی،** قبل از رقیق‌سازی با حلال رقیق‌کننده، محلول استاندارد داخلی را به استاندارد کاری، استاندارد کنترلی و آزمون اضافه کنید. اطمینان حاصل کنید که غلظت آزمون یا استاندارد ۱۰٪ جرمی باشد. استاندارد داخلی می‌تواند در حلال رقیق‌سازی موجود باشد.

#### ۱۴ روش اجرای آزمون و محاسبات

**۱۴-۱ آنالیز،** محلول‌های آزمون را به همان روش استانداردهای کالیبراسیون آنالیز کنید (یعنی زمان انتگرال‌گیری، نقاط تصحیح زمینه، شرایط پلاسما و غیره یکسان است). حلال رقیق‌سازی را بین آزمون‌ها به مدت ۶۰ s مه‌پاش کنید. غلظت‌های عنصری را با ضرب کردن غلظت تعیین شده در محلول آزمون رقیق شده با فکتور رقیق‌سازی محاسبه کنید. محاسبه غلظت‌ها را می‌توان به صورت دستی یا با رایانه انجام داد.

**۱۴-۲ کنترل کیفی با استاندارد کنترلی،** استاندارد کنترلی را پس از هر پنج نمونه مورد آزمون قرار دهید و در صورتی که نتیجه در ۵٪ غلظت مورد انتظار نباشد، دستگاه را مجدد کالیبره کرده و محلول‌های آزمون را تا آخرین آنالیز استاندارد کنترلی قابل قبول، مجدد مورد آزمون قرار دهید.

**یادآوری-** به منظور صحت‌گذاری درستی و دقت کالیبراسیون دستگاه، توصیه می‌شود استانداردهای گواهی شده مانند SRM 1085 را به صورت منظم آنالیز کنید.

**۱۴-۳ آنالیز با استانداردسازی داخلی،** محلول‌های آزمون را آنالیز کرده و نسبت شدت برای هر عنصر موجود از محلول‌های آزمون را با استفاده از معادله ۱ در زیربند ۱۰-۳ محاسبه کنید. از این نسبت‌های شدت، غلظت‌های عناصر را محاسبه کنید.



## ۱۵ گزارش آزمون

گزارش آزمون حداقل باید دارای اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۵ روش آزمون طبق این استاندارد ملی ایران؛

۲-۱۵ گزارش غلظت بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم تا سه رقم اعشار برای کلسیم، منیزیم، روی، باریم، فسفر و گوگرد با این روش آزمون؛

۳-۱۵ گزارش غلظت بر حسب میلی گرم بر کیلوگرم تا دو رقم اعشار برای آلومینیوم، بور، کروم، مس، آهن، سرب، منگنز، مولیبدن، نیکل، پتاسیم، سدیم، سیلیسیم، نقره، قلع، تیتانیم و وانادیم با این روش آزمون.

## ۱۶ دقت و اریبی

۱-۱۶ دقت، دقت این روش آزمون با استفاده از تجزیه و تحلیل آماری نتایج بین آزمایشگاهی تعیین شده است. در این مطالعه، حلال‌های رقیق‌سازی به زایلن یا نفت سفید محدود شده‌اند. برخی از آزمایشگاه‌های مشارکت‌کننده از مه‌پاش‌های نوع بابینگتون، پمپ‌های پریستالتیک، تصحیح زمینه استفاده کرده‌اند. ۱۴ آزمایشگاه، ۱۲ نمونه را آنالیز کرده‌اند. نمونه‌ها شامل روغن کارکرده توربین گازی، ۴ نمونه روغن کارکرده موتورهای بنزینی، ۲ نمونه روغن کارکرده موتورهای دیزلی، ۲ نمونه روغن کارکرده موتورهای دریایی، SRM 1085 در SRM 1083 رقیق شده است که به صورت تقریبی دارای ۴۰ mg/kg از ۱۱ فلز مختلف (این روغن همچنین حاوی ۸٪ جرمی کوپلیمر اتیلن-پروپیلن جهت بهبود شاخص گرانروی می‌باشد)، SRM 1085 رقیق شده در SRM 1083 که به صورت تقریبی دارای ۴۰ mg/kg از ۱۲ فلز مختلف، SRM 1085 رقیق شده در SRM 1083 که به صورت تقریبی دارای ۲ mg/kg از ۱۲ فلز مختلف، می‌باشند.

۱-۱-۱۶ تکرارپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون که توسط یک آزمایشگر با وسایل یکسان تحت شرایط عملکردی ثابت روی مواد آزمون یکسان در شرایط صحیح و نرمال آزمایشی به دست آمده است، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد (سطح اطمینان ۹۵٪) از مقادیر جداول ۲ و ۵ بیشتر است.

۲-۱-۱۶ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون مستقل و مجزا که توسط آزمایشگرهای مختلف در آزمایشگاه‌های متفاوت با مواد آزمون یکسان در شرایط صحیح آزمایشی به دست آمده است، فقط در یک مورد از ۲۰ مورد (سطح اطمینان ۹۵٪) از مقادیر جداول ۳ و ۶ بیشتر است.

۲-۱۶ اریبی، اریبی با آنالیز رقیق‌کننده‌های کمی SRM 1085 که دارای فلزات قابل حل در روغن به جای ذرات نامحلول می‌باشند، ارزیابی شده است. مقادیر گزارش شده برای آلومینیوم، کروم، مس، آهن، سرب، منیزیم، مولیبدن، نیکل، سیلیسیم، نقره، قلع و تیتانیم از مقادیر موردانتظار بیش از تکرارپذیری روش، هنگامی که تداخل معناداری از دیگر عناصر وجود نداشته باشد، اختلاف نخواهد داشت.

**پیوست الف**  
**(آگاهی‌دهنده)**  
**راهنمای کاربر**

**الف-۱** بسیار مهم است که روغن کارکرده از ظرف نمونه برای حصول آزمون نماینده همگن باشد، در غیر این صورت این همگن نبودن آزمون منجر به نتایج نادرستی می‌شود.

**الف-۱-۱** همگن‌ساز فراصوت دارای ارجحیت می‌باشد، اما به صورت جایگزین می‌توان از همگن‌ساز چرخشی استفاده کرد.

**الف-۲** کنترل‌های دمایی و رطوبت آزمایشگاه شامل ICP AES را بررسی کرده و مناسب بودن شرایط برای اجرای صحیح و دقیق را بررسی کنید. اطمینان حاصل کنید که شرایط محیطی موجود در طی دوره استفاده پایدار می‌باشد.

**الف-۳** درستی غلظت‌های عناصر تجاری به دست آمده از استانداردهای کالیبراسیون را قبل از استفاده با مقایسه در برابر استانداردهای اولیه مناسب یا هر روش تجزیه‌ای مستقل بررسی کنید.

**الف-۴** عدم وجود گونه‌های مورد آزمون در همه حلال‌ها و واکنشگرهای مورد استفاده را با انجام پروفایل طول موج بررسی کنید. شدت خالص باید صفر باشد.

**الف-۵** استانداردهای کنترلی و کاری را به صورت تازه قبل از هر مجموعه اندازه‌گیری یا به صورت روزانه آماده کنید.

**الف-۶** خطی بودن منحنی کالیبراسیون هرگونه مورد آزمون را هر سه ماه یا در اغلب اوقات بررسی کنید.

**الف-۷** مشعل را قبل از استفاده برای عدم وجود ترک‌ها بررسی کرده و در صورت وجود آسیب‌دیدگی در مشعل، آن را خارج کرده یا در صورت امکان تعمیر نمایید.

**الف-۸** از مشعل‌های تمیزی که عاری از تجمع کربن باشند، استفاده کنید.

**الف-۹** در صورت مشاهده اکسیداسیون، کوئل RF را تعویض یا تمیز کنید.

**الف-۱۰** اجازه دهید دستگاه حداقل به مدت ۳۰ min یا بیشتر به پیشنهاد تولیدکننده گرم شود.

**الف-۱۱** لوله‌های پمپ پریستالتیک را به صورت روزانه بررسی کرده و در صورت وجود هرگونه نقص آن را تعویض کنید. سرعت مکش را به صورت روزانه بررسی کنید.

**الف-۱۲** استانداردهای شاهد و کنترلی مناسب را پس از ۵ نمونه یا حداقل ۳۰ min دقیقه پس از زمان سپری شدن از آخرین آنالیز اجرا کنید. در صورتی که شدت خالص استاندارد بیش از ۵٪ نسبت به کنترل قبلی تغییر داشته باشد، کالیبراسیون را مجدد انجام دهید.

**الف-۱۳** برای اجتناب از اثرات حافظه، زمان کافی برای شستشو با حلال بین اندازه‌گیری‌ها را در نظر بگیرید. در صورتی که یک کاهش ناگهانی علامت حاصل از اندازه‌گیری‌های متعدد مشاهده شود، اثرات حافظه موجود می‌باشد.

**الف-۱۴** در صورت امکان از طول‌موج‌های زمینه و پیک پیشنهاد شده استفاده کنید. در دستگاه‌های ترتیبی که یک انتخاب وجود دارد، طول‌موج‌هایی را انتخاب کنید که منجر به سیگنال‌هایی با ۱۰۰ تا ۱۰۰۰ برابر حد تشخیص شود. همچنین اطمینان حاصل کنید که طول‌موج‌های انتخاب شده با عناصر غیرمنتظره تداخلی نداشته باشند.

**الف-۱۵** همه تداخل‌های طیفی موردانتظار از عناصر موجود در نمونه را بررسی کنید. راهنمای تولیدکننده را جهت بهبود و به کارگیری فاکتورها تصحیح جهت جبران این تداخلات به کار بگیرید. از تداخلات طیفی که ممکن است با انتخاب طول‌موج یا با مقایسه نتایج حاصل از دو طول‌موج مختلف برای همان عنصر ایجاد شود، اجتناب کنید. به راهنمای ارائه شده در بند ۵ مراجعه کنید.

**الف-۱۶** در صورتی که گوگرد تعیین می‌شود، از استانداردهای تجاری قابل دسترس که حاوی سولفونات‌ها می‌باشند استفاده نکنید. استانداردها را به صورت جداگانه و با غلظت مشخص از گوگرد آماده کنید.

**الف-۱۷** هنگام آماده‌سازی استانداردهای چندعنصری اطمینان حاصل کنید که عناصر با یکدیگر در ترکیبات نامحلول واکنش نمی‌دهند.

**الف-۱۸** هنگام آنالیز روغن کارکرده از مه‌پاش (High solid) نوع باینگتون استفاده کنید تا از مشکلات مسدود شدن ناشی از وجود ذرات معلق در نمونه‌ها اجتناب شود.

**الف-۱۹** نمونه و استانداردها را تا حد امکان رقیق کنید تا اثرات انتقال مه‌پاش ناشی از روغن‌هایی با گرانروی بالا، بهبود دهنده‌های گرانروی و مواد افزودنی در روغن به حداقل رسیده تا امکان تداخلات طیفی کاهش یابد. محلول‌های نمونه و استاندارد نباید حاوی بیش از ۱۰٪ جرمی روغن باشند.

**الف-۲۰** اطمینان حاصل کنید که محلول‌های استاندارد حاوی درصد جرمی یکسانی روغن همانند محلول‌های نمونه باشند. مقدار صحیح روغن را با افزودن روغن پایه عاری از گونه مورد آزمون حفظ کنید. هنگام رقیق‌سازی نسبت روغن سازگار با حلال را حفظ کنید.

**الف-۲۱** روش استاندارد داخلی مذکور در این استاندارد به منظور حذف اثرات انتقال مه‌پاش الزامی می‌باشد. غلظت دقیق و یکسانی از استاندارد داخلی باید به همه نمونه‌ها و محلول‌های استاندارد اضافه شوند.

الف-۲۲ هنگام مه‌پاشی استاندارد کاری، تجمع کربن بر روی مشعل را بررسی کنید. تنظیمات لازم جهت حذف این تجمعات را انجام دهید. این تنظیمات می‌تواند شامل موارد زیر باشد:

الف-۲۲-۱ کاهش سرعت پمپ؛

الف-۲۲-۲ افزایش سرعت جریان گاز کمکی؛

الف-۲۲-۳ استفاده از اتاقک اسپری خنک شده<sup>۱</sup>؛

الف-۲۲-۴ رقیق‌سازی نمونه؛

الف-۲۲-۵ انجام دیگر تنظیمات مذکور در دستورالعمل دستگاه؛

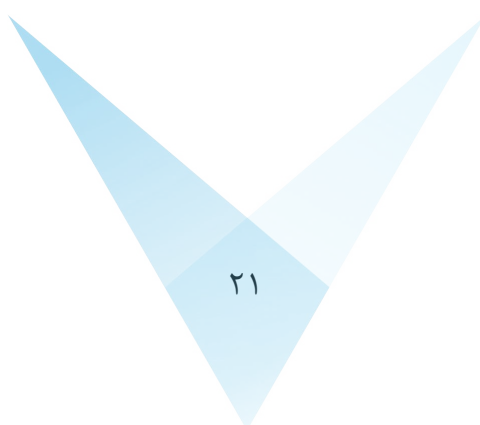
الف-۲۳ اختلاف در گرانیوی محلول‌های نمونه و استاندارد که از اختلاف‌ها در سرعت‌های مکش ایجاد می‌شوند، به طور معکوس بر درستی آنالیز تاثیر می‌گذارند. از روغن پایه عاری از گونه مورد آزمون که تا حد امکان در دمای اتاق دارای گرانیوی مشابه با نمونه مورد آزمون باشد، استفاده کنید. این اثرات را می‌توان با استفاده از پمپ پریستالتیک یا یک استاندارد داخلی به حداقل رساند. استفاده از یک پمپ پریستالتیک به طور اکید توصیه می‌شود تا سرعت ثابتی از محلول را فراهم کند. اگرچه در این روش آزمون استفاده از یک استاندارد داخلی به صورت اختیاری مجاز می‌باشد، اما استفاده از استاندارد داخلی به صورت اکید توصیه می‌شود.

الف-۲۴ حضور ذرات در نمونه سبب ایجاد انسداد در مه‌پاش می‌شود که در نتیجه آن نتایج کاهش می‌یابد. استفاده از مه‌پاش (High solid) نوع باینگتون این اثر را کاهش می‌دهد.

1- Chilled spray chamber

جدول ۵- تکرارپذیری محاسبه شده ( $\mu\text{g/g}$ ) در غلظت‌های انتخاب شده ( $\text{mg/kg}$ )

غلظت				عنصر
۱۰۰۰	۱۰۰	۱۰	۱	
...	...	۱٫۸	...	آلومینیوم
...	...	...	...	باریم
...	...	۲٫۶	...	بور
۳۲	۱	...	...	کلسیم
...	...	۱٫۰	۰٫۲	کروم
...	۸	۱٫۰	...	مس
...	۵	۰٫۸	...	آهن
...	۷	۳٫۳	...	سرب
۶۱	۸	۱٫۲	...	منیزیم
...	۴	۰٫۲	...	منگنز
...	۷	۱٫۵	...	مولیبدن
...	...	۱٫۶	...	نیکل
۷۱	۱۹	۴٫۹	...	فسفر
۳۷	۱۷	...	...	پتاسیم
...	...	۲٫۴	...	سیلیسیم
...	...	۱٫۰	۰٫۲	نقره
...	...	۲٫۲	...	سدیم
۱۳۰	...	...	...	گوگرد
...	...	۳٫۵	...	قلع
...	...	۱٫۳	...	تیتانیم
...	...	۰٫۶	۰٫۱	وانادیم
۶۵	۸	...	...	روی



جدول ۶- تجدیدپذیری محاسبه شده (mg/g) در غلظت‌های انتخاب شده (mg/kg)

غلظت				عنصر
۱۰۰۰	۱۰۰	۱۰	۱	
...	...	۶۸	...	آلومینیوم
...	...	...	۰٫۶	باریم
...	...	۱۳	...	بور
۱۲۰	۶	...	...	کلسیم
...	...	۳٫۳	۰٫۸	کروم
...	۲۴	۲٫۴	...	مس
...	۲۱	۳٫۳	...	آهن
...	۱۶	۶٫۹	...	سرب
۱۵۰	۲۵	۴٫۲	...	منیزیم
...	۳۳	۲٫۱	...	منگنز
...	۱۷	۳٫۳	...	مولیبدن
...	...	۴٫۷	...	نیکل
۱۴۰	۴۳	۱۴	...	فسفر
۴۹	۲۵	...	...	پتاسیم
...	...	۷٫۱	...	سیلیسیم
...	...	۳٫۵	۰٫۴	نقره
...	...	۵٫۶	...	سدیم
۲۱۰	...	...	...	گوگرد
...	...	۸٫۸	...	قلع
...	...	۷٫۴	...	تیتانیم
...	...	۳٫۵	۰٫۳	وانادیم
۱۷۰	۱۳	...	...	روی